



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106350112 B

(45)授权公告日 2017.12.15

(21)申请号 201510412498.7

CN 104611058 A, 2015.05.13,

(22)申请日 2015.07.14

冯全等. 废润滑油加氢再生工艺研究.《石化技术与应用》.2014,(第5期),

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106350112 A

审查员 王堃

(43)申请公布日 2017.01.25

(73)专利权人 新疆聚力环保科技有限公司

地址 830000 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市头屯河区明兴巷188号

(72)发明人 杨开财

(51)Int.Cl.

C10G 67/14(2006.01)

C10M 175/02(2006.01)

(56)对比文件

CN 102408942 A, 2012.04.11,

US 4941967 A, 1990.06.17,

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法

(57)摘要

本发明公开了一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其创新点在于:废矿物油的预处理部分依次包括沉降脱水、水洗、碟片式离心机离心、卧式离心机离心、刮膜蒸发器蒸发和减压蒸馏步骤,预处理后的润滑油基础油料再进入加氢装置,先进入预加氢保护反应器,然后再进入加氢精制反应器,生产出高档次的润滑油基础油。本发明的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,只需要经过本发明的预处理方法进行处理后,就可以有效脱除废润滑油中的各种非理想组分,且步骤简单,操作方便,节省了人力物力;产品质量好,收率高,且不会产生废弃物,不会对环境造成任何污染;操作条件都比较温和,降低了对设备的使用要求,提高了再生效率10~15%,有利于设备的连续化运行,缓解废油对环境的污染以及石油产品的短缺。

1. 一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:预处理部分依次包括沉降脱水、水洗、碟片式离心机离心、卧式离心机离心、刮膜蒸发器蒸发和减压蒸馏步骤,预处理后的润滑油基础油料再进入加氢装置,先进入预加氢保护反应器,然后再进入加氢精制反应器,生产出高档次的润滑油基础油,具体操作步骤为:

(1) 废矿物油先进入沉降罐,沉降脱除油中的水和油泥以及大的固体颗粒;

(2) 然后进入水洗罐,在水洗罐中加入碱液、水和破乳剂来脱除油中的有机酸和水溶性的添加剂;

(3) 将步骤(2)中含水油依次进入碟片式离心机离心、卧式离心机脱除固体杂质和水;

(4) 将步骤(3)中的废润滑油再进入熔盐加热炉,加热到300~380℃后进入刮膜蒸发器蒸发;蒸发出的废矿物油中的理想组份润滑油料再进入减压蒸馏塔,切割为不同馏分的润滑油基础油料,渣油在蒸发器塔底流出;

(5) 步骤(4)预处理后的润滑油基础油料从先进入装有保护剂的反应器中进行预加氢精制进一步脱除杂质;经预加氢精制的废润滑油进入加氢主反应器,在加氢催化剂的作用下实现加氢精制,使原料油中的非理想组分加氢饱和,产物进行汽提干燥处理,生产出合格产品。

2. 根据权利要求1所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:所述步骤(2)中水洗罐中碱液、水和破乳剂的加入比例为0.1~0.2:1~1.5:0.01~0.05。

3. 根据权利要求1所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:所述步骤(3)中,设置碟片式离心机离心的转速为2000~3000转/分钟,离心时间为1~10小时;设置卧式离心机的转速为3000~4000转/分钟,离心时间为1~10小时。

4. 根据权利要求1所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:所述步骤(4)中,减压蒸馏的操作条件为:进料温度300~360℃;真空度5~20pa;塔顶温度100~150℃。

5. 根据权利要求1所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:所述步骤(5)中预加氢精制时用的保护剂由氧化铝载体负载钼、镍或钨中的一种或任意多种活性金属而成,所述活性金属负载总量为5%~10%。

6. 根据权利要求1所述的所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,所述步骤(5)中废润滑油在加氢主反应器中加氢精制时用的加氢催化剂具体是由氧化铝载体担载活性组分W、Ni以及助剂组分P组成,以该催化剂的总质量计,活性组分和助剂组分的含量为:W<sub>03</sub> 25%~35%、NiO 2.0%~7.0%、P2.0%~5.5%,且该催化剂的孔容 $\geq 0.40\text{mL/g}$ ,比表面积 $\geq 200\text{m}^2/\text{g}$ 。

7. 根据权利要求1所述所述的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其特征在于:所述步骤(5)加氢精制的条件为:温度为280~400℃,压力为5~15MPa,体积空速为0.2~1.5h<sup>-1</sup>,氢油体积比为300~1000。

## 一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,属于润滑油制备领域。

### 背景技术

[0002] 润滑油从组成上讲由 80% -90%的基础油和 10%~ 20% 的添加剂组成的,主要化学成分是多种烃类以及少量非烃类的混合物。然而润滑油在使用一段时间后由于物理、化学或人为因素导致了润滑油的性能劣化,生成了如醛、酮、树脂、沥青胶态物质、碳黑及有机酸、盐、水、金属屑等污染杂质,不能再继续使用而成为废润滑油。实际上废润滑油并不废,而用过的润滑油真正变质的只是其中的百分之几,因此如何有效的去除废润滑油中的这些杂质,是废润滑油再生的关键。目前废润滑油的再生工艺主要有蒸馏—酸洗—白土精制,沉降—酸洗—白土蒸馏,沉降—蒸馏—酸洗—白土精制,蒸馏—乙醇抽提—白土精制,蒸馏—糠醛精制—白土精制,沉降—絮凝—白土精制等。上述工艺都存在基础油利用率低、产生大量固体废弃物及酸渣的缺点。要克服上述工艺的不足,需采用加氢精制技术,在有氢气存在的条件下,经物理和化学等方法脱除其中的水、硫、氮、氯、氧及各种添加剂,得到润滑油基础油和满足国V要求的汽柴油调和组分。

[0003] 随着废润滑油再生工艺技术的深入研究和发 展,废润滑油再生的工业化装置的处理量也越来越大,因此对环保要求也越来越高。例如中国专利(专利号ZL200610086926.2)专利采用的白土精制方法设备投资少、操作简单、产品质量好,是中小型废润滑油再生装置的首选精制方法。当废润滑油再生装置的处理量增加时,白土精制产生的废白土渣的数量也随之增加,废白土渣的无害化处理带来一定的困难。

[0004] 例如中国专利(CN102504933A)公开了一种废润滑油的再生方法,该技术方案中公开了废油的预处理步骤:将废润滑油置于一个带搅拌的混合器中,加入废润滑油的碱性化合物,在室温到100度条件下搅拌10~60分钟,然后移入沉降罐中沉降1~10h,以除去水分和杂质。之后进行短程蒸馏,至少依次经过以下两级蒸馏,第一级短程蒸馏操作条件为温度150~250、真空度30~100pa,分馏出轻质润滑油基础油料,然后物料进入第二级短程蒸馏,其操作条件为温度180~260、真空度5~20pa,蒸出中质润滑油基础油料,残油由塔底排出,该技术方案预处理方法处理后再生润滑油纯度不高,再生效率也不高,且经过预处理步骤不简便,不利于工业化集成化的生产。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于针对现有技术中的不足,提供一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,可以有效脱除废润滑油中的各种非理想组分,且步骤简单,操作方便,节省了人力物力。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:一种废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,其创新点在于:预处理部分依次包括沉降脱水、水洗、碟片式离心

机离心、卧式离心机离心、刮膜蒸发器蒸发和减压蒸馏步骤,预处理后的润滑油基础油料再经过加氢精制。

[0007] 在此基础上,具体操作步骤为:

[0008] (1) 废矿物油先进入沉降罐,沉降脱除油中的水和油泥以及大的固体颗粒;

[0009] (2) 然后进入水洗罐,在水洗罐中加入碱液、水和破乳剂来脱除油中的有机酸和水溶性的添加剂;

[0010] (3) 将步骤(2)中含水油依次进入碟片式离心机离心、卧式离心机脱除固体杂质和水;再通过氧化铝吸附剂吸附处理,经过处理后的废润滑油在装有保护剂的反应器中进行预加氢精制进一步脱除杂质;

[0011] (4) 将步骤(3)中的废润滑油再进入熔盐加热炉,加热到300~380℃后进入刮膜蒸发器蒸发;蒸发出的废矿物油中的理想组份润滑油料再进入减压蒸馏塔,切割出不同的润滑油馏分,渣油在蒸发器塔底流出;

[0012] (5) 步骤(4)预处理后的润滑油基础油料从先进入装有保护剂的反应器中进行预加氢精制进一步脱除杂质;经预加氢精制的废润滑油进入加氢主反应器,在加氢催化剂的作用下实现加氢精制,使原料油中的非理想组分加氢饱和,产物进行汽提干燥处理,生产出合格产品。

[0013] 在此基础上,所述实现预加氢精制的保护剂由氧化铝载体负载钼、镍及钨中的一种或多种活性金属而成,其中,活性金属负载量为5%~10%。

[0014] 在此基础上,所述步骤(2)中水洗罐中碱液、水和破乳剂的加入比例为0.1~0.2:1~1.5:0.01~0.05。

[0015] 在此基础上,所述步骤(4)中,设置碟片式离心机离心的转速为2000~3000转/分钟,离心时间为1~10小时;设置卧式离心机的转速为3000~4000转/分钟,离心时间为1~10小时。

[0016] 在此基础上,所述步骤(5)中,减压蒸馏的操作条件为:进料温度300~360℃;真空度5~20pa;塔顶温度100~150℃。

[0017] 在此基础上,所述步骤(5)中预加氢精制时用的保护剂由氧化铝载体负载钼、镍或钨中的一种或任意多种活性金属而成,所述活性金属负载总量为5%~10%。

[0018] 在此基础上,所述步骤所述步骤(5)中预处理后的润滑油基础油料在加氢主反应器中加氢精制时用的加氢催化剂具体是由氧化铝载体担载活性组分W、Ni以及助剂组分P组成,以该催化剂的总质量计,活性组分和助剂组分的含量为:W<sub>03</sub> 25%~35%、NiO 2.0%~7.0%、P2.0%~5.5%,且该催化剂的孔容 $\geq 0.40\text{mL/g}$ ,比表面积 $\geq 200\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0019] 在此基础上,所述步骤(5)加氢精制的条件为:温度为280~400℃,压力为5~15MPa,体积空速为0.2~1.5h<sup>-1</sup>,氢油体积比为300~1000。

[0020] 本发明的有益效果如下:

[0021] (1) 本发明的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,只需要经过本发明的预处理方法进行处理后,就可以有效脱除废润滑油中的各种非理想组分,且步骤简单,操作方便,节省了人力物力。

[0022] (2) 本发明的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,再生后的产品质量好,收率高,且不会产生废弃物,不会对环境造成任何污染。

[0023] (3)本发明的废矿物油预处理—加氢再生润滑油基础油的方法,操作条件都比较温和,降低了对设备的使用要求,提高了再生效率10~15%,有利于设备的连续化运行,缓解废油对环境的污染以及石油产品的短缺。

### 具体实施方式

[0024] 下面结合具体实施例对本发明的技术方案作详细说明。

[0025] 实施例1

[0026] 取废矿物油样品,如下表1中的样品1所示,经检测,该废矿物油原料颜色深、闪点低、酸值高、重金属含量高,

[0027] 将上述废润滑油使用本发明的预处理方法进行处理,依次包括沉降脱水、水洗、碟片式离心机离心、卧式离心机离心、刮膜蒸发蒸发器蒸发和减压蒸馏步骤。

[0028] 具体步骤如下:

[0029] (1)废矿物油先进入沉降罐,沉降脱除油中的水和油泥以及大的固体颗粒;

[0030] (2)然后进入水洗罐,在水洗罐中加入碱液、水和破乳剂来脱除油中的有机酸和水溶性的添加剂;其中,水洗罐中碱液、水和破乳剂的加入比例为0.1~0.2:1~1.5:0.01~0.05;

[0031] (3)将步骤(2)中含水油依次进入碟片式离心机离心、卧式离心机脱除固体杂质和水;具体的,设置碟片式离心机离心的转速为2000~3000转/分钟,离心时间为1~10小时;设置卧式离心机的转速为3000~4000转/分钟,离心时间为1~10小时;再通过氧化铝吸附剂吸附处理,经过处理后的废润滑油在装有保护剂的反应器中进行预加氢精制进一步脱除杂质;

[0032] (4)将步骤(3)中的废润滑油再进入熔盐加热炉,加热到300~380℃后进入刮膜蒸发器蒸发;蒸发出的废矿物油中的理想组份润滑油料再进入减压蒸馏塔,切割为不同的润滑油基础油料,渣油在蒸发器塔底流出;

[0033] (5)步骤(4)预处理后的润滑油基础油料从先进入装有保护剂的反应器中进行预加氢精制进一步脱除杂质;经预加氢精制的废润滑油进入加氢主反应器,在加氢催化剂的作用下实现加氢精制,使原料油中的非理想组分加氢饱和,产物进行汽提干燥处理,生产出合格产品。

[0034] 上述实现预加氢精制的保护剂由氧化铝载体负载钼、镍及钨中的一种或多种活性金属而成,其中,活性金属负载量为5%~10%。在加氢主反应器中加氢精制时用的加氢催化剂具体是由氧化铝载体担载活性组分W、Ni以及助剂组分P组成,以该催化剂的总质量计,活性组分和助剂组分的含量为:W<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 25%~35%、NiO 2.0%~7.0%、P 2.0%~5.5%,且该催化剂的孔容≥0.40mL/g,比表面积≥200m<sup>2</sup>/g。加氢精制的条件为:温度为280~400℃,压力为5~15MPa,体积空速为0.2~1.5h<sup>-1</sup>,氢油体积比为300~1000。

[0035] 从下表2中可以看出,利用本实施例的废矿物油油预处理—加氢精制方法进行处理得到的主要产品,即大于320度的馏分,完全达到新润滑油基础油标准。

[0036] 表1:实施例1的废矿物油原料性质

[0037]

|                       |        |        |
|-----------------------|--------|--------|
| 油样编号                  | 1      | 2      |
| 密度/g·cm <sup>-3</sup> | 0.8300 | 0.8640 |

|                                     |        |       |
|-------------------------------------|--------|-------|
| 粘度/mm <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> |        |       |
| 40℃                                 | 72     | 79    |
| 100℃                                | 16.4   | 15.8  |
| 闪点(开口)/℃                            | 110    | 109   |
| 倾点/℃                                | -30    | -30   |
| 颜色                                  | 黑色     | 黑色    |
| 酸值/mgKOH/g                          | 3.5    | 8.4   |
| 金属杂质含量                              |        |       |
| ω(水分)/%                             | 2      | 3.5   |
| ω(Cu)/ppm                           | 9.5    | 12.5  |
| ω(Mn)/ppm                           | 37.6   | 48.6  |
| ω(Na)/ppm                           | 150.25 | 215.4 |
| ω(K)/ppm                            | 4.30   | 16.5  |
| ω(Pb)/ppm                           | 6.4    | 12.4  |
| ω(Ca)/ppm                           | 1855   | 2123  |
| ω(Mg)/ppm                           | 278    | 356   |
| ω(Zn)/ppm                           | 1058   | 1825  |
| ω(Fe)/ppm                           | 64     | 84    |
| ω(Ni)/ppm                           | 1.3    | 5.4   |

[0038] 表2 实施例1的产品性质

[0039]

| 项 目                                      | 数 据    |
|--|--------|
| 总液收/%                                    | 98.4   |
| 密度/g.cm <sup>-3</sup>                    | 0.8215 |
| 小柱子切割/℃                                  |        |
| 初馏点/℃                                    | 60     |
| <160℃ 收率/%                               | 1.2    |
| 密度/g.cm <sup>-3</sup>                    | 0.7258 |
| 硫/ppm                                    | 215    |
| 160~320℃ 收率/%                            | 9.2    |
| 密度/g.cm <sup>-3</sup>                    | 0.8155 |
| 硫/ppm                                    | 40.1   |
| 粘度(20℃)/mm <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> | 2.25   |
| 闪点(闭口)/℃                                 | 55     |
| 倾点/℃                                     | <-35   |
| >320℃ 收率/%                               | 88.0   |
| 密度/g.cm <sup>-3</sup>                    | 0.8418 |
| 外观                                       | 透明     |
| 颜色                                       | 0 .5   |

|  |        |
|--|--------|
| 粘度(40℃) / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  | 32.59  |
| 粘度(100℃) / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ | 5.46   |
| 粘度指数   | 106    |
| 闪点(开口) / °C                                  | 216    |
| 倾点 / °C                                      | -12    |
| 酸值 / mgKOH/g                                 | 0.01   |
| 苯胺点, °C                                      | 108    |
| 硫含量(质量分数), %                                 | 0.08   |
| 总氮含量(质量分数), %                                | 0.001  |
| 碱性氮(质量分数), %                                 | 0.0004 |
| 蒸发损失Noack法, 250℃ 1h                          | 10.8   |
| 氧化安定性(旋转氧弹法) 150℃, min                       | 210    |

[0040] 实施例2

[0041] 取废矿物油样品2, 该原料的酸值和重金属等含量均比实施例1中的废润滑油样品高。

[0042] 按照实施例1的预处理方法进行操作, 所得到的油品性能测试结果如下表3所示:

[0043]

| 项 目  | 数 据    |
|--|--------|
| 总液收/%  | 98.4   |
| 密度/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$          | 0.8215 |
| 小柱子切割/°C                                     |        |
| 初馏点/°C                                       | 60     |
| <160℃ 收率/%                                   | 1.2    |
| 密度/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$          | 0.7258 |
| 硫/ppm  | 215    |
| 160~320℃ 收率/%                                | 9.2    |
| 密度/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$          | 0.8155 |
| 硫/ppm  | 40.1   |
| 粘度(20℃) / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  | 2.25   |
| 闪点(闭口) / °C                                  | 55     |
| 倾点/°C  | <-35   |
| >320℃ 收率/%                                   | 88.0   |
| 密度/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$          | 0.8418 |
| 外观   | 透明     |
| 颜色   | 0 .5   |
| 粘度(40℃) / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  | 32.59  |
| 粘度(100℃) / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ | 5.46   |
| 粘度指数   | 106    |
| 闪点(开口) / °C                                  | 216    |

|                       |        |
|-----------------------|--------|
| 倾点/°C                 | -12    |
| 酸值/mgKOH/g            | 0.01   |
| 苯胺点,°C                | 108    |
| 硫含量(质量分数),%           | 0.08   |
| 总氮含量(质量分数),%          | 0.001  |
| 碱性氮(质量分数),%           | 0.0004 |
| 蒸发损失Noack法,250°C 1h   | 10.8   |
| 氧化安定性(旋转氧弹法)150°C,min | 210    |

[0044] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。