

doi:10.16055/j.issn.1672-058X.2015.0006.008

# 分子蒸馏工艺条件对废润滑油再生油品性能的影响\*

董 玉, 张贤明, 吴 云, 赖文佳, 肖进凯

(重庆工商大学 废油资源化技术与装备教育部工程研究中心, 重庆 400067)

**摘 要:**应用分子蒸馏法再生废润滑油,以残炭、黏度、酸值作为表征再生油品性能的指标,考察了不同工艺条件下得到的再生油品的性能;实验结果表明:随着温度升高,再生油品的残炭含量、黏度、酸值都呈现出整体上升的趋势,综合考虑应将分子蒸馏温度控制在 180 ℃ 左右;随着压力升高,再生油品的残炭含量、黏度、酸值均呈现出下降的趋势,因此分子蒸馏压力应控制在 50 Pa 以下;当分子蒸馏温度为 180 ℃,分子蒸馏压力为 50 Pa 时,得到再生油较之废润滑油原料,不仅外观上有明显变化,其残炭含量、酸值也大幅下降,再生效果显著。

**关键词:**废润滑油;分子蒸馏;操作参数;性能

**中图分类号:** O621

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1672-058X(2015)06-0043-05

润滑油在运行时,不仅会因为灰尘、金属屑、水分等外界污染物侵入而逐渐老化变质,且因其工作环境具有温度高、密封性高的特点,润滑油中的烃类物质易发生氧化反应,形成羟基酸、羧基酸及醛酮类劣化产物,各类劣化产物之间也会发生相互作用,产生沥青、皂类、沥青质等化合物。这些劣化产物会使得润滑油的颜色加深、形成油泥;还会破坏油膜、降低润滑性能、腐蚀金属部件、增大机械磨损甚至造成设备堵塞<sup>[1]</sup>。这些问题将会对机械设备的正常运行构成威胁,缩短设备的使用寿命。若将不能满足使用功能的润滑油直接丢弃或燃烧,不仅是对资源的严重浪费,也是对环境的严重污染。因此,对废润滑油的再生利用是解决上述矛盾的有效途径<sup>[2]</sup>。

刮膜式分子蒸馏技术是一种高效的非平衡蒸馏技术,具有工作温度低、分离效率高、环境污染小等优点,目前广泛应用于各类化工产业中<sup>[3-5]</sup>。由于该技术能够有效避免其他再生手段所造成的产品品质损伤大、工艺流程复杂、排放二次污染物等问题,因此是理想的废润滑油再生替代工艺技术<sup>[6-8]</sup>。然而在现有的工程应用及学术研究中,探讨分子蒸馏工艺条件与再生油性能关系的报道较少。鉴于此,以废润滑油为实验原料,通过单因素实验设计,选取黏度、残炭、酸值为再生油品的功能性指标,考察了分子蒸馏操作参数对这些功能性指标的影响,并对其影响原理进行初步分析。

## 1 实验部分

### 1.1 材料与仪器

废润滑油,重庆某汽车维修修理厂提供,主要性能指标见表 1;石油醚、甲苯、丙酮、正庚烷,以上试剂均

收稿日期:2014-11-18;修回日期:2014-12-28.

\* 基金项目:重庆市应用技术开发重点项目(cstc2014yykfB90002);重庆市教委科技资助重点项目(KJZH14210);重庆工商大学研究生创新型科研项目(yjsexx2014-052-36)

作者简介:董玉(1989-),女,硕士研究生,从事环保关键技术及装备研究.

为分析纯,均购于上海化学试剂有限公司。

DEA-DZL-5 分子蒸馏器;SYD-264 石油酸值测定仪,依据 GB/T 264—1991 测定石油产品的酸值;SYD-265B 石油产品运动黏度测定器,依据 GB/T 265—1988 测定石油产品的 40 ℃ 运动黏度;SYD-17144 石油产品残炭测定器,依据 GB/T 268—1987 测定石油产品的残炭值。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 原料预处理方法

将 20 kg 废润滑油置于容器中在室温下温沉降 48 h,脱除油液中的游离水、油泥及其他固体杂质。沉降完成后,选取容器中的上部油液作为实验原料。将实验原料预热至 120 ℃,送入薄膜蒸发器中进行蒸馏,以脱除原料中的水分及汽油、溶剂油等轻质组份。

### 1.2.2 工艺条件对再生产品性能的影响实验方法

(1) 温度的影响。针对收集的废润滑油性质,并结合前期实验结果,设定进料流量为 3 mL/min、系统压力为 50 Pa,将起始温度设定为 150 ℃。通过温度调节装置控制分子蒸馏器的反应温度,以 10 ℃ 为间隔,对废润滑油进行再生处理。以残炭、黏度(40 ℃)、酸值作为主要的性能指标,依据相关标准对再生得到的基础油进行检测。

(2) 压力的影响。针对收集的废润滑油性质,并结合前期实验结果,设定进料流量为 3 mL/min、系统温度为 180 ℃,通过压力调节装置控制分子蒸馏器的压力,以 10 Pa 为间隔,对废润滑油进行再生处理。以残炭、黏度(40 ℃)、酸值作为主要的性能指标,依据相关标准对再生得到的基础油进行检测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 温度对再生油品性能的影响

#### 2.1.1 温度对再生油品残炭的影响

从图 1 中,可以明显看到随着温度的增加,分子蒸馏得到的再生油品其残炭含量总体呈增长的趋势;在 180 ℃ 时,得到的再生油品其残炭含量最低。当分子蒸馏温度低于 180 ℃ 时,残炭含量的随温度增加的趋势较平缓;而当分子蒸馏温度高于 180 ℃ 时,残炭含量的随温度增加的趋势显著增强。产生这种现象的原因,依据分子蒸馏的分离原理可分析为,随着分子蒸馏温度的增加,废润滑油中的以胶质、沥青质、多环芳烃为代表重质组份其分子内能有所增加,获得足够能量的重质分子能够与废润滑油中的轻质烃类一起,顺利的从分子蒸馏器内加热面逸出并到达冷凝面,继而进入再生油品中<sup>[9,10]</sup>。残炭含量能够反应再生油品的品质及精制程度,因此,为确保再生油的品质,分子蒸馏的温度应控制在 180~210 ℃ 左右。

#### 2.1.2 温度对再生油品黏度的影响

从图 2 中,可以明显看到随着温度的增加,分子蒸馏得到的再生油品其黏度呈增长的趋势;当分子蒸馏温度低于 180 ℃ 时,黏度随温度增加呈快速增长的趋势;而当分子蒸馏温度高于 180 ℃ 时,黏度随温度增加的趋势逐渐减缓。这表明,随着温度的升高,再生油中长链烃、沥青质、多环芳烃等重质组份的含量逐渐增大;由于废润滑油成分复杂,温度升高到一定程度后,小范围内的温度波动对废润滑油中重质组份的分离并没有显著影响。在未加任何功能性油品添加剂的前提下,油品的黏度越大,流动性越差,其润滑产生的油膜强度越高<sup>[11]</sup>,再生油品的润滑性能越强,然而考虑再生油品的精制程度以及再生过程中能耗,应将分子蒸馏温度控制在合理的范围内。

#### 2.1.3 温度对再生油品酸值的影响

从图 3 中,可以明显看到随着温度的增加,分子蒸馏得到的再生油品其酸值总体呈增长的趋势;在 180 ℃ 时,酸值的增长曲线中出现折点,此时得到的再生油其酸值较低;而当分子蒸馏温度高于 180 ℃ 时,酸值随温度增加的趋势显著增强。在分子蒸馏器内,温度的增加不仅能够为废润滑油中已经存在的酸性劣化产物提供足够的能量使其能顺利地逃逸到冷凝面,混入再生有品种;也能够促进废润滑油中的烷烃、环烷

烃、芳香烃,酮醛类物质再次发生氧化反应,产生以羧基酸、羟基酸为代表的各类酸性物质,继而增加了再生油品中酸性物质的含量,使其酸值增大。酸性物质作为润滑油劣化产物的一种,其含量的多少通常用酸值来表征,酸值越小,油品的品质越高。因此,为确保再生油的品质,分子蒸馏的温度不应过高。

## 2.2 压力对再生油品性能的影响

### 2.2.1 压力对再生油品残炭的影响

从图 4 为不同压力下再生油品残炭含量的变化情况。由图 4 可见,随着压力的增加,分子蒸馏得到的再生油品其残炭含量呈缓慢下降的趋势;当分子蒸馏压力在 40~70 Pa 之间时,单位压力梯度内,残炭含量迅速降低;当分子蒸馏压力大于 70 Pa 时,单位压力梯度内,残炭含量下降速率逐渐减慢。由分子蒸馏的分离原理可知,随着分子蒸馏压力的增加,系统内轻质组分的平均自由程缩短,单位时间内抵达冷凝面的轻质组分数量减少,轻质馏分收率降低,使得胶质、沥青质、芳香烃等重质馏分伴随着轻质馏分进入到再生馏分的含量逐渐减少,使得再生馏分残炭含量下降。此外,压力的升高将会使得分子蒸馏切割段向低温馏分区移动,蒸馏切割段缩短,降低稠环芳烃、重质石油烃等高温馏分区产物在再生馏分中的含量,引起再生油残炭含量的下降。

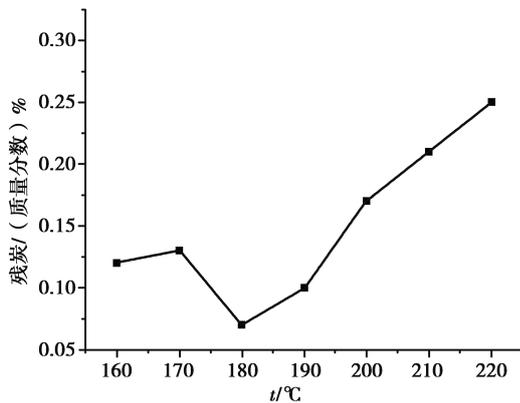


图 1 不同温度下再生油品残炭含量的变化

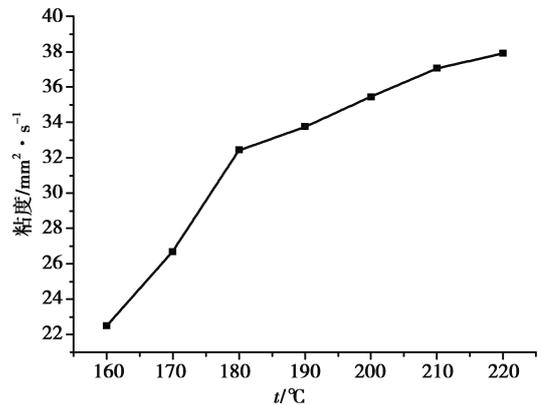


图 2 不同温度下再生油品酸值的变化

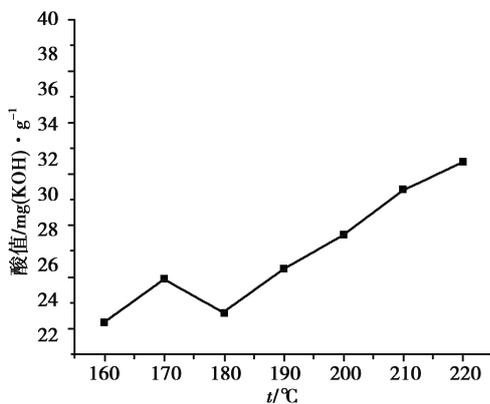


图 3 不同温度下再生油品酸值的变化

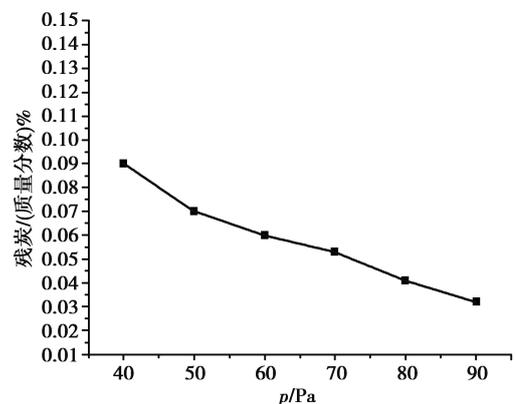


图 4 不同压力下再生油品残炭含量的变化

### 2.2.2 压力对再生油品黏度的影响

从图 5 为不同压力下再生油品残炭含量的变化情况。由图 5 可见,随着分子蒸馏压力的升高,再生油品的黏度整体呈下降趋势;当分子蒸馏压力在 40~70 Pa 之间时,随着压力的增长,再生油品的黏度快速下降;而当分子蒸馏压力在 70~90 Pa 之间时,随着压力的增长,再生油品的黏度下降速率减慢。由分子蒸馏分离原理可知,随着压力的升高,分子平均自由程缩短,轻质组分由蒸发面运动至冷凝面的难度增大,分子蒸馏切割段向低温馏分区移动,轻质馏分的产出率降低。因此,随着压力的升高,再生馏分中不仅低碳石油烃、

烷烃等轻质组分的含量逐渐降低,伴随着轻质组分进入到再生馏分中的胶质、沥青质、芳烃、石油烃等重质组分的含量也逐渐降低,继而引起再生馏分黏度下降。

### 2.2.3 压力对再生油品酸值的影响

从图 6 为不同压力下再生油品酸值的变化情况。由图 6 可见,随着分子蒸馏压力的升高,再生油品的酸值整体呈下降趋势;当分子蒸馏压力在 40~60 Pa 之间时,随着压力的增长,再生油品的酸值快速下降;而当分子蒸馏压力在 60~90 Pa 之间时,随着压力的增长,再生油品酸值下降的速率减慢。由分子蒸馏的分离原理可知,随着分子蒸馏压力的增大,系统内轻质组分的平均自由程缩短,单位时间内抵达冷凝面的轻质组分数量减少,轻质馏分收率降低,伴随着轻质组分进入到再生馏分中的胶质、沥青质、羧基酸、羧基酸、芳香烃等重质组份的含量减少,继而引起再生馏分的酸值降低。此外,在系统压力增加的过程中,使得分子蒸馏的切割段逐渐由高温馏分段向低温馏分段移动,使多位于高温馏分区的稠环芳烃、醛酮类劣化产物等酸性氧化产物进入到再生馏分中的几率降低,使得再生馏分的酸值下降。

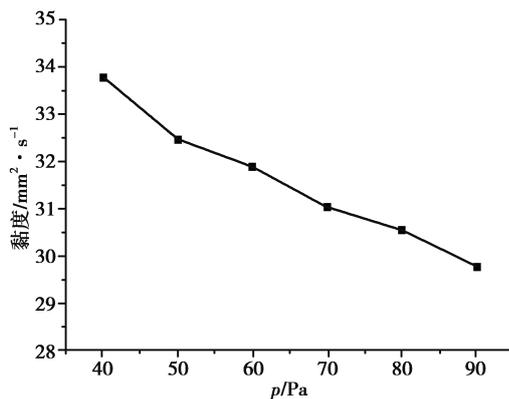


图 5 不同压力下再生油品黏度的变化

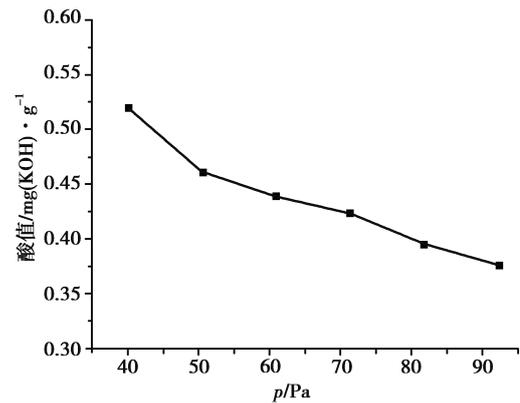


图 6 不同压力下再生油品酸值的变化

### 2.3 理想操作条件下分子蒸馏再生油品的性能分析

依据上述的实验结果进行综合分析,可知分子蒸馏温度为 180 °C 时,得到的再生油品品质较理想。在分子蒸馏温度为 180 °C 时,调节分子蒸馏压力,可得到一系列性质各异的润滑油,结合对再生油外观的考虑,认为在分子蒸馏压力为 50 Pa 时,得到的再生油(图 7 右侧)相对比较理想。对在理想操作条件下(分子蒸馏温度:180 °C,分子蒸馏压力:50 Pa)得到的再生油分别进行检测,具体数据见表 1。由表 1 可知,废润滑油经过分子蒸馏技术再生后,不仅外观得到了明显改善,其酸值、残炭、闪点等性能指标也发生了明显变化,再生效果显著。

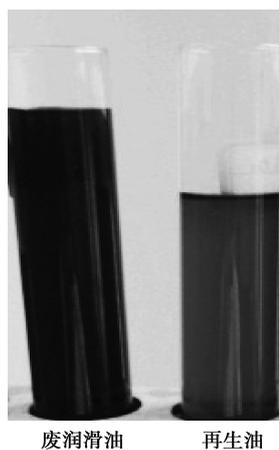


图 7 废润滑油油样与再生油对比图

表 1 不同油品的理化指标

| 油品             | 废润滑油    | 再生油   |
|----------------|---------|-------|
| 闪点/°C          | —       | 210   |
| 倾点/°C          | —       | -18   |
| 色度/号           | >26     | 5     |
| 含水量/ppm        | 245 800 | 278   |
| 黏度/(mm²/s)     | 73.40   | 32.45 |
| 酸值/(mg(KOH)/g) | 0.892   | 0.465 |
| 残炭/(质量分数)      | 0.76    | 0.065 |

### 3 结 论

(1) 应用分子蒸馏法再生废润滑油,通过温度的单因素实验,可以发现随着温度升高,再生油品的残炭含量、黏度、酸值都呈现出整体上升的趋势。以残炭、黏度、酸值为再生油的功能性指标,考虑再生油品的综合性能,应将分子蒸馏温度控制在 180 ℃左右。

(2) 应用分子蒸馏法再生废润滑油,通过压力的单因素实验,可以发现随着压力升高,再生油品的残炭含量、黏度、酸值都呈现出下降的趋势。以残炭、黏度、酸值为再生油的功能性指标,考虑再生油品的综合性能,分子蒸馏压力应小于 50 Pa。

(3) 分子蒸馏再生废润滑油的理想工艺条件:分子蒸馏温度 180 ℃,分子蒸馏压力 50 Pa。在此操作条件下,得到的再生油较之废润滑油原料,不仅在外观上有明显变化,其残炭含量、酸值也大幅下降,再生效果显著。

#### 参考文献:

- [1] RINCO J,CANIZARES P,GARCIA M T.Improvement of the Waste-oil Vacuum-distillation Recycling by Continuous Extraction with Dense Pro Pane[J].Ind Eng Chem Res,2007,46:266-272
- [2] KU P A,MÄKI A P,MURZIN D Y.Technology for Refining Used Lube Oils Applied in Europe:A Review[J].Journal of Chemical Technology and Biotechnology,2013,88(10):1780-1793
- [3] 白宇,张炳南,高昌保,等.分子蒸馏过程技术研究及其应用进展[J].化工装备技术,2009,30(1):9-12
- [4] 王倩倩,傅忠君,孙红翠.化工分子蒸馏设备及应用技术[J].现代化工,2011,36:385-388
- [5] 陈建华,黄少烈,朱宝璋.分子蒸馏技术在天然药物分离纯化中的应用[J].Chin JMAP,2006,23(2):1431-1435
- [6] 王志祥,林文,于颖.分子蒸馏设备的现状及其展望[J].化工进展,2006,25(3):292-296
- [7] 吴云,董玉,张贤明,等.短程蒸馏条件对废润滑油再生馏分色度的影响[J].化工进展,2014,33(5):1312-1316
- [8] 周松锐,尹英遂,王媛媛,等.短程蒸馏技术在废润滑油再生工艺中的应用[J].化工进展,2006,25(11):1371-1374
- [9] 周松锐.废润滑油再生分子蒸馏窄分技术应用研究[J].现代化工,2010,30(2):66-69
- [10] 樊雪英,王林.废润滑油分子蒸馏管线结垢原因分析及解决措施[J].化工进展,2012(s1):367-369
- [11] 戴钧梁.废润滑油再生[M].3版.北京:中国石化出版社,2000

## Effects on the Performance of the Regeneration Oil from Waste Lubricant Oil in Molecular Distillation

**DONG Yu, ZHANG Xian-ming, WU Yun, LAI Wen-jia, XIAO Jin-kan**

(Engineering Research Centre for Waste Oil Recovery Technology and Equipment, Ministry of Education, Chongqing Technology and Business University, Chongqing 400067, China)

**Abstract:** The regeneration of the waste lubricant oil is taken by molecular distillation with adjusted parameters. The performance of the regeneration oil is mainly decided by the determination of carbon residue, kinematic viscosity and acid number. Experimental results show that the value of carbon residue, kinematic viscosity and acid number all increase with the increasing temperature. For the comprehensive consideration, the temperature should be controlled at 180 ℃. It can also be found that the value shows a decline with the increasing pressure. As a conclusion, the pressure should be under 50 Pa. Compared with the waste lubricant oil, the regeneration oil which is obtained at 180 ℃, 50 Pa, has ideal regeneration effect with ideal appearance, decreasing carbon residue and acid number.

**Key words:** waste lubricant oil; molecular distillation; operating parameter; performance