

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(11) 039347

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.01.17

(51) Int. Cl. B01D 21/26 (2006.01)

(21) Номер заявки
202000186

(22) Дата подачи заявки
2020.02.12

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ОТРАБОТАННЫХ СМАЗОЧНЫХ МАСЕЛ

(43) 2021.08.31

(56) CN-A-105694965
CN-A-102660375
SU-A1-941419

(96) 2020/009 (AZ) 2020.02.12

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
АДЖАМОВ КЕЙКАВУС ЮСИФ
ОГЛЫ; ГУСЕЙНОВА ЭЛЬВИРА
АНВЕРОВНА; ИСМАИЛОВА ВАФА
АГАСАМЕД КЫЗЫ (AZ)

(72) Изобретатель:
Аджамов Кейкавус Юсиф оглы,
Гусейнова Эльвира Анверовна,
Исмаилова Вафа Агасамед кызы,
Исмаилова Ругия Алескер кызы (AZ)

(74) Представитель:
Гусейнова Э.А. (AZ)

(57) Изобретение относится к нефтехимии и может быть использовано в экстракционной очистке отработанных промышленных, трансформаторных, моторных и других смазочных масел с помощью селективных растворителей. Задачей изобретения является улучшение технологичности способа очистки отработанного масла за счет использования селективного растворителя, обеспечивающего уровень очистки, соответствующий техническим условиям для базовой основы. Предложен способ очистки отработанных смазочных материалов жидкостной экстракцией с использованием в качестве селективного растворителя алифатического растворителя, в котором отработанное масло без предварительной подготовки перемешивают с н-октаном при объемном соотношении растворитель:сырье, равном (0,25-1):1, охлаждают до температуры 5-10°C и центрифугируют, выделенный рафинад подвергают отгонке до температуры 120°C для выделения очищенного масла и регенерации растворителя. Предложенный способ позволяет из отработанного масла удалить нерастворимые примеси, продукты окисления, обеспечив высокую степень осветления, и может быть использовано в качестве основы для приготовления смазочных масел.

039347 B1

039347 B1

Изобретение относится к нефтехимии и может быть использовано в экстракционной очистке отработанных промышленных, трансформаторных, моторных и других смазочных масел с помощью селективных растворителей.

Многие производства из-за отсутствия технологии очистки отработанного масла сжигают их или сливают в отвалы, тем самым теряя энергоемкое минеральное сырье и повышая опасность для окружающей среды и человека. Основным видом загрязнения в промышленном масле являются механические примеси, попадающие от трущихся деталей, сконденсированная влага, продукты окисления углеводородной основы, смолы, карбены, асфальтены, полиолефины и др. Способ очистки отработанного масла выбирают в зависимости от характера загрязнения и содержания продуктов старения.

Способы переработки отработанного масла экстракцией обычно включают следующие стадии: нагревание масла для удаления легких углеводородов и воды, экстракцию масла селективными растворителями, вакуумную разгонку с фракционированием и гидроочисткой.

Известен способ очистки отработанного промышленного масла, который заключается в обработке сырья без нагревания ортофосфорной кислотой при концентрации от 5 до 88 мас.% и объемном соотношении кислота:сырье от 1:1 до 1:30. (патент RU 2094450, C10M 175/02),

Недостатком известного способа является увеличение продолжительности разделения фаз, связанной с уменьшением массы диспергированных частиц при уменьшении плотности кислоты.

Известен способ очистки использованного промышленного масла заключающийся в обработке сырья без нагревания разбавленными соляной и серной кислотами при их концентрации от 2 до 40 мас.% и объемном соотношении кислота:масло от 1:1 до 1:15. (патент RU 2100425, C10M 175/02).

Недостатком известного способа является образование устойчивой эмульсии, что затрудняет отделение рафината от экстракта даже при длительном (8-10 суток) отстаивании эмульсии. Концентрированная серная кислота при контакте с маслом вызывает многие побочные процессы: сульфирование, окисление, деструкцию, осмоление, повышается качество очищенного масла.

Известен способ регенерации отработанного промышленного масла включающий обработку очищающим реагентом, представляющим собой 25-40%-ный свежеприготовленный водный раствор смеси хлорамина, бензолсульфокислоты и хлорида кальция при их массовом соотношении 3-7:1-2:1-5 соответственно, который заливают в подогретое до 15-60°C отработанное промышленное масло в количестве на 1 м³ масла 5-60 кг реагента, в пересчете на сухое вещество. Осуществляют 10-60 циклов, состоящих из последовательных стадий перемешивания смеси в течение 0,5-3 ч и выдерживания ее в течение 1-12 ч, затем выдерживают полученный продукт в течение 24-48 ч, сливают верхний слой масла и еще раз выдерживают при 15-55°C в течение 7-14 суток с последующим сливом верхнего слоя, содержащего целевой продукт (патент РФ 2271384).

Недостатками известного способа очистки является большой расход реагентов и большая продолжительность разделения фаз.

Известен способ регенерации отработанных моторных масел, согласно которому из отработанного масла удаляют механические примеси фильтрацией либо центрифугированием и после нагрева до температуры 100-120°C проводят обезвоживание и удаление легких углеводородных фракций в вакуумной колонне. Следующую стадию - удаление газой-левых фракций проводят в насадочном эвапораторе при температуре 200-250°C и остаточном давлении от 10 до 50 мм рт.ст. Предварительно очищенное масло направляют на стадию экстракции селективным растворителем, в качестве которого могут быть использованы низкомолекулярные парафины (этан, пропан, бутан или их смеси), низшие спирты, простые эфиры, силоксаны при соотношении растворитель:масло 8:1 (патент РФ 2211240).

К недостатку способа относится многостадийность процесса очистки, проведение процесса под давлением и большой расход растворителя.

Известен способ переработки отработанных смазочных материалов, который включает обработку исходного сырья атмосферным воздухом с одновременным отгоном воды и легких углеводородов при температуре 100-300°C и атмосферном давлении, с последующей экстракцией масляных фракций алифатическим растворителем при температуре 90-95°C, давлении 65-75 кг/см² и массовом отношении растворителя и масла (4-5):1 соответственно. В качестве растворителя используют пропан чистотой не менее 93 мас.% (патент РФ 2599782).

Недостатком известного способа является необходимость оборудования для предварительного окисления отработанного смазочного материала, отгона воды и легких углеводородных фракций, проведение процесса экстракции под давлением.

Задачей изобретения является улучшение технологичности способа очистки отработанного масла за счет использования селективного растворителя, обеспечивающего высокий уровень очистки, соответствующий техническим условиям для базовой основы.

Поставленная задача решена предлагаемым способом очистки отработанного смазочного масла экстракцией алифатическим углеводородом, в котором отработанное сырье без предварительной подготовки смешивают с н-октаном при объемном соотношении растворитель: сырье, равном (0,5:1):1, охлаждают до температуры 5-10°C и центрифугируют в течение 1,5-2 ч, выделенный рафинат подвергают отгонке до температуры 120°C для выделения очищенного масла и регенерации растворителя.

Сопоставительный анализ прототипа и заявленного способа показывает, что общим признаком является экстракция селективным растворителем с использованием алифатического углеводорода.

Отличительной особенностью заявляемого способа является использование н-октана в качестве селективного растворителя, а также проведение экстракции без предварительной очистки сырья в выявленных условиях.

Предлагаемый способ проверен на отработанном индустриальном масле марки И-80А, прошедшего эксплуатацию в течении 3 лет и имеющего следующие показатели качества:

плотность при 15°C - 898 кг/м³;

вязкость кинематическая при 40°C - 188,5 СТС;

температура вспышки в открытом тигле - 201°C;

температура застывания - минус 10°C.

Пример 1. В емкость наливают 30 мл отработанного индустриального масла, охлаждают до 10°C и центрифугируют в течение 1 ч со скоростью 4 тыс. об/мин. Изменение цветности масла и фазовое разделение не наблюдалось.

Пример 2. В емкость наливают 35 мл отработанного индустриального масла и 70 мл н-октана. После перемешивания в течении 10 мин раствор охлаждают до 10°C и центрифугируют в течении 2 ч со скоростью 4 тыс. об/мин. Смесь оставляют в покое. Через 5-10 мин происходит четкое разделение смеси на два слоя. Полученный продукт разделяют на два слоя. Верхний слой представляет собой рафинированное масло светло-желтого цвета, нижний слой экстракт черного цвета. Выделенный рафинат подвергают отгонке до температуры 120°C для выделения очищенного масла и регенерации растворителя. Степень осветления масла составляет 97,7%, количество осадка 7,15% на отработанное индустриальное масло при объемном соотношении растворитель:сырье равным 2:1.

При проведении центрифугирования в течении 1 ч не наблюдается четкого разделения смеси на две фазы.

Примеры 3-6 проведены в условиях примера 2 с изменением соотношения растворитель: сырье для выявления диапазона, обеспечивающего эффективную очистку отработанного масла с показателями, удовлетворяющими требованиям.

Результаты испытаний, представленные в табл. 1, позволяют заключить, что очистку отработанного масла следует проводить при соотношении растворитель: сырье, равном (0,25-1):1. Увеличение количества использованного растворителя не целесообразно, поскольку не приводит к увеличению осадка в экстракте. Уменьшение расхода растворителя за указанный нижний предел резко снижает показатель очистки.

Пример 8. Процесс очистки отработанного масла осуществляют аналогично примеру 2, в котором в емкость наливают 30 мл отработанного индустриального масла и 30 мл н-октана. Смесь охлаждают до температуре 5°C и центрифугируют в течении 1,5 ч. Степень осветления масла составляет 97,3%, количество осадка 5,71% на отработанное масло при объемном соотношении растворитель:сырье, равном 1:1.

Примеры 9-10. Процесс очистки отработанного масла осуществлялся по примеру 8 с повышением температурного режима экстракции. Полученные результаты представлены в табл. 2.

Таблица 1. Влияние концентрации растворителя на показатели очистки отработанного индустриального масла

№ примера	Объемное соотношение н-октане: сырье	пл очищенного масла	Плотность, кг/м ³	Количество осадка, % на отработанное индустриальное масло
2	2,0:1	1.4690	910	7.15
3	1,5:1	1.4690	-//-	7.15
4	1:1	1.4690	-//-	7.15
5	0,5:1	1.4691	-//-	7.14
6	0,25:1	1.4691	-//-	7.14
7	0,1:1	1.4836	-//-	3.02
сырье	100	—	915	—

Таблица 2. Влияние температуры экстракции на степень очистки отработанного индустриального масла

№ Примера	Температура, °C	пл	Количество осадка, % на отработанное моторное масло	Степень осветления, %
8	5	1.4579	5.71	97,3
9	10	1.4691	7,15	97,7
10	20	1.4578	2.86	95,1

Результаты лабораторного тестирования образца очищенного индустриального масла по примеру 9 представлены в табл. 3, 4.

Таблица 3 Химический и элементный состав индустриального масла

Массовая доля элементов	Товарное масло, до эксплуатации*	Отработанное масло, после эксплуатации	Очищенное масло, после выпарки н-октана	
			рафинат	осадок
P %	0.03	0.03	0.02	0.01
Mg ppm	0	9	0	9
Fe ppm		87	0	87
Cu ppm	1	1	0.6	0.4
Si ppm	5	3	1.3	1.7
Na ppm	5	10	2.4	7.6
B ppm	22	6	6	
Σ металлы, ppm	33	116	10.32	105.71
C %	83.2	86.07	84.2	
H %	16.5	10.93	15.1	
N %	0.1	0.2	0.1	
S %	0.1	0.2	0.1	
O %	0.1	2.6	0.5	

Из представленных результатов лабораторного тестирования в табл. 3, 4 следует отметить, что в процессе очистки отработанного индустриального масла по предлагаемому способу получена высокая степень очистки, которая составляет: железо - 100%, магний -100%, медь - 66%, асфальтены - 98%.

Таблица 4. Групповой и углеводородный состав индустриального масла

Показатели	Товарное масло, до эксплуатации*	Отработанное масло, после эксплуатации	Очищенное масло, после выпарки н-октана
Вязкость, 40°C мм ² /с	320	188.48	204.2
Содержание воды, %	следы	< 4	–
Кислотное число, мг КОН/г	< 0.08	0.9	<0.09
Плотность при 20°C, кг/м ³	915	898	823
Температура вспышки, °C	243	201	223
Температура застывания, °C	-15	-10	-11

В табл. 5 представлены сравнительные характеристики базового масла и очищенного по предлагаемому способу.

Таблица 5. Физико-химические характеристики индустриального масла

Компоненты	Товарное масло	Отработанное масло	
		До регенерации	После регенерации
Парафино-нафтеновые	67.4	60.1	65.6
Ароматические моно-поли-	12.1	12.9	12.8
	16.4	17.1	16.6
Сумма углеводов, %	95.9	89.8	95
Гетероциклические соединения, %			
Смолы	4.1	5.3	4.9
Асфальтены	-	4.9	0.1
Сумма САВ, %	4.1	10.2	5

Как следует из сравнительных данных, приведенных в табл. 5, физико-химические характеристики отработанного индустриального масла, прошедшего очистку по предложенному способу, улучшаются и приближены к значениям товарных базовых масел.

Предложенный способ позволяет из отработанного масла удалить нерастворимые примеси, продукты окисления, обеспечив высокую степень осветления при небольшом расходе растворителя. Прошедшее очистку отработанное индустриальное масло может быть использовано в качестве основы для приготовления смазочных масел.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ очистки отработанных смазочных материалов жидкостной экстракцией с использованием в качестве селективного растворителя алифатического растворителя, отличающийся тем, что отработанное масло без предварительной подготовки перемешивают с н-октаном при объемном соотношении растворитель:сырье, равном (0,25-1):1, охлаждают до 5-10°C и центрифугируют в течение 1,5-2 ч, выделенный рафинат подвергают отгонке до температуры 120°C для выделения очищенного масла и регенерации растворителя.

