

# 复合溶剂精制再生废润滑油的研究

杨茜雯, 陈文艺

(辽宁石油化工大学 化学与化工环境学部, 辽宁 抚顺 113001)

**摘要:**采用二甲基亚砜(DMSO)和 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)为复合溶剂,利用单因素法考察了精制温度、剂油比、溶剂复合配比对废润滑油精制效果的影响。DMSO在精制温度为110℃,剂油体积比为1.6:1,DMF质量分数为10%的最佳工艺条件下,所得再生油的收率为86.7%,黏度指数为132,凝点为-21.4℃,硫质量分数为0.048 2%,残炭为0.561%,折光率为1.456 4,色度为2.0;DMF在精制温度为70℃,剂油体积比为0.5:1,DMSO质量分数为10%的最佳工艺条件下,所得再生油的收率为89.3%,黏度指数为138,凝点为-15.6℃,硫质量分数为0.046 2%,残炭为0.549%,折光率为1.456 7,色度为2.0,基本达到我国润滑油基础油HVI150的质量标准。同时采用SPSS(Statistical Product and Service Solutions)软件进行线性回归,得出再生油黏度指数与精制温度、剂油体积比的回归方程。

**关键词:**二甲基亚砜;*N,N*-二甲基甲酰胺;废润滑油;SPSS软件

中图分类号:TQ028.3

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2017)03-0088-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2017.03.021

## Study on the regeneration of waste lubricating oil by compound solvent

YANG Qian-wen, CHEN Wen-yi

(Department of Chemistry and Chemical Environment, Liaoning Shihua University, Fushun 113001, China)

**Abstract:** By using the mixture of dimethyl sulfoxide (DMSO) and *N,N*-dimethylformamide (DMF) as the compound solvent, the effects of the refining temperature, the ratio of solvent to oil and the ratio of solvent on the purification of waste oil are studied by single factor method. The results show that with DMSO as the main solvent, the best regeneration effect of waste oil can be achieved when the refining temperature is 110℃, catalyst to oil ratio is 1.6:1, the mass fraction of DMF is 10%. The yield of the regenerated oil is 86.7%. The physical properties of the corresponding regeneration oil is: 132 of the viscosity index, -21.4℃ of the solidifying point, 0.048 2% of sulfur content, 0.561% of carbon residue, 1.456 4 of refractive index(25℃) and 2.0 of chromaticity. By contrast, using DMF as the main solvent, the optimal purification effect can be obtained under the following conditions: 70℃ of refining temperature, 0.5:1 of the catalyst to oil ratio and 10% mass fraction of DMSO. Under the optimal condition, the physical properties of the regenerated oil is listed as follows: 89.3% of the total oil yield, 138 of viscosity index, -15.6℃ of solidifying point, 0.046 2% of sulfur content, 0.549% of carbon residue, 1.456 7 of refractive index(25℃) and 2.0 of chromaticity. The regeneration oil has reached the standard of China's lubricate base oil HVI 150. Meanwhile, SPSS (Statistical Product and Service Solutions) software is used to achieve the regression equation of the viscosity index of refined oil, refining temperature and the ratio of solvent to oil.

**Key words:** dimethyl sulfoxide; *N,N*-dimethylformamide; waste lubricating oil; SPSS software

随着我国机动车保有量的增加,润滑油消费量也在不断地提高,2016年年末有望达到1 000万t,润滑油消费量将达到世界第一。润滑油在使用一段时间后,由于自身的氧化和环境中带来的金属杂质、水分等会使润滑油的功能下降,到达一定程度后就必须更换,更换下来的油就成为废润滑油<sup>[1]</sup>。而废润滑油中96%以上为润滑油基础油,机械杂质、水分、胶质、沥青质、含氧化合物及含硫化物等杂质仅占1.0%~2.5%<sup>[2]</sup>。因此,如何处理这些废润滑油成为人们越来越关注的问题。

废润滑油再生工艺主要有加氢<sup>[3]</sup>、酸洗<sup>[4]</sup>、白土<sup>[5]</sup>、絮凝<sup>[6]</sup>等。吴亮等<sup>[7]</sup>采用环丁砜为萃取剂萃

取废油中的基础油馏分,通过收率、黏度指数等考察油品的性质。赵琳等<sup>[8]</sup>采用DMF和聚醚2070复合精制废润滑油。李璐等<sup>[9]</sup>分别采用糠醛精制和NMP精制对废润滑油进行再生研究。李东胜等<sup>[10]</sup>对高黏度润滑油馏分油糠醛和NMP精制进行小试研究。

二甲基亚砜常温下为无色透明液体<sup>[11]</sup>,具有高极性、高吸湿性及高沸点,其毒性低,热稳定性好,是一种强极性惰性溶剂。*N,N*-二甲基甲酰胺的选择性较高,其选择性指数 $\geq 100\%$ ,受温度影响小,毒性低,价格低廉。所以,笔者采用二甲基亚砜和*N,N*-二甲基甲酰胺对废润滑油进行复合溶剂精制<sup>[12]</sup>。

收稿日期:2016-09-01

基金项目:辽宁省教育厅基金项目(2007T106);中石化集团公司科研项目(195037);中石油抚顺石化分公司科技计划项目(FSSH13B517);辽宁省教育厅基金项目(2006T090)

作者简介:杨茜雯(1990-),女,硕士生,主要从事废润滑油再生的研究,934395717@qq.com。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂及仪器

试剂:二甲基亚砜(DMSO)、*N,N*-二甲基甲酰胺(DMF),均为分析纯;废润滑油,由抚顺某汽车修理厂提供。

仪器:SYD-3536型全自动克利夫兰开口闪点实验器、SYD-265C石油产品运动粘度测定器、SYD-1884石油产品密度试验器、SYD-510F多功能低温实验器、SYD-30011型数控电炉法残炭实验器,上海昌吉地质仪器有限公司生产;SYD-510F色度测定仪、BF-06A减压馏程测定器,大连北方分析仪器有限公司生产;KMD型控温电热套,城华鲁电热仪器有限公司生产;DF-101S集热式恒温加热磁力搅拌器,巩义市予华仪器有限责任公司生产;JF-TSN-5000型紫外荧光硫氮测定仪,江苏江分电分析仪器厂生产。

### 1.2 实验步骤

将自然沉降24 h并除去底部水分和机械杂质的废润滑油通过减压蒸馏装置对其进行减压蒸馏处理,取220~350℃的润滑油馏分进行溶剂精制研究。在不同温度下,将单一溶剂与废润滑油按一定的剂油体积比进行混合,恒温搅拌30 min,然后将此混合液倒入分液漏斗中静置分层,分离得到再生的润滑油基础油。多次重复操作,选取最佳操作条件。并在最佳条件下,向溶剂中加入不同质量分数的次溶剂再次进行精制研究。

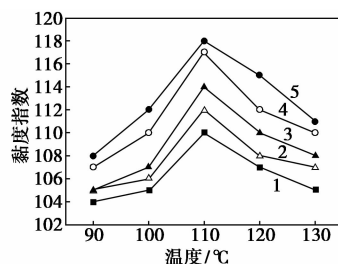
## 2 结果与讨论

### 2.1 单一溶剂精制废润滑油研究

#### 2.1.1 DMSO精制废润滑油研究

黏度指数是评价润滑油的重要指标之一,黏度

指数越大,再生油性能越好。而剂油体积比与精制温度是影响溶剂精制效果的最重要2个因素。在精制时间为30 min条件下,精制温度和剂油体积比对黏度指数的影响如图1所示。



1—剂油体积比为1:1;2—剂油体积比为1.2:1;  
3—剂油体积比为1.4:1;4—剂油体积比为1.6:1;  
5—剂油体积比为1.8:1

图1 不同剂油体积比下精制温度对黏度指数的影响

由于油品中含有较多的重组分如芳香烃、胶质等流动性较差的物质,导致油品的黏度越大,黏度指数就较低。油品的黏度指数越大,油品的黏温性能越好。由图1可知,精制温度一定时,剂油体积比从1:1增大到1.6:1的过程中,由于非理想组分逐渐溶解在溶剂中,导致再生油的黏度指数上升,说明对非理想组分的精制效果明显,使再生油质量提高。当剂油体积比大于1.6:1时,再生油的黏度指数增加趋势放缓,表明溶剂精制深度已达到理想效果,说明废润滑油中的变质烃类等非理想组分的残余量已经很少。若继续增大剂油体积比,会因为理想组分被萃取出来而使黏度指数减小。当剂油体积比一定时,黏度指数先增加后下降,在剂油体积比为1.6:1,精制温度为110℃时,黏度指数最大,说明温度升高和剂油体积比增大增加了溶剂的选择性,大部分芳香烃和胶质、沥青质等非理想组分被脱离,

(上接第87页)

- [4] 刘锦生. 高分子PEO减阻剂的应用[J]. 节能, 1989, 2: 22-25.
- [5] 蔡洁. 减阻剂的研制及应用[J]. 广东石油化工高等专科学校学报, 1999, 9(1): 35-38.
- [6] 戴福俊, 鲍旭晨, 张志恒, 等. 成品油管道应用减阻剂研究[J]. 油气储运, 2009, 28(1): 19-23.
- [7] 张秀杰. 减阻剂应用技术研究[J]. 油气储运, 2009, 10: 1-5, 18.
- [8] 富雯婷, 管民, 李惠萍, 等. 油溶性减阻剂的研究进展[J]. 辽宁化工, 2009, 01: 51-55.
- [9] Burger E D, Munk W R, Wahl H A. Flow increase in the trans alaska pipeline through use of a polymeric drag-reducing additive[J]. J

Pet Technol, 1982, 34: 2(2): 377-386.

- [10] 朱诚身. 聚合物结构分析[M]. 北京: 科学出版社, 2004.
- [11] Arranz-Andrés J, Orden M U D L, Urreaga J M, et al. Fourier Transform Infrared Spectroscopy study of polymorphism in propylene-co-1-pentene copolymers: Trigonal form identification [J]. European Polymer Journal, 2014, 63: 227-236.
- [12] 朱桂丹, 陆江银, 齐艳杰, 等. 乙烯/1-十二烯共聚物的制备及减阻性能评价[J]. 石油炼制与化工, 2015, 01: 15-19.
- [13] 牛圆圆, 王春晓, 陆江银, 等.  $\alpha$ -己烯/ $\alpha$ -辛烯/ $\alpha$ -十二烯三元聚合物特性黏数研究[J]. 石油炼制与化工, 2012, 6: 20-24.
- [14] 王春晓, 陆江银, 薄文旻, 等.  $\alpha$ -烯烃高分子减阻剂的性能研究[J]. 石油炼制与化工, 2011, 12: 68-72. ■

提高了再生油的质量。当达到一定程度时,杂质受到的影响较小,而理想组分反而开始被抽出,会影响到溶剂精制萃取,使溶剂对其他非理想组分(如稠环芳烃)的溶解能力减弱,从而导致黏度指数下降。故出现了黏度指数不升反降现象。因此从再生油黏度指数的角度考虑,最佳精制温度为 110℃,剂油体积比为 1.6:1。

单因素条件下,考察二甲基亚砷精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数的影响,采用 SPSS 软件进行线性回归,可得出精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数的回归的方程为:

$$Y_1 = 87.73 + 8.70X_1 + 0.09X_2 \quad (1)$$

式中: $Y_1$  为再生油黏度指数; $X_1$  为剂油体积比; $X_2$  为温度。

为进一步验证回归方程的显著性及其可靠性,对回归方程的方差及回归系数进行了分析。其中,精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数回归方程的方差分析结果如表 1 所示。

表 1 再生油黏度指数回归方程的方差分析结果

项目	平方和(SS)	自由度(df)	均方(MS)	F 值	显著性(Sig.)
回归	191.880	2	95.940	11.00	4.88E-4
残差	191.880	22	8.722		
总计	383.760	24			

从表 1 中可以看出,再生油黏度指数回归方程的显著性(Sig.)值为 4.88E-4 < 0.05。即精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数有显著影响,建立的回归方程有效,该回归方程可对再生油的黏度指数进行预测。

### 2.1.2 DMF 精制废润滑油研究

单因素条件下,考察  $N,N$ -二甲基甲酰胺精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数的影响,结果如表 2 所示。采用 SPSS 软件进行线性回归,可得出精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数的回归的方程:

$$Y_1 = 114.00 + 14.00X_1 + 0.096X_2 \quad (2)$$

式中: $Y_1$  为再生油黏度指数; $X_1$  为剂油体积比; $X_2$  为温度。

为进一步验证回归方程的显著性及其可靠性,对回归方程的方差及回归系数进行分析。其中,精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数回归方程的方差分析结果如表 3 所示。

表 2 不同剂油体积比下精制温度对黏度指数的影响

精制 温度/℃	黏度指数				
	0.1:1	0.3:1	0.5:1	0.7:1	0.9:1
50	107	124	127	126	124
60	111	126	129	129	127
70	118	129	133	130	129
80	117	128	129	128	126
90	115	126	128	125	122

表 3 再生油黏度指数回归方程的方差分析结果

项目	平方和(SS)	自由度(df)	均方(MS)	F 值	显著性(Sig.)
回归	438.080	2	219.040	21.407	7.79E-6
残差	228.960	22	10.407		
总计	667.040	24			

从表 3 中可以看出,再生油黏度指数回归方程的显著性(Sig.)值为 7.79E-6 < 0.05。即精制温度、剂油体积比对再生油黏度指数有显著影响,建立的回归方程有效,该回归方程可对再生油的黏度指数进行预测。回归方程中系数的显著性水平、剂油体积比的显著性水平、精制温度 B 的显著性水平分别为 3.07E-20、3.54E-6、0.47,均小于 0.05,可以认为影响因素 X 对因变量 Y 具有显著影响。

## 2.2 复合溶剂精制废润滑油研究

### 2.2.1 DMF 对 DMSO 精制的影响

在精制温度为 110℃,剂油体积比为 1.6:1 时,考察了辅助溶剂 DMF 质量分数对废润滑油精制回收油性质及收率的影响,结果如表 4 所示。

表 4 DMF 质量分数对精制回收油性质及收率的影响

项目	DMF 质量分数/%				
	0	5	10	15	20
黏度指数	117	129	132	123	117
凝点/℃	-22.7	-22.3	-21.4	-20.2	-18.7
硫质量分数/%	0.0502	0.0488	0.0482	0.0482	0.0480
残炭/%	0.578	0.567	0.561	0.557	0.553
折光率(25℃)	1.4567	1.4565	1.4564	1.4561	1.4560
色度(GB6540)	2.5	2.0	2.0	2.0	2.0
闪点(开口)/℃	218	216	215	215	214
20℃密度/(kg·m <sup>-3</sup> )	0.8461	0.8458	0.8455	0.8451	0.8449
收率/%	85.9	86.1	86.7	86.3	85.8

由表 4 可以看出,随着 DMF 质量分数的增大,精制效果变好,表现为硫质量分数减少,折光率和凝

点下降,但黏度指数和收率出现了先增大后减小现象,综合考虑,DMF的最佳质量分数为10%,在最佳条件下测得再生油的收率为86.7%,黏度指数为132,凝点为 $-21.4^{\circ}\text{C}$ ,硫质量分数为0.0482%,残炭为0.561%,折光率为1.4564,色度为2.0,闪点为 $215^{\circ}\text{C}$ , $20^{\circ}\text{C}$ 密度为 $0.8455\text{ kg/m}^3$ 。

### 2.2.2 DMSO对DMF精制的影响

在精制温度为 $70^{\circ}\text{C}$ ,剂油体积比为0.5:1时,考察了辅助溶剂二甲基亚砷质量分数对废润滑油的精制回收油性性质及收率的影响,结果如表5所示。

表5 DMSO质量分数对精制回收油性性质及收率的影响

项目	DMSO质量分数/%				
	0	5	10	15	20
黏度指数	133	135	138	137	135
凝点/ $^{\circ}\text{C}$	-12.4	-14.1	-15.6	-16.9	-17.8
硫质量分数/%	0.0464	0.0464	0.0462	0.0462	0.0460
残炭/%	0.560	0.553	0.549	0.544	0.539
折光率( $25^{\circ}\text{C}$ )	1.4569	1.4568	1.4567	1.467	1.4566
色度(GB6540)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
闪点(开口)/ $^{\circ}\text{C}$	218	217	216	216	215
$20^{\circ}\text{C}$ 密度/ $(\text{kg}\cdot\text{m}^{-3})$	0.8466	0.8466	0.8465	0.8465	0.8464
收率/%	89.8	89.5	89.3	89.2	89.2

由表5可以看出,随着DMSO质量分数的增大,精制效果变好。表现为精制油的硫质量分数、折光率和凝点下降,黏度指数先增大后减小,综合考虑,DMSO的最佳质量分数为10%,在最佳条件下测得再生油的收率为89.3%,黏度指数为138,凝点为 $-15.6^{\circ}\text{C}$ ,硫质量分数为0.0462%,残炭为0.549%,折光率为1.4567,色度为2.0,闪点为 $216^{\circ}\text{C}$ , $20^{\circ}\text{C}$ 密度为 $0.8465\text{ kg/m}^3$ 。

## 3 结论

(1)以二甲基亚砷为主溶剂和 $N,N$ -二甲基甲酰胺为助溶剂的复合溶剂对车用废润滑油进行了精制研究,通过单因素法考察了精制温度、剂油比、两溶剂复合配比对废润滑油精制效果的影响。在精制时间为30 min,精制温度为 $110^{\circ}\text{C}$ ,剂油体积比为1.6:1条件下,在DMF的质量分数为10%,所得再生油的产率为86.7%,黏度指数为132,凝点为 $-21.4^{\circ}\text{C}$ ,硫质量分数为0.0482%,残炭为0.561%,折光率为1.4564,色度为2.0,闪点为 $215^{\circ}\text{C}$ , $20^{\circ}\text{C}$ 密度为 $0.8455\text{ kg/m}^3$ ,可以满足润滑油基础油HVI105标准。

(2)以 $N,N$ -二甲基甲酰胺为主溶剂和二甲基亚砷为助溶剂的复合溶剂对车用废润滑油进行了精制研究,通过单因素法考察了精制温度、剂油体积比、两溶剂复合配比对废润滑油精制效果的影响。在精制时间为30 min,精制温度为 $70^{\circ}\text{C}$ ,剂油体积比为0.5:1条件下,在DMSO的质量分数为10%,所得再生油的产率为89.3%,黏度指数为138,凝点为 $-15.6^{\circ}\text{C}$ ,硫质量分数为0.0462%,残炭为0.549%,折光率为1.4567,色度为2.0,闪点为 $216^{\circ}\text{C}$ , $20^{\circ}\text{C}$ 密度为 $0.8465\text{ kg/m}^3$ ,可以满足润滑油基础油HVI105标准。

(3)采用SPSS软件对精制温度、剂油体积比对再生废润滑油黏度指数的影响进行回归分析,得到的回归方程的显著性(Sig.)均小于0.05,故所建立的回归方程有效。

(4)该精制工艺污染小,再生废润滑油的周期短,能耗低,再生油的性质好,具有工业化再生废润滑油的前景。再者,添加DMSO有助于提高再生废润滑油的凝点,因此再生润滑油生产厂家可根据自己需要选择合理的再生精制方法。

## 参考文献

- [1] 张贤明,卢浩闻.油水分离设备“真空洗涤”工艺实验研究[J].重庆工商大学学报:自然科学版,2013,30(5):78-80.
- [2] 刘程,石磊,荣绍丰,等.废润滑油再生的研究进展[J].润滑油,2013,28(4):57-61.
- [3] 杨宏伟,费逸伟,胡建强.国内外废润滑油的再生[J].润滑油,2006,21(6):10.
- [4] 任天辉,王大璞.废润滑油再生加工技术[J].中国资源综合利用,2000,03(2):8-12.
- [5] 谭蔚,刘丽艳,朱企新.废润滑油再生中的过滤分离工艺技术研究[J].流体机械,2003,31(7):5-7.
- [6] 张贤明,焦昭杰,李川,等.絮凝-白土复合再生废润滑油[J].环境工,2008,26(2):47-49.
- [7] 吴亮,刘莹,孙彦翔,等.环丁砜溶剂精制再生废润滑油的研究[J].应用化工,2015,44(5):858-870.
- [8] 赵琳,闫锋,郭大光,等.新型复合溶剂回收废润滑油工艺探究[J].辽宁石油化工大学学报,2013,33(2):27-31.
- [9] 李璐,郭大光,莫娅南.废润滑油再生工艺的研究[J].辽宁石油化工大学学报,2008,12(28):20-23.
- [10] 李东胜,黄亮,王雷,等.高黏度润滑油馏分油糠醛和NMP精制小试研究[J].石油化工高等学校学报,2011,24(4):47-50.
- [11] 王志远,张彦.二甲基亚砷的生产及市场分析[J].化工技术经济,2004(3):11-14.
- [12] Li J, Sun Y, Shi L. Study on removal of naphthenic acids from white oil by [BMIM]Br-AlCl<sub>3</sub> [J]. China Petroleum Processing and Petrochemical Technology, 2012, 12(4): 46-51. ■