



(21) 申请号 202110053661.0

(22) 申请日 2021.01.15

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112877112 A

(43) 申请公布日 2021.06.01

(73) 专利权人 哈尔滨克什顿润滑油有限公司

地址 150000 黑龙江省哈尔滨市道外区东
棵街57号

(72) 发明人 宋子云

(51) Int.Cl.

C10M 167/00 (2006.01)

C10N 30/18 (2006.01)

审查员 李佳芮

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种高效润滑油破乳剂及其生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:阳离子破乳剂3-5份、植物油基脂肪酸甲酯0.4-0.6份、甲基硅油0.1-0.2份、磷酸酯0.2-0.5份、乙二醇苯醚1-2份,经过将阳离子破乳剂、植物油基脂肪酸甲酯、甲基硅油、磷酸酯、乙二醇苯醚充分混合后,得到所述的高效润滑油破乳剂。本发明所述的破乳剂破乳效果明显,容易生产制得。

1. 一种高效润滑油破乳剂, 其特征在于, 以重量份为单位, 包括以下原料: 阳离子破乳剂3-5份、植物油基脂肪酸甲酯0.4-0.6份、甲基硅油0.1-0.2份、磷酸酯0.2-0.5份、乙二醇苯醚1-2份;

所述阳离子破乳剂为十六烷基季胺盐;

所述的植物油基脂肪酸甲酯, 是通过植物油与甲醇在催化剂作用下酯交换反应而得。

2. 根据权利要求1所述的一种高效润滑油破乳剂, 其特征在于, 以重量份为单位, 包括以下原料: 十六烷基季胺盐4份、植物油基脂肪酸甲酯0.5份、甲基硅油0.15份、磷酸酯0.4份、乙二醇苯醚1.5份。

3. 一种如权利要求1-2任一项所述高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中, 按一定的料比先加入植物油和甲醇, 快速搅拌先升温至60℃, 加入催化剂, 控制反应温度和反应时间至反应结束; 减压蒸出过量的甲醇, 静置、分出下层的甘油, 甲酯层用60℃的温水洗涤至中性, 干燥, 减压蒸馏, 得到植物油基脂肪酸甲酯;

S2、在40℃下, 将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后, 加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合, 再加入阳离子破乳剂和磷酸酯, 充分混合后, 降至室温, 得到高效润滑油破乳剂。

4. 根据权利要求3所述的一种高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 所述步骤S1中的植物油为葵花油、大豆油、玉米油中的任一种。

5. 根据权利要求3所述的一种高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 所述步骤S1中的植物油和甲醇的料比为, 按照摩尔比, 植物油: 甲醇=1:4。

6. 根据权利要求3所述的一种高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 所述步骤S1中的催化剂用量为植物油重量的0.2%。

7. 根据权利要求3所述的一种高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 所述步骤S1中的反应温度为64℃, 反应时间5h。

8. 根据权利要求3所述的一种高效润滑油破乳剂的生产方法, 其特征在于, 所述步骤S1中的催化剂为 CH_3ONa 。

一种高效润滑油破乳剂及其生产方法

技术领域

[0001] 本发明属于润滑油技术领域，具体是涉及到一种高效润滑油破乳剂及其生产方法。

背景技术

[0002] 润滑油一般由基础油和添加剂两部分组成。基础油是润滑油的主要成分，决定着润滑油的基本性质，添加剂则可弥补和改善基础油性能方面的不足，赋予某些新的性能，是润滑油的重要组成部分。润滑油基础油主要分矿物基础油、合成基础油以及生物基础油三大类。矿物基础油应用广泛，用量很大。矿物基础油由原油提炼而成。润滑油基础油主要生产过程有：常减压蒸馏、溶剂脱沥青、溶剂精制、溶剂脱蜡、白土或加氢补充精制。矿物基础油的化学成分包括高沸点、高分子量烃类和非烃类混合物，其组成一般为烷烃（直链、支链、多支链）、环烷烃（单环、双环、多环）、芳烃（单环芳烃、多环芳烃）、环烷基芳烃以及含氧、含氮、含硫有机化合物和胶质、沥青质等非烃类化合物。

[0003] 破乳剂也叫抗乳化剂，破乳化性能是与水接触的一些工业用油如工业齿轮油、液压油和汽轮机油等很重要的性能之一。润滑油抗乳化剂主要用于调制齿轮油、汽轮机油等各类工业用油，用于改善油品在多水、重负荷情况下的抗乳化性。综合已有国内外专利及文献报道，目前润滑油抗乳化剂产品仍以环氧乙烷-环氧丙烷嵌段共聚物及含氮的聚醚改性高分子化合物为主，存在着破乳效果不稳定，需要加入较多的破乳剂的问题，而且聚醚类破乳剂由于含有亲水基团容易与油相分开，不但造成润滑油的生产成本上升，同时也不容易保证润滑油质量。因此，现有润滑油用破乳剂仍然有局限性，此外在润滑油中当含水量较高时，存在破乳效果较差，不起到破乳效果或者维持的破乳效果时间很短，不方便更换润滑油等缺点。

[0004] 汽轮机油起润滑、热传导和冷却以及为汽轮机调节保安系统提供气门的动力等作用，要求有良好的抗氧化稳定性和黏温性，适当的黏度，良好的抗乳化性、防锈性、防腐性和抗泡性等。由于汽轮机油工作环境的特殊性，极易产生乳化，乳化后会导致油质劣化，丧失多项基本功能，如抗氧化性能变差，酸值增加，失去润滑、调速和冷却散热等作用。同时，将产生油泥，导致设备故障，给设备带来极大危害，甚至会造成烧瓦。因此，要求汽轮机油具有良好的破乳化性能和析水能力。

[0005] 加入抗乳化剂是提高润滑油破乳化能力的简便有效的方法。目前所使用的破乳剂主要有T1001和DL32。T1001为胺与环氧化物缩合物，DL32为多种单体合成的油溶性聚醚类高分子化合物。然而，随着润滑油工作条件的日益苛刻，对润滑油的破乳化性能以及破乳剂的破乳化能力提出了更高的要求。

发明内容

[0006] 针对上述现有技术的不足，本发明提供了一种高效润滑油破乳剂及其生产方法，该破乳剂破乳效果明显，容易生产制得。

[0007] 本发明通过以下技术方案得以实现

[0008] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:阳离子破乳剂3-5份、植物油基脂肪酸甲酯0.4-0.6份、甲基硅油0.1-0.2份、磷酸酯0.2-0.5份、乙二醇苯醚1-2份。

[0009] 优选的,所述高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:阳离子破乳剂4份、植物油基脂肪酸甲酯0.5份、甲基硅油0.15份、磷酸酯0.4份、乙二醇苯醚1.5份。

[0010] 优选的,所述阳离子破乳剂为十六烷基季胺盐。

[0011] 优选的,所述的植物油基脂肪酸甲酯,是通过植物油与甲醇在催化剂作用下酯交换反应而得。

[0012] 此外,本发明也提供了一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0013] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0014] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按一定的料比先加入植物油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入催化剂,控制反应温度和反应时间至反应结束;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯。

[0015] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0016] 优选的,所述植物油为葵花油、大豆油、玉米油中的任一种。

[0017] 优选的,所述植物油和甲醇的料比为,按照摩尔比,植物油:甲醇=1:4。

[0018] 优选的,所述催化剂用量为植物油重量的0.2%,反应温度为64℃,反应时间5h,催化剂为 CH_3ONa 。

[0019] 在本发明中,破乳原理和各个组分的选择配伍,如下所述:

[0020] 阳离子破乳剂,选择使用十六烷基季胺盐,其带有大量的正电荷,可以使分散相往往带有正电,因为所带电荷相同。分散相的水滴之间互相排斥,水滴难于合并。如果在润滑油中加入阳离子型的破乳剂,极性相反的离子被吸附在水滴表面并将正电荷中和,使水滴间的静电斥力减弱,破坏受同性电保护的界面膜,使水滴合并从油品中沉降下来。

[0021] 正电荷基团,具有反相破乳能力,能有效地改善油包水(W/O)或水包油(O/W)乳液的界面张力,使污水内的油或胶体颗粒失去稳定的排斥力及吸引力,终于失去稳定性而形成絮体,更进一步通过化学桥联,终于完成对污水中的油水分离及有害杂质的分离,达到将油品和污水分离的目的。

[0022] 磷酸酯,为阴离子破乳剂,能够使得乳液转相而破乳。

[0023] 植物油基脂肪酸甲酯,挥发性低、无毒可再生能物降解、具有润湿作用;具体为在金属表面发生定向吸附,使自由能较高的固体表面被碳氢链覆盖而转化为低能表面,从而达到改变润湿性能的目的。因此在加入植物油基脂肪酸甲酯,其在起到活性表面剂作用时,可以促进正电荷基团的转移,增强十六烷基季胺盐的破乳效果,同时能够改变固体表面的润湿性能,起到清洗的作用,通过在破乳过程中搅拌条件下,不断的清洗润滑油,在润滑油清洗的同时,将润滑油中的杂物带入到水中,在油水分离过程中,可以很好的将润滑油清洗干净同时带走杂物,方便分离出的油品直接再次使用。

[0024] 甲基硅油,它是一种无色透明的液体,极难溶于矿物油、水和乙二醇中,表面张力很小(约为16-21达因/厘米)。当甲基硅油以高度分散的状态分散到液体中时,甲基硅油的

分散颗粒能够接近气泡的表面,使其破坏。消泡的原理为:甲基硅油穿透液体和气体的界膜,这种作用主要是基于降低分界面液体的粘度另一种或者甲基硅油是先靠近界膜的一个点,使其减薄而后引起破坏。甲基硅油在本发明所述的破乳剂中,顺带能抑制成泡的作用,因为过度成泡会减小润滑油在轴承和齿轮承载处的有效黏度,降低润滑油的润滑性和承载能力。一般情况下成泡是由卷入润滑油中的空气引起的。优质润滑油应能有效释放卷入的空气,消灭产生过多气泡;当润滑油需要频繁工作时且搅动量很大,通常需要在润滑油中加入抗泡剂,以缩短释放空气的时间,降低其成泡的可能行。而本发明只需要加入少量的甲基硅油,就具有很好的抗泡沫性。

[0025] 乙二醇苯醚,是低挥发、高沸点的无色透明液体,由于其能和许多有机溶剂混溶,渗透性强能与醇、醚混溶,俗称“万能溶剂”,可以将本发明所述的其他破乳剂组分全部溶解,形成一个统一的流体,方便使用。

[0026] 本发明的有益效果在于:

[0027] 本发明制备出的破乳剂,在破乳时间方面,破乳快速,效果明显;在破乳的同时,具有优异的抗泡沫性,良好的空气释放值,还可以将油品和水分离清楚,方便分离出的油品再次使用。

具体实施方式

[0028] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步详细说明。应该强调的是,下述说明仅仅是示例性的,而不是为了限制本发明的范围及其应用。

[0029] 实施例1

[0030] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:十六烷基季胺盐5份、植物油基脂肪酸甲酯0.6份、甲基硅油0.2份、磷酸酯0.5份、乙二醇苯醚2份。

[0031] 一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0032] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0033] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按摩尔比为1:4的透料比加入大豆油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入 CH_3ONa 作为催化剂,控制反应温度达到64℃,反应时间5h;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯。

[0034] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0035] 实施例2

[0036] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:十六烷基季胺盐3份、植物油基脂肪酸甲酯0.4份、甲基硅油0.1份、磷酸酯0.2份、乙二醇苯醚1份。

[0037] 一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0038] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0039] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按摩尔比为1:4的透料比加入大豆油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入 CH_3ONa 作为催化剂,控制反应温度达到64℃,反应时间5h;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯。

[0040] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0041] 实施例3

[0042] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:十六烷基季胺盐4份、植物油基脂肪酸甲酯0.5份、甲基硅油0.15份、磷酸酯0.4份、乙二醇苯醚1.5份。

[0043] 一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0044] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0045] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按摩尔比为1:4的透料比加入玉米油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入 CH_3ONa 作为催化剂,控制反应温度达到64℃,反应时间5h;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯(水分控制在0.1%以下)。

[0046] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0047] 实施例4

[0048] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:十六烷基季胺盐3份、植物油基脂肪酸甲酯0.6份、甲基硅油0.2份、磷酸酯0.5份、乙二醇苯醚1份。

[0049] 一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0050] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0051] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按摩尔比为1:4的透料比加入葵花油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入 CH_3ONa 作为催化剂,控制反应温度达到64℃,反应时间5h;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯。

[0052] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0053] 实施例5

[0054] 一种高效润滑油破乳剂,以重量份为单位,包括以下原料:十六烷基季胺盐4份、植物油基脂肪酸甲酯0.6份、甲基硅油0.1份、磷酸酯0.3份、乙二醇苯醚1.5份。

[0055] 一种高效润滑油破乳剂的生产方法,包括以下步骤:

[0056] S1、植物油基脂肪酸甲酯的制备

[0057] 在装有搅拌器和回流冷凝装置的四口烧瓶中,按摩尔比为1:4的透料比加入大豆油和甲醇,快速搅拌先升温至60℃,加入 CH_3ONa 作为催化剂,控制反应温度达到64℃,反应时间5h;减压蒸出过量的甲醇,静置、分出下层的甘油,甲酯层用60℃的温水洗涤至中性,干燥,减压蒸馏,得到植物油基脂肪酸甲酯。

[0058] S2、在40℃下,将甲基硅油和乙二醇苯醚充分混合后,加入植物油基脂肪酸甲酯充分混合,再加入阳离子破乳剂和磷酸酯,充分混合后,将至室温,得到高效润滑油破乳剂。

[0059] 对比例1

[0060] 高效润滑油破乳剂组分中缺少十六烷基季胺盐,其余条件和实施例3一致对比例2

[0061] 高效润滑油破乳剂组分中缺少植物油基脂肪酸甲酯,其余条件和实施例3一致

[0062] 对比例3

[0063] 高效润滑油破乳剂组分中缺少甲基硅油,其余条件和实施例3一致

[0064] 由于水会促使润滑油乳化、降解和酸的形成,造成润滑油本身的物理化学性能衰变、润滑效果变差,并导致设备腐蚀。因此,大型机械设备中在用润滑油水含量一般要求低于0.1%

[0065] 试验方法

[0066] 破乳化性能按国家标准GB/T 7305—2003(搅拌法)和石油化工有限公司标准SH/T 0191—92(蒸汽法)测试;空气释放值按SH/T 0308—92标准测试;润滑油泡沫特性按GB/T 12579—2002标准测试。选择破乳剂T1001、DL32与本发明实施例1-实施例5所制备出的破乳剂以及对比例1-对比例5所制备出的破乳剂进行对比实验。其中,T1001、DL32、基础油为市购。实验选用黏度为0.01Pa·s的加氢精制矿物油为基础油,各破乳剂的加入量为汽轮机油重的0.05%。用搅拌法和蒸汽法研究其破乳化性能,对空气释放值和抗泡沫性进行检测,结果如表1所示。

[0067] 表1

组别	破乳化时间/s		抗泡沫性			空气释放值 (50℃)/s	破乳后,油 水分离,油 品干净程度
	搅拌法	蒸汽法	24℃	93.5℃	后 24℃		
基础油	351	137	0/0	0/0	0/0	260	油品略有水 渍、杂物
基础油+实施例 1	258	87	15/0	10/0	0/0	275	油品清澈, 无杂物
基础油+实施例 2	255	84	15/0	10/0	0/0	265	
基础油+实施例 3	245	78	15/0	10/0	0/0	269	
基础油+实施例 4	249	82	15/0	10/0	0/0	268	
基础油+实施例 5	253	80	15/0	10/0	0/0	273	
基础油+对比例 1	348	136	15/0	10/0	0/0	261	油品略有水 渍、杂物
基础油+对比例 2	298	109	15/0	10/0	0/0	269	
基础油+对比例 3	251	80	5/0	0/0	0/0	265	
基础油+T1001	335	121	0/0	0/0	0/0	389	油品略有水 渍、杂物
基础油+DL32	340	115	0/0	0/0	0/0	345	

[0070] 对得到的结果进行分析,如下:

[0071] 1、从表1可得在破乳时间方面,基础油不加入任何组分的情况下,搅拌法破乳时间为351s,蒸汽发破乳时间为137s;在加入实施例1-实施例5的破乳剂后,搅拌法破乳时间为245-258s,蒸汽发破乳时间为78-87s,破乳时间明显得减少,说明起到了较好的破乳效果;

而在T1001、DL32加入后,搅拌法破乳时间分别为为335s、340s,蒸汽发破乳时间为121s、115s,破乳时间变化不明显,说明破乳效果一般;而对比例1、对比例2、对比例3在加入后,搅拌法破乳时间分别为为348s、298s、251s,蒸汽发破乳时间为136s、109s、80s,说明在不存在十六烷基季胺盐时,破乳效果基本没有,和基础油不加入任何组分的情况下基本一致,而在不存在植物油基脂肪酸甲酯后,对比例2的破乳剂具有一定的破乳效果,但是效果相对实施例3还是较差,说明在加入植物油基脂肪酸甲酯后,能够促进十六烷基季胺盐的破乳效果,起到协同增效的作用,另外对比例3在缺少甲基硅油后,破乳效果和实施例3的基本一致,说明甲基硅油起到的破乳效果不明显。

[0072] 2、从表1可以看出,在抗泡沫性方面,在加入实施例1-实施例5的破乳剂后,抗泡沫性明显得到增强;而在T1001、DL32加入后,没有起到抗泡沫性的作用;而在对比例3在缺少甲基硅油后,抗泡沫性明显降低,说明甲基硅油对抗泡沫性有明显的作用。

[0073] 3、从表1可以看出,在空气释放值方面,在加入实施例1-实施例5的破乳剂后,基础油的空气释放值变化不大;而在T1001、DL32加入后,空气释放值明显增高,说明T1001、DL32能够增大基础油的空气释放值,会带来造成基础油的空气释放值过大的风险;而从对比例1-对比例3在加入后,基础油的空气释放值变化不大,说明实施例1-实施例5的破乳剂以及里面的各个成分,不会明显增大基础油的空气释放值。

[0074] 4、从表1可以看出,在加入实施例1-实施例5的破乳剂后,在破乳后分离出的油品:清澈,无杂物,经过检测,油品水分至0.08%以下,可以放心直接再次使用,而原基础油在破乳后分离出的油品:略有水渍(油品水分可达1.5%)、带杂物,再次使用,将会带来风险;而在T1001、DL32加入后,原基础油在破乳后分离出的油品:略有水渍(油品水分可达0.8%)、带杂物,再次使用,将会带来风险;从单独缺少植物油基脂肪酸甲酯的对比例2的结果可以看出,植物油基脂肪酸甲酯的加入(油品水分0.05%),强力促进了原基础油在破乳后分离出的油品的干净程度,其起到清洁油品的作用。

[0075] 本领域技术人员将认识到,对以上描述做出众多变通是可能的,所以实施例仅是用来描述一个或多个特定实施方式。

[0076] 尽管已经描述和叙述了被看作本发明的示范实施例,本领域技术人员将会明白,可以对其作出各种改变和替换,而不会脱离本发明的精神。另外,可以做出许多修改以将特定情况适配到本发明的教义,而不会脱离在此描述的本发明中心概念。所以,本发明不受限于在此披露的特定实施例,但本发明可能还包括属于本发明范围的所有实施例及其等同物。