

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 98101047.4

[45] 授权公告日 2002 年 9 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1090986C

[22] 申请日 1998.3.20

[21] 申请号 98101047.4

[30] 优先权

[32] 1997.3.21 [33] US [31] 822232

[73] 专利权人 英特卫普有限公司

地址 委内瑞拉加拉加斯市

[72] 发明人 赫西列奥·里瓦斯

夏玛拉·古铁雷斯

安东尼奥·E·卡德纳斯

阿曼达·莫莱斯

[56] 参考文献

CN1099671A 1995. 3. 8

CN1135373A 1996. 11. 13

DE4012336A 1990. 10. 25

EP210642A 1987. 2. 4

US5411558A 1995. 5. 2

审查员 李广峰

[74] 专利代理机构 北京三幸商标专利事务所

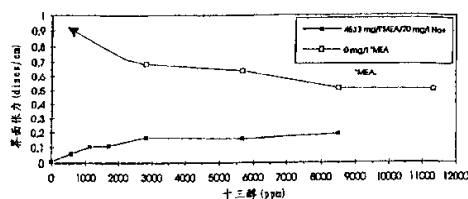
代理人 刘激扬

权利要求书 3 页 说明书 17 页 附图页数 16 页

[54] 发明名称 具有胺和乙氧基化醇的天然表面活性剂

[57] 摘要

一种稳定的水包烃乳液,其包含一种含天然表面活性剂的烃相;一种水相,以水相计,水相包含含量大于约 10ppm(wt)并小于或等于约 100ppm(wt)的电解质;一种表面活性剂添加剂,其包含一种胺和一种乙氧基化醇,其用量可有效地活化所述天然表面活性剂并稳定乳液。



权 利 要 求 书

1. 一种稳定的水包烃乳液，其包含：
一种含天然表面活性剂的烃相；
一种水相，以水相计，水相包含含量大于 10ppm(wt)并小于或等于 100ppm(wt)的电解质；和
一种表面活性剂添加剂，其包含一种胺和一种乙氧基化醇，其用量可有效地活化所说天然表面活性剂并稳定乳液。
2. 根据权利要求 1 的乳液，以烃相计，其中所说的胺的用量大于或等于 300ppm(wt)，所说的乙氧基化醇的用量大于或等于 100ppm(wt)。
3. 根据权利要求 1 的乳液，以烃相计，其中所说的胺的用量为 300ppm(wt)至 1500 ppm(wt)。
4. 根据权利要求 1 的乳液，以烃相计，其中所说的胺的用量为 800 ppm(wt)。
5. 根据权利要求 1 的乳液，以烃相计，其中所说的乙氧基化醇的用量为 100ppm(wt)至 3000 ppm(wt)。
6. 根据权利要求 1 的乳液，以烃相计，其中所说的乙氧基化醇的用量为 500ppm(wt)至 1500 ppm(wt)。
7. 根据权利要求 1 的乳液，其中所说的胺选自：单乙醇胺、乙二胺、乙胺、二乙胺、三乙胺、丙胺、仲丙胺、二丙胺、异丙胺、丁胺、仲丁胺、四甲基氢氧化铵、四丙基氢氧化铵及其混合物。
8. 根据权利要求 1 的乳液，其中所说的胺为乙醇胺。
9. 根据权利要求 1 的乳液，其中所说的胺为单乙醇胺。
10. 根据权利要求 1 的乳液，其中所说的乙氧基化醇选自：多乙氧基化 C12-C14、饱和的多乙氧基化 C16-C18、不饱和的多乙氧基化 C16-C18 及它们的混合物。
11. 根据权利要求 10 的乳液，其中所说的乙氧基化为多乙氧基化十三醇(C13)。
12. 根据权利要求 1 的乳液，其中所说的烃相为沥青。

13.根据权利要求 1 的乳液，其中所说的烃相为 Cerro Negro 沥青。

14.根据权利要求 1 的乳液，其中所说的最后的烃相与所说的水相是以其体积比值为 90:10 至 70:30 存在的。

15.根据权利要求 1 的乳液，其中所说的乳液的平均液滴尺寸小于或等于 30 μ m。

16.一种稳定的水包烃乳液的制备方法，该方法包括下述步骤：

提供含天然表面活性剂的烃相；

提供一种水相，以水相计，该水相包含含量大于 10ppm(wt)并小于或等于 100ppm(wt)的电解质；

将所说的烃相与所说的水相及表面活性剂添加剂混合，所说的表面活性剂添加剂包含一种胺和一种乙氧基化醇，其用量可有效地活化所说天然表面活性剂并稳定乳液。

17.根据权利要求 16 的方法，以烃相计，其中所说的胺的用量大于或等于 300ppm(wt)，所说的乙氧基化醇的用量大于或等于 100ppm(wt)。

18.根据权利要求 16 的方法，以烃相计，其中所说的胺的用量为 300ppm(wt)至 1500 ppm(wt)。

19.根据权利要求 16 的方法，以烃相计，其中所说的胺的用量为 800 ppm(wt)。

20.根据权利要求 16 的方法，以烃相计，其中所说的乙氧基化醇的用量为 100ppm(wt)至 3000 ppm(wt)。

21.根据权利要求 16 的方法，以烃相计，其中所说的乙氧基化醇的用量为 500ppm(wt)至 1500 ppm(wt)。

22.根据权利要求 16 的方法，其中所说的胺选自：单乙醇胺、乙二胺、乙胺、二乙胺、三乙胺、丙胺、仲丙胺、二丙胺、异丙胺、丁胺、仲丁胺、四甲基氢氧化铵、四丙基氢氧化铵及其混合物。

23.根据权利要求 16 的方法，其中所说的胺为乙醇胺。

24.根据权利要求 16 的方法，其中所说的胺为单乙醇胺。

25.根据权利要求 16 的方法,其中所说的乙氧基化醇选自:多乙氧基化 C12-C14、饱和的多乙氧基化 C16-C18、不饱和的多乙氧基化 C16-C18 及它们的混合物。

26.根据权利要求 16 的方法,其中所说的乙氧基化为多乙氧基化十三醇(C13)。

27.根据权利要求 16 的方法,其中所说的烃相为沥青。

28.根据权利要求 16 的方法,其中所说的烃相为 Cerro Negro 沥青。

29.根据权利要求 16 的方法,其中所说的烃相与所说的水相是以其体积比值为 90:10 至 70:30 存在的。

30.根据权利要求 16 的方法,其中所说的混合步骤包括使所说的烃相与部分初始电解质含量小于或等于 10ppm(wt)的水相部分及所说的表面活性剂添加剂混合,以活化所说的天然表面活性剂并形成中间体乳液,随后用其余的所说的电解质含量大于 10 ppm(wt)且小于或等于 100 ppm(wt)的水稀释中间体乳液,以使中间体乳液稀释,得到最终的水包烃乳液。

31.根据权利要求 30 的方法,其中所说的中间体乳液的烃相与水相的体积比为 85:15,所说的水包烃乳液的烃相与水相的体积比为 70:30。

32.根据权利要求 16 的方法,其中所说的混合步骤提供了最终水包烃乳液的平均液滴尺寸小于或等于 30 μ m。

33.一种用于制备水包烃乳液的表面活性剂添加剂,其包含一种胺和一种乙氧基化醇,胺与乙氧基化醇的重量比值为 5:1 至 1:2。

34.根据权利要求 33 的表面活性剂添加剂,其中所述的比值为 2:1 至 1:2。

说明书

具有胺和乙氧基化醇的天然表面活性剂

本发明涉及一种稳定的水包烃乳液，优选水包沥青乳液，它适用于使用燃烧用燃料。

水包沥青乳液在世界能源市场上是一种燃料源。通常，该乳液是使用表面活性剂形成的，但所述表面活性剂可显著增加乳液的成本。此外，某些表面活性剂如乙氧基化烷基苯酚被认为对环境有害，许多国际组织如欧洲经济共同体规定，禁止使用乙氧基化烷基苯酚用于燃烧用燃料中及其它应用中。

相应地，需要一种水包烃乳液和其制备方法，其中采用经济且对环境无害的材料来制备并稳定乳液。

因而，本发明的一个基本目的是提供一种无乙氧基化烷基苯酚稳定制备并稳定的乳液。

本发明的另一个目的是提供一种乳液，其中，存在于烃或沥青相中的天然表面活性剂被活化并被用于制备且稳定乳液。

本发明的另一个目的是提供一种制备水包烃乳液的方法，其中所需的表面活性剂添加剂用量降低。

本发明的另一个目的是提供一种表面活性剂添加剂，它可用于制备粘稠的烃或沥青在水中的乳液，其中，所述乳液对 pH 值的变化或水相的含盐量不敏感。

本发明的另一个目的是提供一种水包烃乳液及其制备方法，其中可采用更宽范围的稀释用水。

本发明的另一个目的是提供一种粘稠烃或沥青在水中的乳液的制备方法。

其它目的和优点从以下的描述中可明显看出。

根据本发明，上述目的和优点易于实现。

按照本发明，提供了一种稳定的水包烃乳液，其包含：一种含天然表面活性剂的烃相；一种水相，以水相计，水相包含含量

大于 10ppm(wt)并小于或等于 100ppm(wt)的电解质；一种表面活性剂添加剂，其包含一种胺和一种乙氧基化醇，其用量可有效地活化所说天然表面活性剂并稳定乳液。

进而，按照本发明，提供了一种乳液的制备方法，该方法包括：提供含天然表面活性剂的烃相的步骤；提供水相的步骤，以水相计，水相包含含量大于 10ppm(wt)并小于或等于 100ppm(wt)的电解质；将所说的烃相与所说的水相及表面活性剂添加剂混合，所说的表面活性剂添加剂包含一种胺和一种乙氧基化醇，其用量可有效地活化所说天然表面活性剂并稳定乳液。

按照本发明，提供了一种用于制备水包烃乳液的表面活性剂添加剂，其包含一种胺和一种乙氧基化醇，胺与乙氧基化醇的重量比值为 5:1 至 1:2。

下面，参考附图，详细描述本发明的优选实施方式。其中：

图 1 说明仅包含多乙氧基化十三醇的水包沥青乳液的界面张力，和包含多乙氧基化十三醇、单乙醇胺及钠离子的混合物的乳液的界面张力；

图 2 说明含不同浓度单乙醇胺及 5667ppm 多乙氧基化十三醇的水包沥青乳液的界面张力；

图 3 说明具有不同浓度单乙醇胺及 20ppm 钠离子的乳液的平均液滴直径，乳液的沥青与水的比值为 85:15；

图 4 说明具有不同浓度乙氧基化十三醇乳液的平均液滴直径，乳液的沥青与水的比值为 85:15 和 70:30，乳液制备过程中加入单乙醇胺及钠离子，在稀释过程中加入乙氧基化十三醇乳液的沥青与水的比值为 85:15 和 70:30；

图 5 说明乳液的液滴平均直径分布，一种乳液仅包含单乙醇胺和钠，而另一种则包含单乙醇胺、钠和乙氧基化十三醇；

图 6 显示了比值 D_f/D_i 与乳液剪切时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇；

图 7 显示了比值 D_f/D_i 与乳液剪切时间的关系，乳液包含 600ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇；

图 8 显示了比值 D_f/D_i 与乳液剪切时间的关系，乳液包含 1000ppm 的乙氧基化十三醇和不同浓度的单乙醇胺及 20ppm 的钠；

图 9 显示了平均液滴尺寸与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 25℃ 下贮存；

图 10 显示了平均液滴尺寸与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 45℃ 下贮存；

图 11 显示了比表面积与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 45℃ 下贮存；

图 12 显示了比表面积与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 25℃ 下贮存；

图 13 显示了乳液在第 0 天及在 25℃ 下贮存第 30 天后的液滴尺寸分布，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及 1000ppm 的乙氧基化十三醇；

图 14 显示了乳液在第 0 天及在 45℃ 下贮存第 30 天后的液滴尺寸分布，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及 1000ppm 的乙氧基化十三醇；

图 15 显示了粘度与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 25℃ 下贮存；

图 16 显示了粘度与乳液贮存时间的关系，乳液包含 800ppm 的单乙醇胺，20ppm 的钠及不同浓度的乙氧基化十三醇，其中乳液在 45℃ 下贮存。

本发明涉及一种稳定的水包烃乳液，涉及用于形成该乳液的表面活性剂添加剂，还涉及使用该表面活性剂添加剂活化包含于烃中的天然表面活性剂以形成乳液的方法。

按照本发明，使用了一种表面活性剂添加剂来形成并提供稳

定的水包烃乳液，所述的表面活性剂添加剂无论从环境保护上还是经济上均是理想的。优选的乳液是由烃沥青形成的，理想的沥青为包含天然表面活性剂的 Cerro Negro 沥青。本发明的表面活性剂添加剂有益地可用于活化沥青的天然表面活性剂，从而形成理想的水包烃乳液，它的另一个作用则是可稳定乳液，以抵制诸如水相 pH 值变化和/或含盐量等因素。

用于本发明的典型烃相为 Cerro Negro 沥青，其常规组成如下表 1:

表 1

组分	
API 比重	8.1
饱和(%)	29.4
芳香物(%)	35.6
树脂(%)	18.9
沥青质	16.1
酸(mg KOH/g)	3.02
碳(%)	80.3
氢(%)	9.9
氮(ppm)	6188
硫(%)	3.7
钒(ppm)	367.4
镍(ppm)	95.5
钠(ppm)	11.8
康拉逊(conradson)碳(%)	17.2
含水量(%)	0.1

如上表 1 所述的沥青用于制备用水包烃乳液，这种沥青可从 Bitor, S.A. 商购(商标名 Orimulsion)，该乳液适于用作液体燃料燃烧，还可用于其它场合，如在炼油厂进行再加工等。根据本发明，

提供了使用表面活性剂添加剂的类似的乳液，该添加剂赋予乳液理想的流变性和稳定性，且其即经济又符合环境要求。

进而，常规方法制备的乳液对乳液水中含量大于约 10ppm 的电解质是敏感的，而使用本发明的表面活性剂添加剂制备的乳液可采用电解质含量高达约 100ppm 的水。其优点体现在允许使用更多种类的水来制备本发明的乳液。

如上所述的包括 Cerro Negro 沥青在内的大多数天然粘性烃原料包含非活性的表面活性剂，其包括羧酸、苯酚和酯，在适当的条件下，它们可被活化作表面活性剂。根据本发明，提供了可活化这些天然表面活性剂的添加剂，且它们还可进一步稳定使用天然表面活性剂制备的乳液，从而降低了乳液对 pH 值变化及水含盐量的敏感性。此外，本发明的表面活性剂添加剂可用于替代不符合环境要求的表面活性剂添加剂如乙氧基化烷基苯酚。

根据本发明，提供了一种表面活性剂添加剂，它包含一种胺和一种乙氧基化醇。按照本发明，发现所述胺可活化来自沥青的天然表面活性剂，而乙氧基化醇部分则可用于稳定乳液并降低乳液对乳液的水相中 pH 值变化及含盐量的敏感性。进而，如下面将给出的那样，本发明的表面活性剂添加剂可用于提供稳定的乳液，胺与醇部分的用量非常小，从经济方面考虑该表面活性剂添加剂也是理想的。

按照本发明，胺优选选自单乙醇胺、乙二胺、乙胺、二乙胺、三乙胺、丙胺、仲丙胺、二丙胺、异丙胺、丁胺、仲丁胺、四甲基氢氧化铵、四丙基氢氧化铵及其混合物。优选胺为乙醇胺，首选单乙醇胺。

本发明的乙氧基化醇组分优选选自多乙氧基化 C12-C14、饱和的多乙氧基化 C16-C18、不饱和的多乙氧基化 C16-C18 及它们的混合物，首选多乙氧基化十三醇(C13)。

一种特别适用于本发明的乙氧基化醇是由 Hoechst de Venezuela(商标名为 X-159)提供的多乙氧基化十三醇，其物理性能为：亲水亲油平衡值为 15.4；氧化乙烯的平均摩尔数为 15；浊点为 83°；90 % 活性。

根据本发明，优选提供了具有表面活性剂添加剂的乳液，以烃相重量计，所述的表面活性剂添加剂包含至少约 300ppm(wt)的胺和至少约 100ppm(wt)的乙氧基化醇。更优选的是，胺在约 500-1500ppm 时特别有效，首选约 800ppm。乙氧基化醇的用量优选约 100-3000ppm，更优选约 500-1500ppm，均以烃相重量计。

如上所述，以水相重量计，可以使用电解质含量大于约 10ppm，最高至约 100ppm(wt)的水作为乳液的水相，从而可有利地提供更大量的水用于制备乳液。本发明的表面活性剂添加剂用于保持乳液在高电解质含量下的稳定性。

优选本发明的乳液中烃或沥青相与水相的比值约为 90:10-70:30。如在以下乳液制备方法中所述，优选制备一种比值为 85:15 的中间体乳液，随后再将乳液稀释至比值约为 70:30。这些比值基于烃和水的体积。

本发明的最终乳液的平均液滴尺寸应小于或等于约 $30\mu\text{m}$ ，在 30°C 及 1S^{-1} 时的粘度小于或等于约 1500cp。

本发明的乳液这样制备：将沥青与含水相或水相及具有充分混能的表面活性剂添加剂混合，使混合物乳化，并提供于水连续相中沥青分散相的乳液，其具有所要求的液滴尺寸和粘度。

根据本发明，业已发现，形成的乳液的稳定性在两步法中通过形成乳液而增强，其中第一步包括使烃或沥青相与一部分电解质含量小于或等于约 10ppm 的水相及表面活性剂添加剂混合，形成中间体乳液。在第二步或随后的步骤中，用其余的电解质含量更高，高达约 100ppm 的含水相或水相对中间体乳液进行稀释，得到本发明所要求的稳定的水包烃乳液。

在两步法中，进行中间体乳液形成步骤可提供所要求的沥青与水体积比约 90:10，更优选约 85:15 的中间体乳液，稀释步骤优选包括将中间体乳液稀释至烃与水的体积比约为 70:30。

根据本发明，所采用的表面活性剂添加剂包括一种胺和一种乙氧基化醇，胺与乙氧基化醇的比值优选为约 5:1-1:2，更优选约 2:1-1:2。

如前所述，本发明的方法生产出一种稳定性增强，而对 pH 值变化和含盐量以及乳液水中高电解质含量的敏感性降低的乳液。

优选进行本发明的混合步骤以向混合物提供足够的能量，得到所需最终产品的物理特性的乳液，特别是其液滴尺寸和粘度。一般而言，液滴尺寸越小，则所需混合能量越多，表面活性剂添加剂浓度越大，或者两者均需要。按照本发明，优选用足够的混合能量来混合乳液，以得到平均液滴尺寸为 $30\mu\text{m}$ 或更小。这种乳液的粘度在 30°C 和 1S^{-1} 下低于约 1500cp 。例如，可采用常规的混合机械在至少约 500rpm 下对乳液进行混合。

按照本发明，胺与乙氧基化醇的表面活性剂添加剂适用于本发明以形成稳定的具有所需流变性的乳液，胺与乙氧基化醇的用量都大大少于单独采用这两种中任一种制备乳液时的用量。进而，按照本发明制备的乳液中，乳液对 pH 值变化、二价盐浓度和/或电解质含量的敏感性降低，而这些是从沥青活化天然表面活性剂形成的乳液通常会碰到的问题。下述实施例进一步说明根据本发明乳液、其制备方法及其表面活性剂添加剂的优点和特性。

实施例 1

本实施例说明了由以下体系显示的界面张力，所述体系采用了单乙醇胺(MEA)和乙氧基化十三醇的界面(沥青/ H_2O MEA/ Na /乙氧基化十三醇)，作为比较的体系仅采用乙氧基化十三醇(沥青/ H_2O 乙氧基化十三醇)。

使用 4533mg/l MEA，与 20mg/l Na^+ 在制备用水中制成界面(沥青/ H_2O MEA/ Na /乙氧基化十三醇)，并不断增加多乙氧基化十三醇的用量，采用旋转液滴界面张力仪(由 the University of Texas 设计，并称为 UTSDT-500)测量其界面张力。同样测量界面(沥青/ H_2O 乙氧基化十三醇)，并不断增加乙氧基化十三醇的用量。参看图 1，提供了仅使用乙氧基化十三醇的体系的界面张力和使用包括乙氧基化十三醇与单乙醇胺的本发明表面活性剂添加剂的体系的界面张力。如图所示，本发明的表面活性剂添加剂提供的界

面张力比仅由乙氧基化十三醇提供的界面张力大大降低。图 1 还表明，在超过一定用量后，不论乙氧基化十三醇的用量如何，两种体系的界面张力均基本稳定。

图 2 示出了如上所述在制备用水中不同单乙醇胺和氢氧化钠 (Na^+) 用量制备的体系的界面张力，在稀释用水中多乙氧基化十三醇的浓度为 5667ppm。对图 2 所示的体系钠离子的浓度基于水相为 281ppm。单乙醇胺和多乙氧基化十三醇的浓度为重量 ppm 浓度，以 85:15 乳液中水计。

界面张力的测量是在 60°C 下进行的。如图所示，当单乙醇胺的浓度约为 1000ppm 或更高时，界面张力基本恒定在约 0.2dines/cm。

实施例 2

采用配有 Heidol pH 计的 Rushton 叶片 (blade) 制备多种乳液。乳液采用如表 1 所示的复合 Cerro Negro 沥青制备。乳液这样制备：初始比值沥青:水 = 85:15、制备温度 60°C 、200rpm 下混合 2 分钟，再在 1500rpm 下混合 1 分钟。在各乳液形成后，将 85:15 的乳液稀释，得到沥青:水比值为 70:30 的最终乳液。在第一组乳液中，在制备用水中加入浓度为 500、1000 和 1500ppm 的多乙氧基化十三醇，并加有 800ppm 的单乙醇胺。这些浓度均为重量 ppm 浓度，以沥青相计。

第二组乳液在加入单乙醇胺的同时加入氢氧化钠，再在水的稀释部分加入乙氧基化十三醇。制备的乳液包含 0、150、250、350、550、1000 和 1500ppm 的多乙氧基化十三醇，而每一浓度下又包含 600 和 800ppm 的单乙醇胺，同样制备乙氧基化十三醇浓度为 1000ppm，而单乙醇胺浓度为 300、400 和 500ppm 的乳液。在每一种情形下，在制备用水中加入氢氧化钠，其用量以最终乳液计钠离子浓度为 20ppm。

对上述制备的乳液测量其平均液滴直径和液滴直径分布。图 3 示出了在制备用水中仅采用单乙醇胺与 20ppm 钠离子形成的 85:15 乳液的液滴直径。结果表明，在单乙醇胺浓度为 800ppm

或更高时，形成的乳液的平均液滴直径小于约 $15\mu\text{m}$ 。但是，用清洁水稀释这些乳液至最终沥青:水比值为 70:30 后这些乳液的平均液滴直径增加了。尽管还没有具体的对其作出解释，但据信，加入清洁水将引起水相 pH 值的降低，另外，清洁水中包含一定量的 Ca^{+2} 电解质，导致沥青的天然表面活性剂活性降低。

图 4 示出了比值为 85:15 的中间体乳液及比值为 70:30 的最终乳液的平均液滴直径，所述乳液在制备用水中包含 800ppm 的单乙醇胺和 20ppm 的钠离子，并改变稀释用水中乙氧基化十三醇的用量。如图所示，最终的 70:30 乳液具有理想的平均液滴直径，在乙氧基化十三醇为 200ppm 或更高时，约为 $15\mu\text{m}$ 。注意，当乙氧基化十三醇浓度为 0ppm 时，70:30 乳液的平均液滴直径约为 $30\mu\text{m}$ 。

图 5 示出了对于两种乳液沥青:水的体积比值为 70:30 的终乳液的液滴尺寸分布，一种是用制备用水中 800ppm 的单乙醇胺和 20ppm 的钠离子，在稀释用水中 1000ppm 的乙氧基化十三醇制备的；另一种是用制备用水中 800ppm 的单乙醇胺和 20ppm 的钠离子，在稀释用水中 0ppm 的乙氧基化十三醇制备的。如图所示，根据本发明，采用本发明的表面活性剂添加剂制备的乳液具有窄许多且更为理想的液滴尺寸分布。

实施例 3

本实施例显示了按照本发明制备的乳液的动力稳定性。按照本发明制备多种乳液，它们在 5000rpm 及 30°C 下剪切 60 分钟。期间，在第一个 20 分钟内每隔 5 分钟取一次试样，以后每隔 10 分钟取样，对样品测量其分布及平均液滴直径以及剪切前后的粘度。测量粘度采用具有 MV-1 型同心筒体的 Haake RV 20 型粘度计。采用颗粒分析仪(Mastersizer/E Malvern)测量平均液滴直径分布，剪切力是采用具有高粘度叶片(blade)的混合机(T.K. Mixing Analyzer MA-2500)提供的。参看图 6，采用 70:30 比值的乳液说

明动力稳定性试验的结果，所述乳液是用制备用水中 800ppm 单乙醇胺和 20ppm 钠离子制备，并用含浓度为 150-1500ppm 的乙氧基化十三醇的清洁水稀释的。这些测试的结果也示于下表 2 中。

表 2

剪切时间 (分钟)	平均液滴直径(μ m) 乙氧基化十三醇浓度 ppm					
	150	250	350	500	1000	1500
0	15.24	14.14	16.31	20.16	13.05	13.88
5	14.05	13.69	14	20.3	12.97	13.83
10	14.12	14.09	14.85	20.22	12.86	13.61
15	14.21	14.38	14.7	20.45	12.96	13.85
20	14.18	14.48	14.83	20.26	12.8	13.97
30	14.98	14.86	14.37	20.4	12.62	14.01
40	15	14.87	13.93	20.42	12.86	14.23
50	14.92	15.06	14.38	20.34	12.74	13.99
60	14.96	15.06	14.75	20.13	12.97	13.94
初始粘度 (mPas)	529	638	723	1013	1000	865
最终粘度	671	658	543	935	978	825

参看图 6，很明显，最终液滴直径与初始液滴直径之比 D_f/D_i 在混合期间基本恒定，因而表示乳液稳定。

参看图 7，按照相同过程制备的乳液得到类似的结果，只是

单乙醇胺的含量为 600ppm。表 3 也包含这些数据。

表 3

剪切时间 (分钟)	平均液滴直径(μ m) 乙氧基化十三醇浓度 ppm					
	150	250	350	500	1000	1500
0	16.14	14.94	17.05	22.91	23.27	24.37
5	13.5	15.36	16.77	19	21.25	22.67
10	13.62	15	16.73	20.6	20.74	21.8
15	13.36	14.98	16.64	18.34	20.74	21.92
20	14.63	14.88	16.64	19.63	20.02	22.31
30	14.64	15.23	17.2	19.15	20.44	21.53
40	14.6	16.05	16.42	20.07	21.12	21.38
50	15.47	15.08	16.85	20.95	20.05	21.59
60	16.46	15.33	16.83	21.76	21.11	22.09
初始粘度 (mPas)	687	689	693	791	764	603
最终粘度	618	713	721	708	653	660

如图 7 所示,当采用 600ppm 的单乙醇胺时, D_f/D_i 值基本恒定。同样,参看表 2 和表 3,最终粘度值是可接受的,其与进行剪切前的初始粘度接近。

图 8 和表 4 进一步示出了制备及测试的乳液的数据,所述乳液采用的稀释液中乙氧基化十三醇的浓度为 1000ppm,在制备用水中钠离子的浓度为 20ppm,单乙醇胺浓度为 300、400 和 500ppm。

表 4

剪切时间 (分钟)	平均液滴直径(μm) 单乙醇胺浓度 ppm		
	300	400	500
0	18.39	18.02	14.51
5	17.79	18.06	14.93
10	17.9	17.74	14.71
15	18.09	17.64	14.56
20	18.12	17.73	15.1
30	18.26	18.28	16.09
40	18.14	17.85	15.58
50	18.07	16.59	16.05
60	18.78	17.7	16.4
初始粘度 (mPas)	925	978	1023
最终粘度	915	762	859

参看图 8，很明显，对各种试验浓度的单乙醇胺，比值 D_f/D_i 仍然基本恒定。进而，表 4 示出了初始和终粘度数值也是可接受的，它们接近初始粘度值。

结合图 6-8 的测试乳液清楚地表明，用本发明的表面活性剂添加剂并用本发明的方法制备的水包沥青乳液对各种浓度的单乙醇胺和乙氧基化十三醇均具有高动力稳定性。其优势就体现在操作的伸缩性大，可选择适用于其它所需乳液特性的各种浓度的单乙醇胺和/或乙氧基化十三醇。

实施例 4

本实施例说明按照本发明制备的乳液的静态稳定性。按照本发明的方法制备各种浓度单乙醇胺、钠离子和多乙氧基化十三醇的乳液，并将其贮存于密闭玻璃容器中，恒温于 25°C 和 45°C 。在固定的时间间隔时，从容器中提取样品，分析测定液滴尺寸分

布、平均液滴直径和粘度，所用设备如前所述。

图 9 和 10 分别示出了平均液滴直径与贮存时间的函数关系，所用乳液是用 800ppm 的单乙醇胺、由氢氧化钠得到的 20ppm 钠、1000 和 1500ppm 的乙氧基化十三醇得到的，分别于 25℃ 和 45℃ 下贮存。图 9 和图 10 表明，在第一天，平均液滴直径稍有增加，随后，在其余的贮存期间，该值基本稳定。

同样对乳液的比表面积进行测定，在 45℃ 下贮存的结果示于图 11，在 25℃ 下贮存的结果示于图 12。如图所示，按照本发明制备的乳液在整个贮存期间比表面积基本恒定，这表明乳液未聚结或聚结很少，即乳液具有优良的稳定性。

图 13 和 14 示出了使用制备用水中 800ppm 单乙醇胺和 20ppm 钠离子及稀释用水中 1000ppm 乙氧基化十三醇制备的乳液的液滴分布，其中乳液分别在 25℃ 和 45℃ 下贮存。如图所示，30 天后的分布与第 0 天时的分布并无实质变化，从而进一步表明，本发明制备的乳液具有优良的稳定性。

最后，图 15 和图 16 示出了本发明制备的乳液的粘度与贮存时间的函数关系，所述乳液在制备用水中有 800ppm 的单乙醇胺和 20ppm 的钠离子及不同浓度的乙氧基化十三醇，乳液在 25℃ 及 45℃ 下分别贮存。图 15 和图 16 表明，按照本发明并使用本发明的表面活性剂添加剂制备的乳液的粘度在贮存期间仅在开始时稍有增加，而从第二天开始就稳定在恒定值上。粘度的初始增加可能是因分散体系显示的自然絮凝引起的，形成的基本稳定的粘度表明乳液是稳定的。

实施例 5

本实施例说明本发明的乳液在电解质含量大于约 10ppm 且高达约 100ppm 时的稳定性。

按照本发明，使用电解质含量为 20ppm、40ppm 和 60ppm Mg^{++} 的乳化水制备乳液。按照本发明的方法，使用 800ppm 的单乙醇胺和 1000ppm 的乙氧基化十三醇制备乳液。这样形成的乳液在 30℃ 及 45℃ 下贮存一定时间对其静态稳定性进行测试。测试

的结果示于表 5。

表 5

20 ppm Mg^{++}

贮存时间 (天)	贮存温度 = 30 °C		贮存温度 = 45 °C	
	Dg (μ m)	Visc.1/s (mPas)	Dg (μ m)	Visc.1/s (mPas)
0	12.81	675	12.81	675
1	12.81	483	13.11	555
2	13.53	591	13.37	518
5	13.7	631	13.58	692
12	13.75	620	14.2	542
14	13.28	614	14.23	508
21	13.77	694	13.60	593
30	13.64	483	14.42	629

40 ppm Mg^{++}

贮存时间 (天)	贮存温度 = 30 °C		贮存温度 = 45 °C	
	Dg (μ m)	Visc.1/s (mPas)	Dg (μ m)	Visc.1/s (mPas)
0	13.23	513	13.23	513
1	14	462	13.63	395
2	12.67	374	13.35	425
3	13.63	429	12.96	489
6	13.43	548	13.03	483
13	13.97	420	12.84	387
15	14.09	454	14.59	420
21	14.75	503	14.28	516
30	14.6	501	14.32	424

60 ppm Mg^{++}

贮存时间 (天)	贮存温度 = 30 °C		贮存温度 = 45 °C	
	Dg (μm)	Visc.1/s (mPas)	Dg (μm)	Visc.1/s (mPas)
0	16.22	478	16.22	478
1	16.59	452	16.36	314
2	16.7	439	16.45	426
3	16.68	405	16.88	336
7	15.86	410	16.32	433
10	16.29	369	17.35	370
15	16.8	420	17.00	393
21	16.83	412	17.21	284
30	16.71	484	17.13	349

如上表 5 所示, 使用电解质含量为 20、40 和 60ppm Mg^{++} 的稀释用水制备的本发明的乳液显示出优异的静态稳定性, 在 30 °C 和 45 °C 下经过一段时间液滴直径及粘度均保持基本恒定。

同样使用各种含量的电解质的乳化水制备本发明的乳液, 对其动力稳定性进行了测试。

使用 800ppm 的单乙醇胺和 1000ppm 的乙氧基化十三醇, 并使用电解质含量为 10、20、30、40、50、60、70、80、90 和 100ppm 的 Mg^{++} 的稀释用水制备各种本发明的乳液。按照实施例 3 的方法对这些乳液的动力稳定性进行测试。表 6 示出了这些试验的结果。

表 6

平均液滴直径

剪切时间 (分钟)	Dg(μm)									
	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
0	17.88	15.56	14.85	15.25	16.04	17.05	16.41	17.66	20.72	18.83
5	18.34	15.79	15.88	15.95	16.76	17.99	17.41	17.88	19.61	19.1
10	18.49	16.21	15.98	16.85	16.8	18.19	18.33	18.36	18.62	20.94
15	17.27	16	16.66	16.48	16.86	18.37	17.1	19.59	20.83	20.97
20	18.35	16.48	16.94	16.97	17	17.56	17.54	19.47	22.05	22.49
30	18.45	17.21	16.76	16.84	17.55	19.2	16.36	20.89	20.68	25.22
40	19.62	17.13	17.12	17.54	17.51	20.2	18.85	23.21	21.65	28.59
50	19.91	18.5	17.71	18.65	18.16	21.85	21.55	24.98	23.25	33.02
60	20.27	17.88	17.76	19.5	18.44	19.3	22.39	27.18	25.43	37.42
初始粘度 20 l/s mPas	523	645	690	392	364	456	363	333	324	345
最终粘度 20 l/s mPas	583	660	618	540	552	579	509	562	594	

如表 6 所示，使用单乙醇胺和乙氧基化十三醇，在使用电解质含量超过 10ppm Mg^{++} 并高达 100ppm Mg^{++} 的稀释用水按照本发明制备的乳液显示出优良的稳定性。

与此相反，仅采用单乙醇胺制备的乳液即使在乳化水中电解质含量仅为 10 ppm Mg^{++} 时，也不稳定。

因此，该实施例清楚地表明本发明的方法和表面活性剂添加剂的优良性能，其中可采用比常规方法可接受的电解质含量高的稀释用水。很明显，这提供了经济上的优势，按照本发明，制备乳液无需增加保持水中电解质含量小于 10ppm 所需的费用。

上述实施例进一步说明了本发明的乳液、制备方法及表面活性剂添加剂提供了稳定的水包沥青乳液，其具有非常高的稳定性和可接受的流变性，使用本发明的表面活性剂添加剂具有优良的经济和环境特征。进而，所制备的乳液是稳定的，其对 pH 值变化、水中含盐量和/或电解质含量的敏感性大大小于仅使用单乙醇胺和天然沥青表面活性剂稳定的乳液。

根据前述内容，很清楚，本发明提供了乳液、制备乳液的方法以及表面活性剂添加剂，由此易于完成前述的目的和优点。

本发明可以包括其它形式，或者以其它方式实施，只要其不违背本发明的精神或基本特征。因而，本发明的实施方案仅是说明性的而非限定性的，本发明的保护范围示于权利要求书中，所有与其等价的含义和范围内的变化均属于本发明的范围。

说明书附图

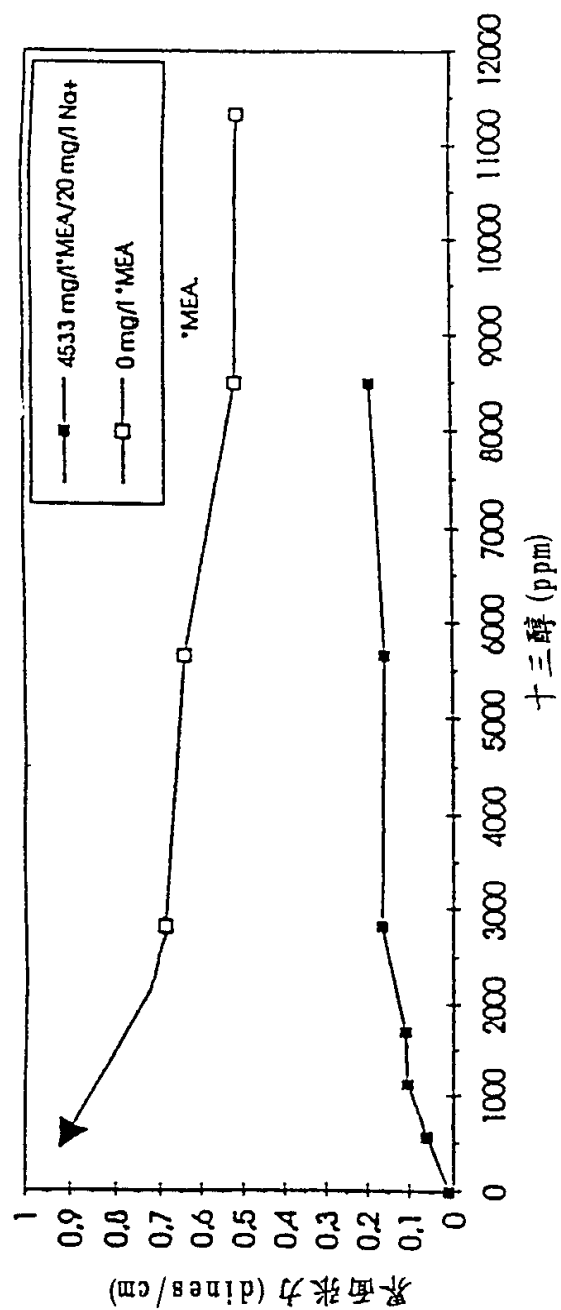


图 1

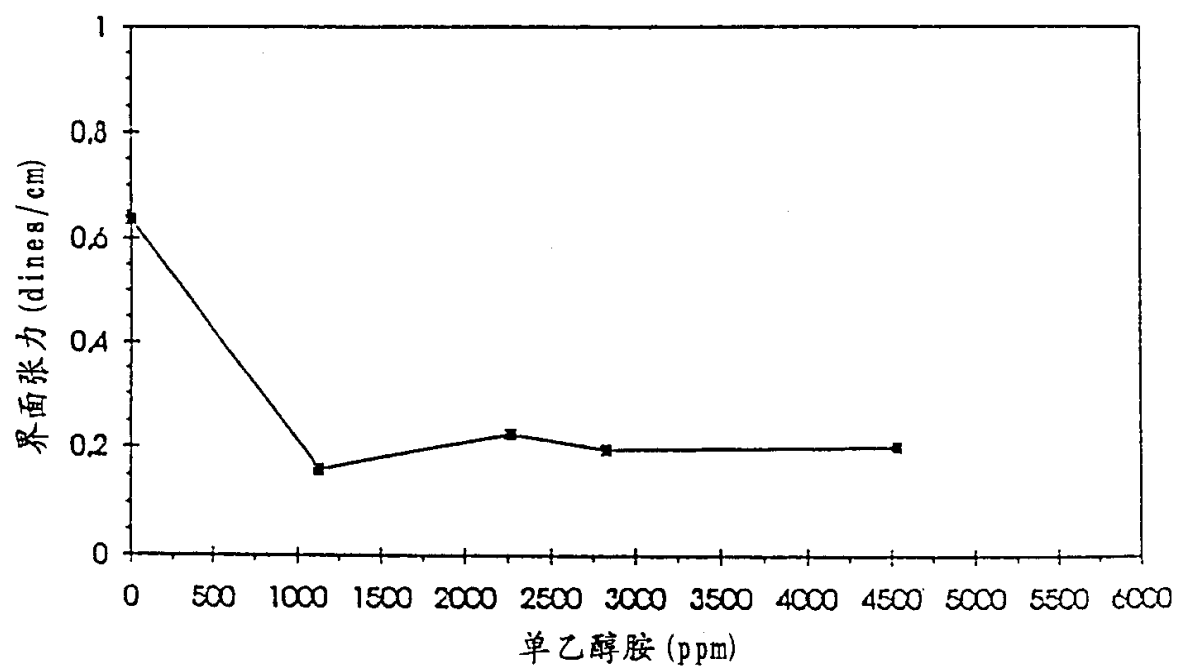


图 2

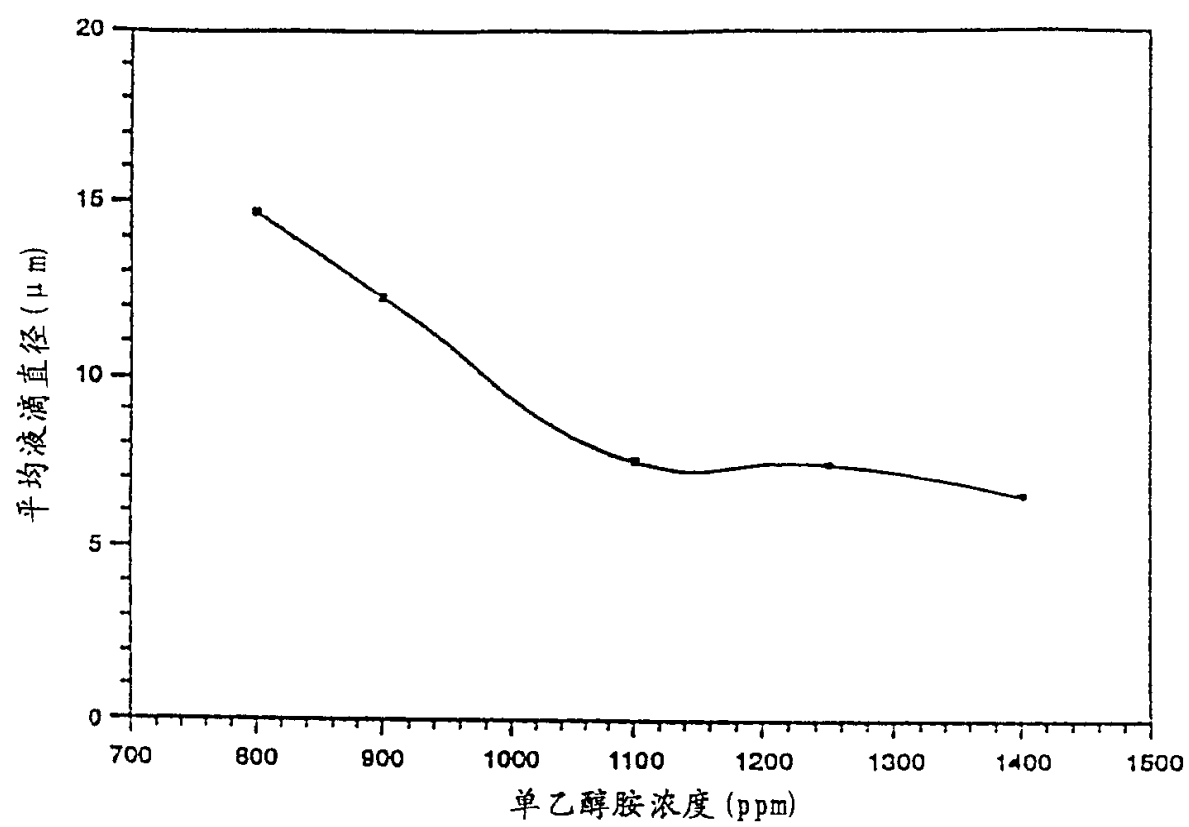


图 3

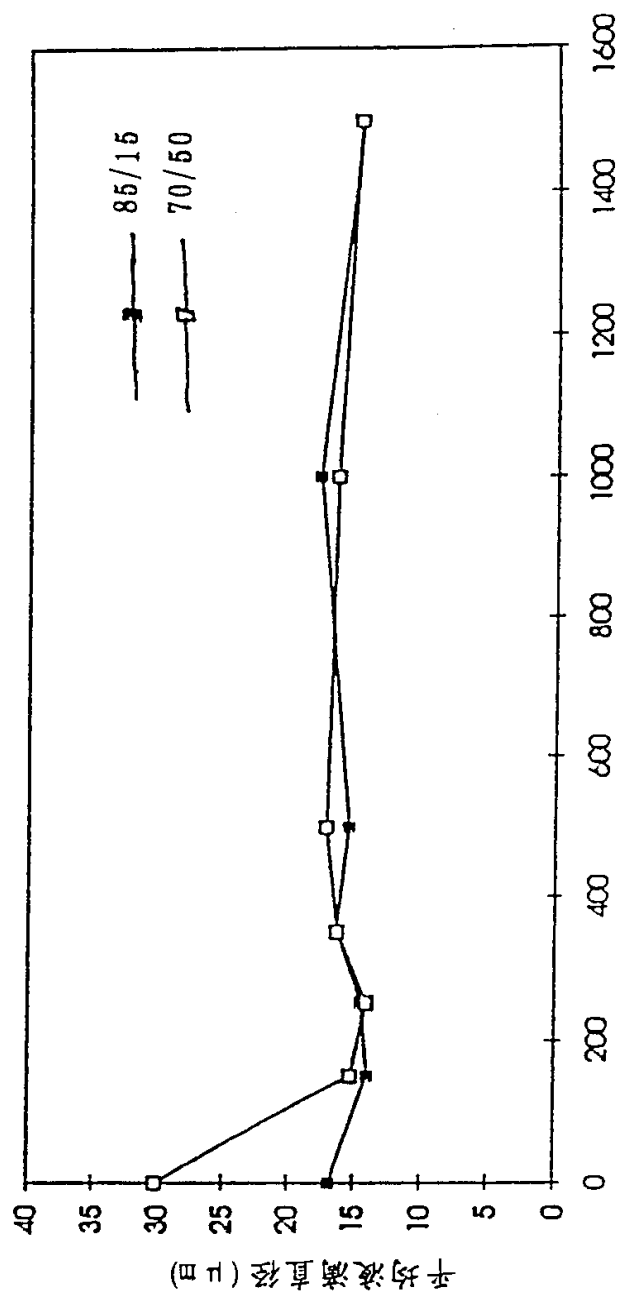


图 4

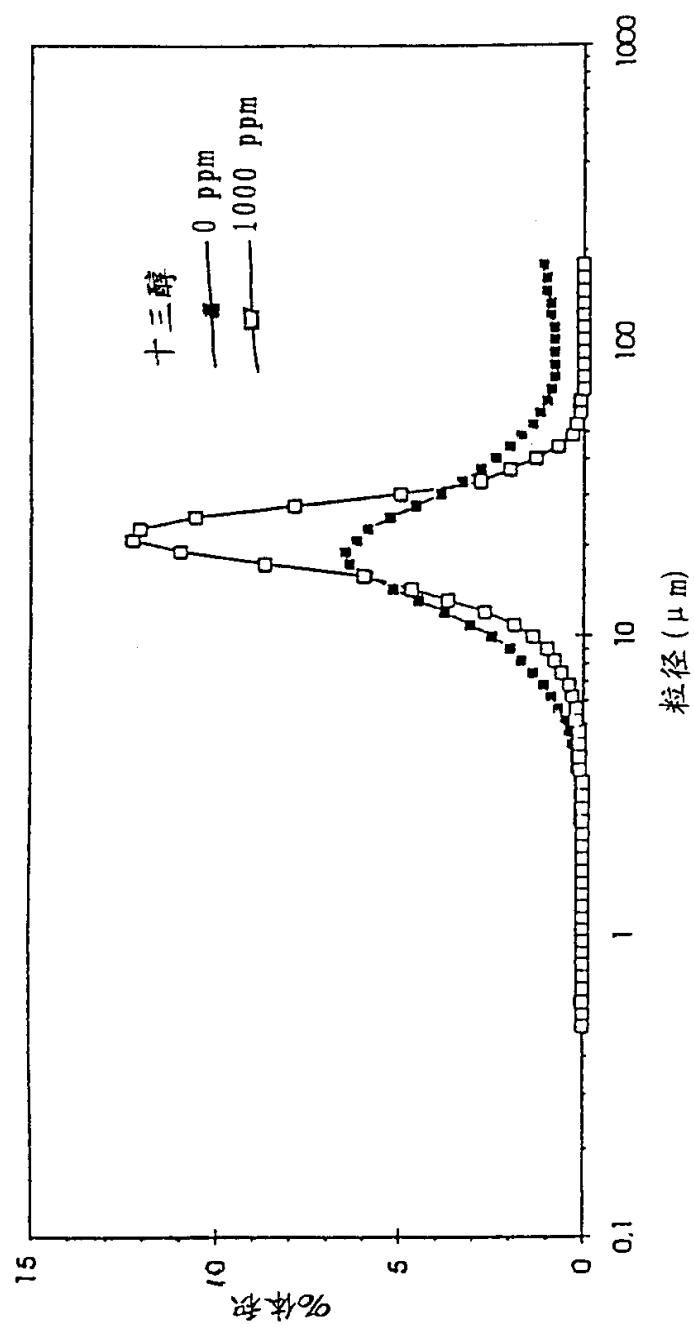


图 5

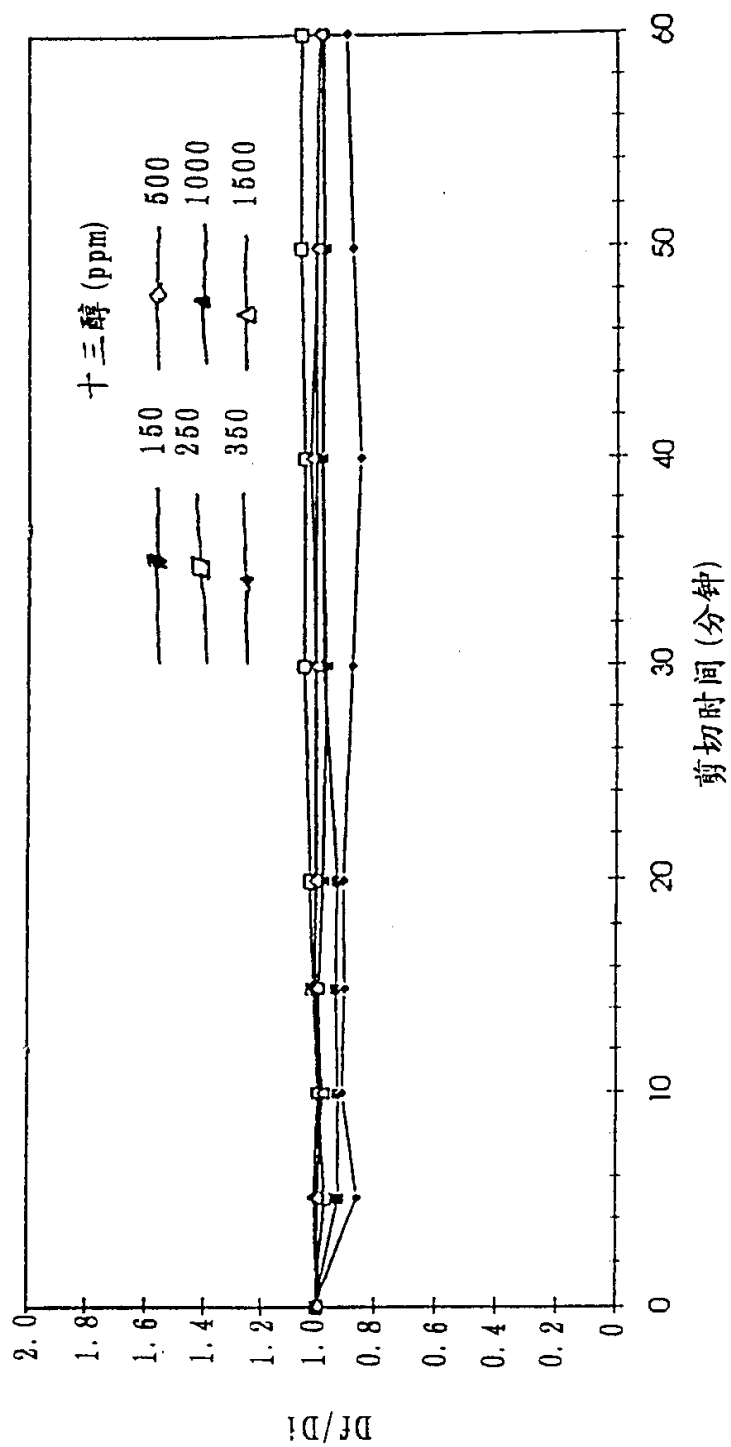


图 6

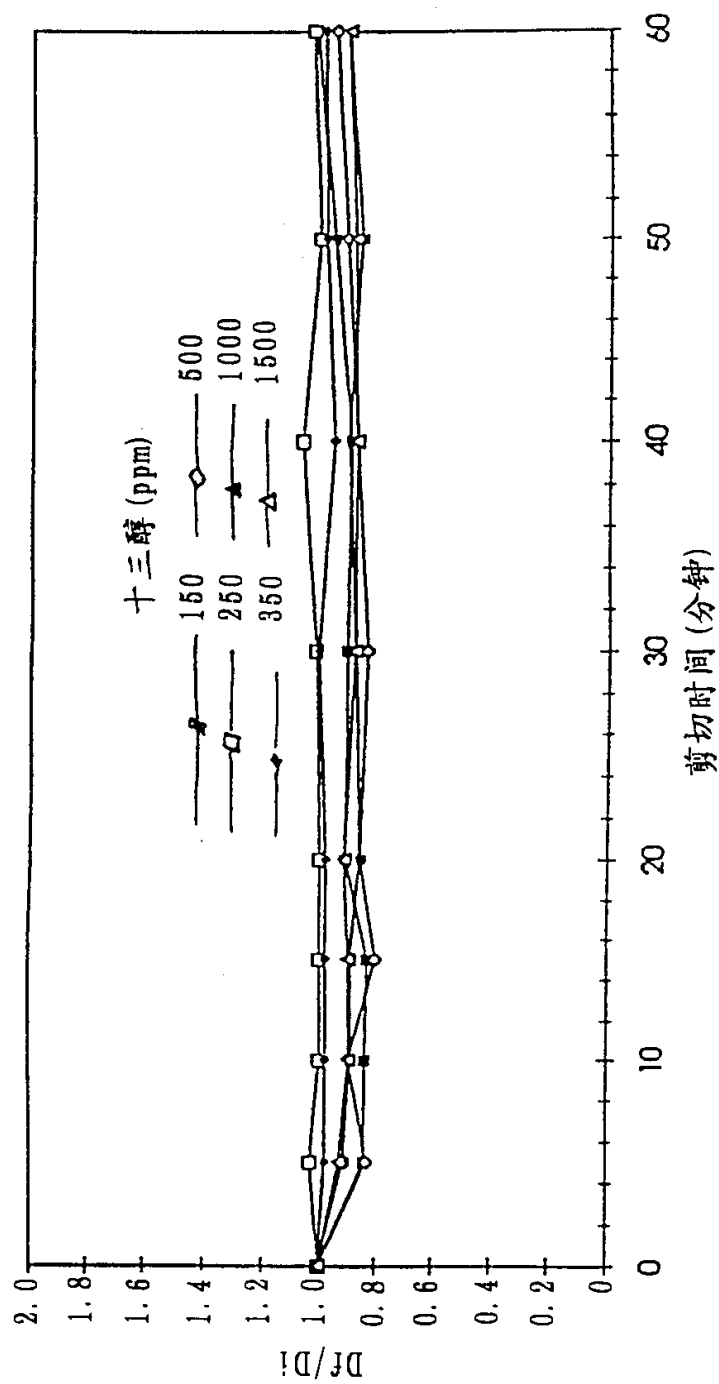


图7

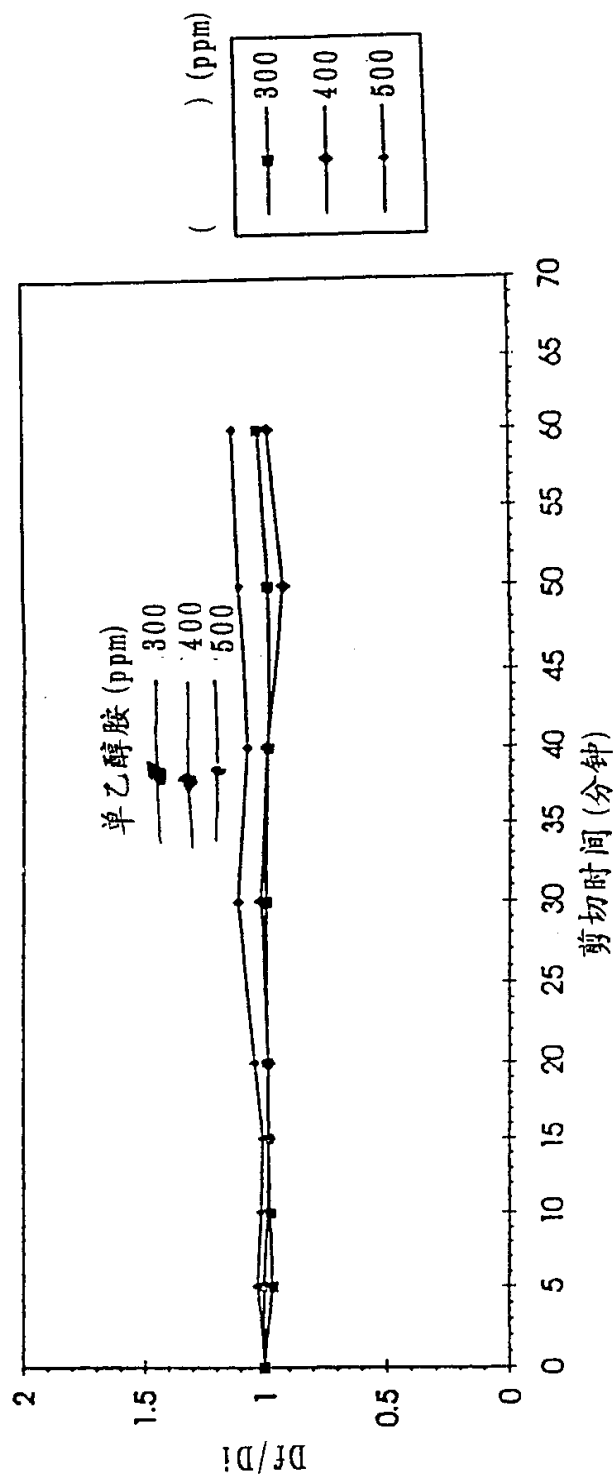


图 8

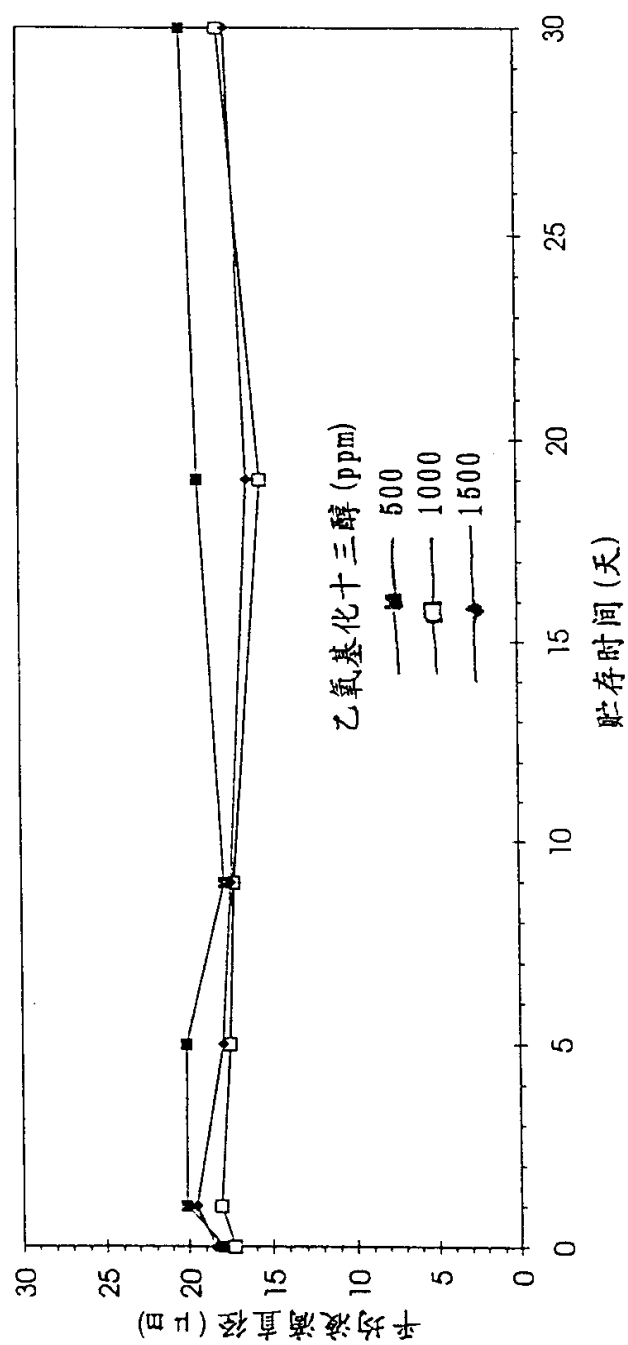


图 9

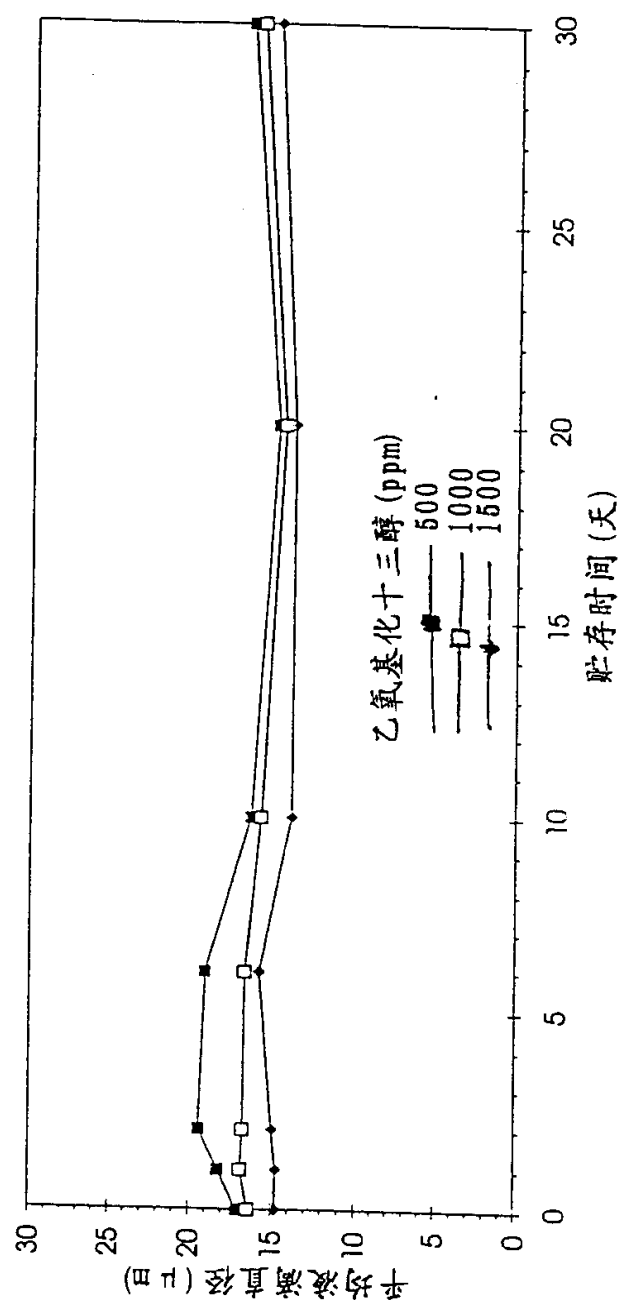


图10

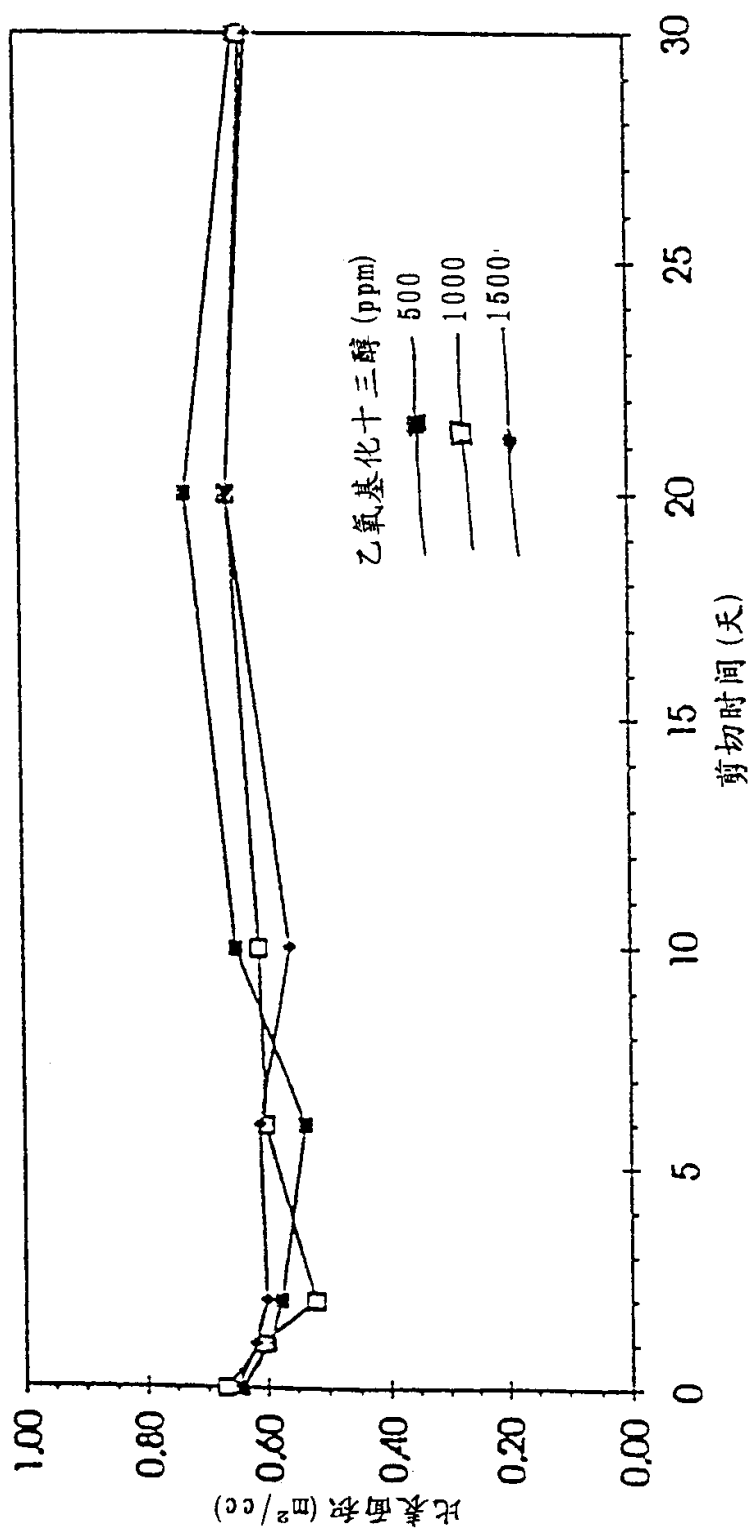


图11

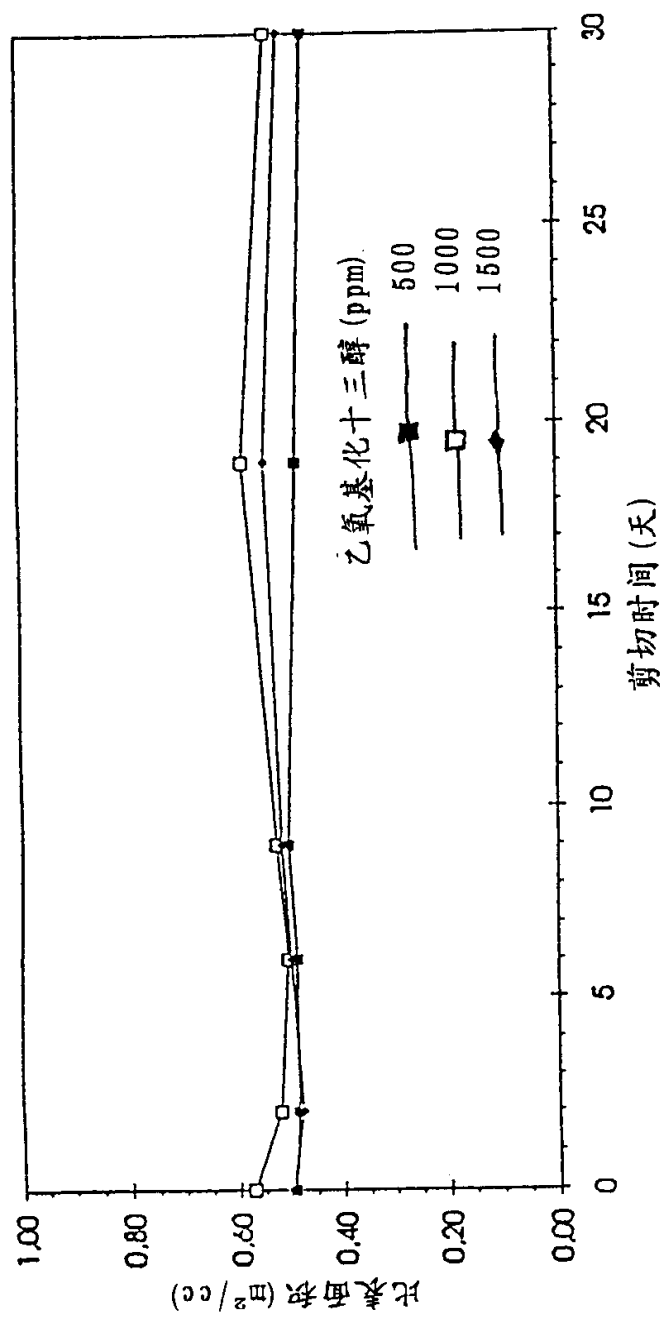


图12

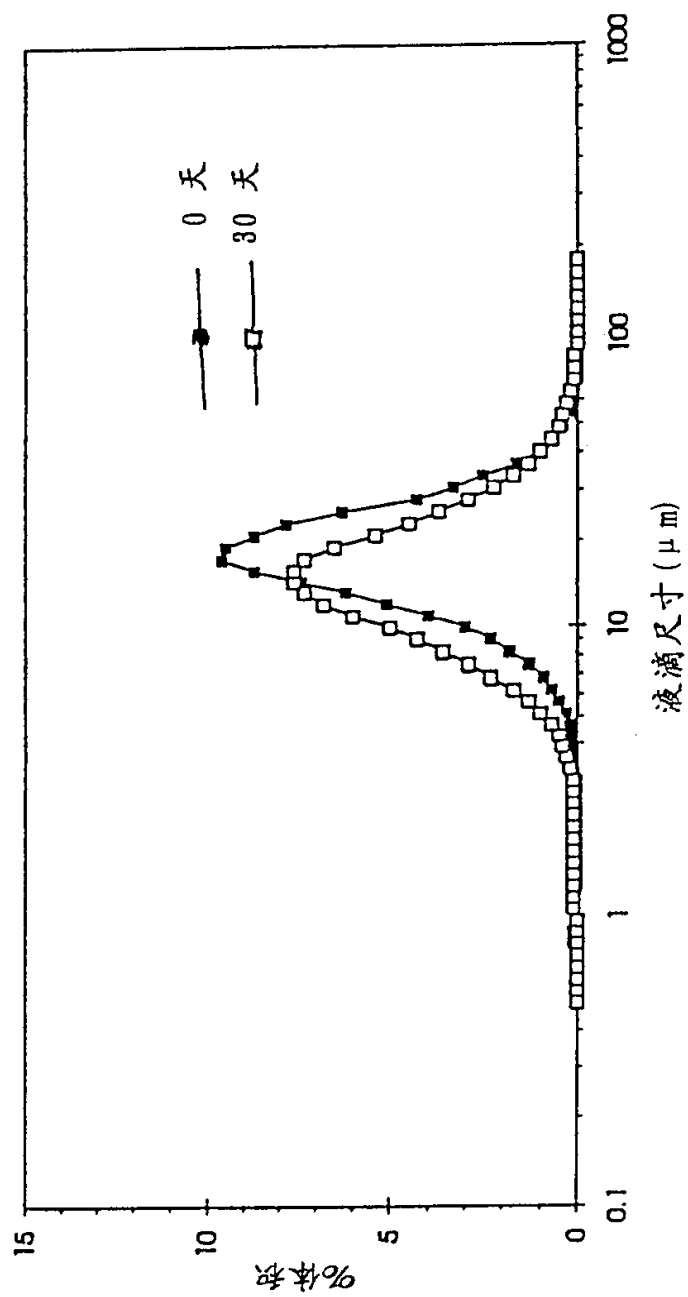


图13

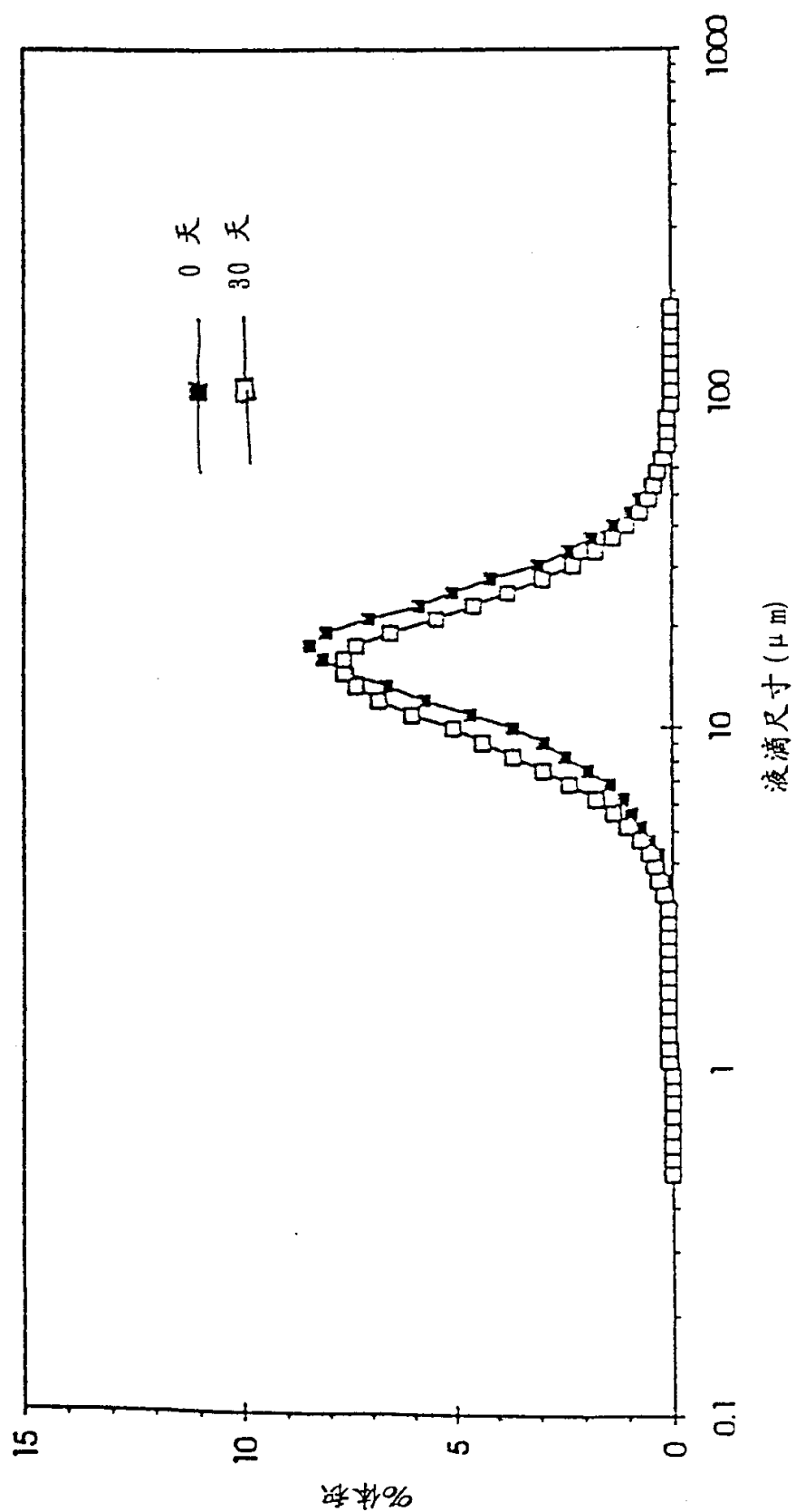


图 14

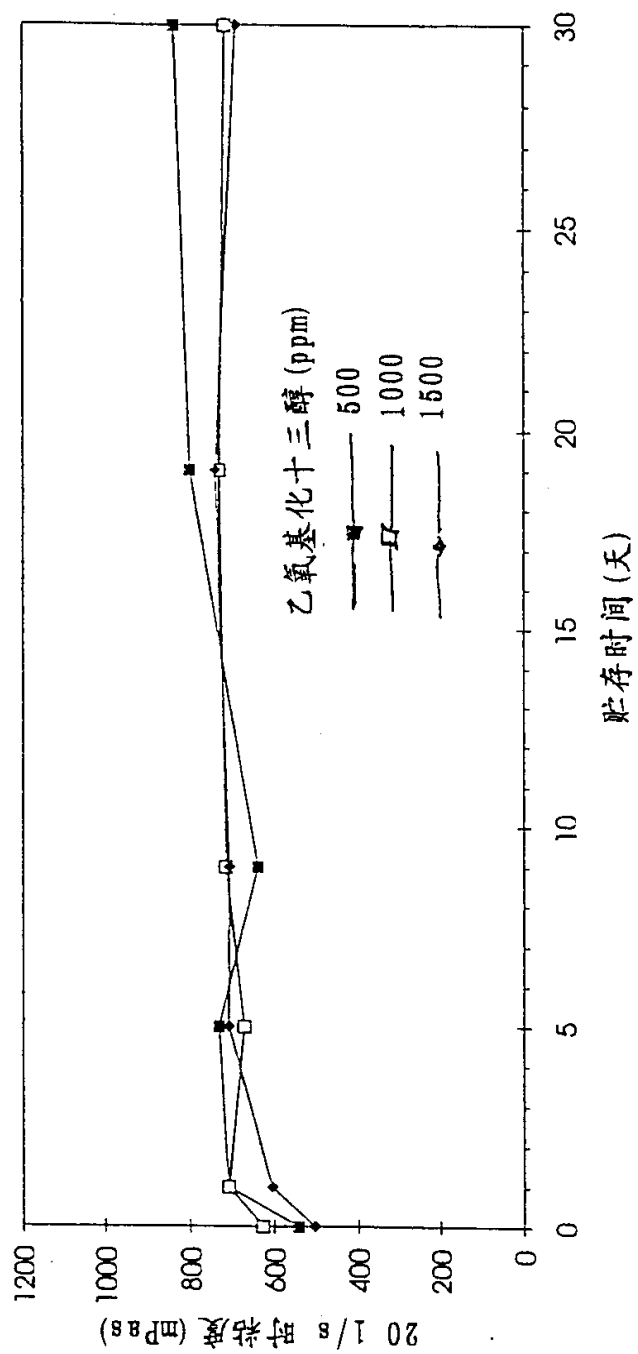


图 15

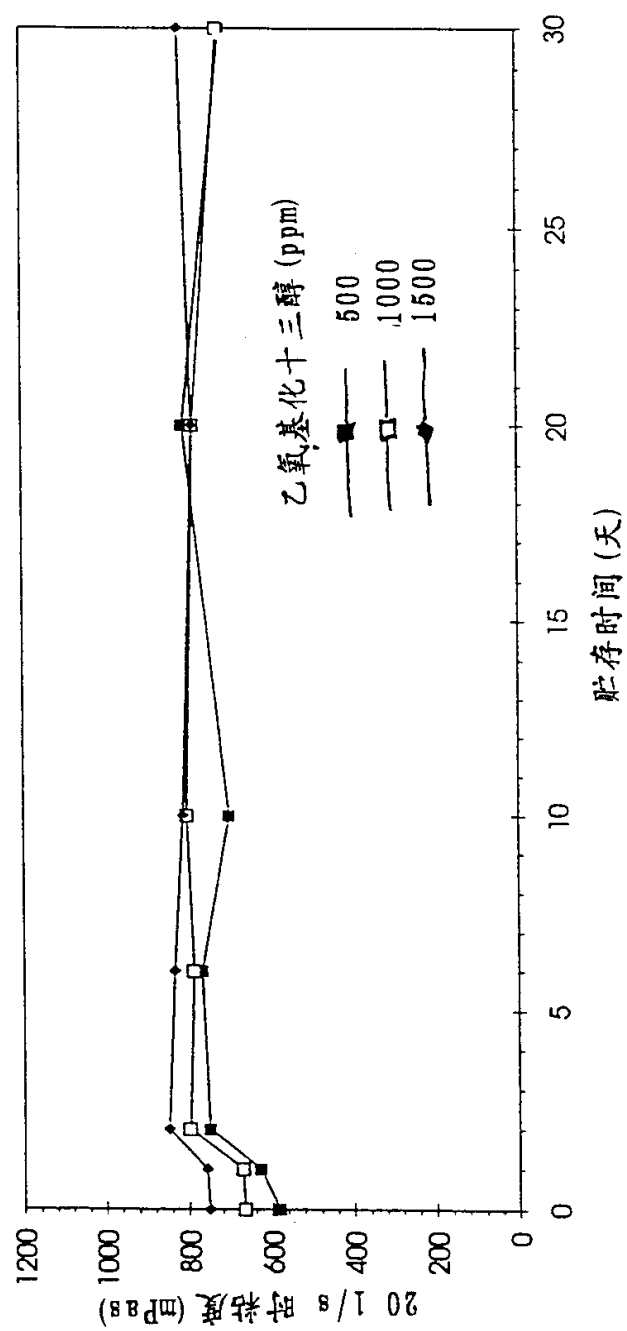


图 16