



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **146975** (13) **U**  
(51) МПК (2021.01)  
**C10M 175/02** (2006.01)  
**C01B 32/00**  
**B01J 20/34** (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО  
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ"

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: <b>u 2020 07009</b>	(72) Винахідник(и): <b>Худоярова Ольга Степанівна (UA), Гордієнко Ольга Анатоліївна (UA), Тітов Тарас Сергійович (UA), Ранський Анатолій Петрович (UA), Коріненко Богдан Валерійович (UA), Петров Олександр Васильович (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>02.11.2020</b>	
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: <b>01.04.2021</b>	
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: <b>31.03.2021, Бюл.№ 13</b>	(73) Володілець (володільці): <b>ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, вул. Хмельницьке шосе, 95, м. Вінниця, 21021 (UA)</b>

## (54) СПОСІБ РЕГЕНЕРАЦІЇ ВІДПРАЦЬОВАНИХ МІНЕРАЛЬНИХ ОЛИВ

### (57) Реферат:

Спосіб регенерації відпрацьованих мінеральних олив (МО) включає процеси фільтрування та адсорбції. Процес адсорбції проводять при інтенсивному перемішуванні ( $n=1000-1200$  об./хв), при температурі 20-25 °С, протягом 30-60 хв. Після чого регеновану оливу відділяють фільтруванням. Як адсорбент і фільтруючу речовину використовують суміш активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К) у вагових співвідношеннях (АВ+К):(МО)=1-10:20.

UA 146975 U



Корисна модель належить до способів відновлення експлуатаційних властивостей відпрацьованих олив, а також таких, що втратили їх при транспортуванні або довгостроковому зберіганні, і може бути застосована на оливоочищувальних і регенераційних установках нафтопереробної промисловості.

5 Відомий спосіб регенерації відпрацьованих мінеральних олив з використанням синтетичних цеолітів з високою вибірковою здатністю та великою адсорбційною ємністю [Коваленко В. П. і др. Очистка нефтепродуктов от загрязнений. - М.: Недра, 1990. - С. 72-86].

Недоліком такого способу є висока вартість синтетичних цеолітів як сорбентів процесу очищення, що суттєво обмежує можливість їх широкого використання.

10 Відомий спосіб очищення/регенерації відпрацьованих олив, що включає передчасне нагрівання оливи до температури 100 °С з наступним її змішуванням із 30-50 %-ним водним розчином карбаміду у кількості, що складає 0,5-1,0 % в розрахунку на сухой карбамід від маси очищеної оливи [Патент РФ № 2078127, кл. С10М 175/02, опубл. 27.04.1997].

15 Недоліком такого способу є нагрівання оливи до температури 100 °С, що приводить як до погіршення її якості, так і до збільшення енергетичних затрат на проведення технологічного процесу. Крім того, спосіб передбачає додаткові витрати на використання карбаміду та на його утилізацію після закінчення очищення відпрацьованих олив.

20 Відомий спосіб регенерації відпрацьованих олив, що включає нагрівання, фільтрування і центрифугування, очищення розчином лугу та наступне глибоке їх очищення з використанням електроциклона, адсорбції та фільтрування на фільтрах тонкого очищення [Патент РФ № 2106398, кл. С10М 175/02, опубл. 10.03.1998].

25 Недоліком такого способу є багатостадійність технологічного процесу регенерації, що робить його економічно не вигідним. Крім того, спосіб включає технологічні стадії центрифугування, використання електроциклона та фільтрів тонкого очищення, що значно підвищує вартість отриманих регенованих олив.

30 Відомий спосіб регенерації відпрацьованих мінеральних олив, що включає їх нагрів до 90 °С, обробку водним розчином силікату або карбонату літію, натрію або калію, взятих в кількості 0,4-0,6 % від маси оливи, перемішуванням та додаванням спочатку водного розчину літієвої, натрієвої або калієвої солі перфторалкоксиперфторкарбонової кислоти в кількості 0,3-0,4 % від маси оливи, а потім водного розчину органічного катіоноактивного коагулянта, відокремленням шламу від очищеної оливи [Патент РФ № 2444563, кл. С10М 175/02, опубл. 10.03.2012].

35 Недоліком такого способу є багатостадійність технологічного процесу регенерації відпрацьованих мінеральних олив, що робить його економічно дуже затратним, а також необхідність використання значної кількості хімічних реагентів, що суттєво підвищує вартість впровадження запропонованої технології. Крім того, зазначений спосіб передбачає нагрівання на першій стадії відпрацьованої мінеральної оливи до 90 °С, що робить дану технологію енергетично затратною.

40 Відомий спосіб регенерації відпрацьованих олив, що включає їх нагрівання з водним 30-50 % мас. розчином карбаміду, 4-6 % мас. моноетаноламіну і 2-4 % мас. алюмінію хлориду, взятих в кількості 0,5-1,0 % об'ємних від загального об'єму відпрацьованої оливи [Патент РФ, № 2600726С2, кл. С10М 175/02, опубл. 27.10.2016].

Недоліком такого способу є використання великої кількості хімічних реагентів, що суттєво підвищує вартість впровадження запропонованої технології.

45 Найбільш близьким за технічною суттю та очікуваними результатами можна вважати спосіб очищення відпрацьованих мінеральних олив, що включає фільтрування оливи спочатку через сульфокатіоніт на основі поліпропіленполістирольного волокна, а потім через адсорбент, що складається із суміші зольних сфер відходів вугільних електростанцій (золи) і відходів знезалізнення води на водозаборах із швидкістю, що забезпечує час перебування оливи в зоні контакту з адсорбентом не менше 1 години. [Патент РФ, № 2337940, кл. С10G 25/02 опубл. 10.11.2008].

50 Недоліком зазначеного способу очищення/регенерації відпрацьованих мінеральних олив є складність синтезу самого сульфокатіону на основі поліпропіленполістирольного волокна (фільтруючий матеріал) та сумішного сорбенту на основі зольних сфер відходів вугільних електростанцій і відходів очищення води від катіонів заліза, а також значна енергоємність процесу, що визначається температурою її термообробки.

55 В основу корисної моделі поставлено задачу створення способу регенерації відпрацьованих мінеральних олив, в якому за рахунок введення нових сумішних сорбентів, а також параметрів і режимів процесу адсорбції досягається більш повна регенерація олив, а також зменшується 60 енергоємність процесу.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі регенерації відпрацьованих мінеральних олив (МО) останні підлягають фільтруванню та адсорбції, причому процес адсорбції проводять при інтенсивному перемішуванні ( $n=1000-1200$  об./хв.), при температурі  $20-25$  °C протягом  $30-60$  хв., після чого регеновану оливу відділяють фільтруванням, а як адсорбент і фільтруючу речовину використовують суміш активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К) у вагових співвідношеннях  $(АВ+К):(МО)=1-10:20$ .

Наводимо деякі конкретні приклади реалізації способу, що заявляється:

Приклад 1. До  $100$  г відпрацьованої мінеральної оливи (МО) I-40A додають  $10$  г сумішного сорбенту, що складається із активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К) у ваговому співвідношенні  $(АВ+К):(МО)=1:10$ . Суміш перемішують на швидкісній магнітній мішалці ( $n=1000-1200$  об./хв.), при температурі  $20-25$  °C протягом  $60$  хв. Далі суміш фільтрують і для очищеної оливи визначають основні фізико-хімічні характеристики (таблиця).

Приклад 2. До  $150$  г відпрацьованої мінеральної оливи I-40A (МО) додають  $10$  г сумішного сорбенту, що складається із активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К) у ваговому співвідношенні  $(АВ+К):(МО)=1:15$ . Суміш перемішують на швидкісній магнітній мішалці ( $n=1000-1200$  об./хв.) при температурі  $20-25$  °C протягом  $60$  хв. Далі суміш фільтрують і для очищеної оливи визначають основні фізико-хімічні характеристики (таблиця).

Приклад 3. До  $200$  г відпрацьованої мінеральної оливи I-40A (МО) додають  $10$  г сумішного сорбенту, що складається із активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К) у ваговому співвідношенні  $(АВ+К):(МО)=1:20$ . Суміш перемішують на швидкісній магнітній мішалці ( $n=1000-1200$  об./хв.) при температурі  $20-25$  °C протягом  $60$  хв. Далі суміш фільтрують і для очищеної оливи визначають основні фізико-хімічні характеристики (таблиця).

Нижче наведені посилання на методики, за якими були визначені основні фізико-хімічні характеристики досліджених індустріальних олив (таблиця).

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики індустріальної оливи I-40A

№ з/п	Найменування показника	Олива I-40A SN 300 *	Відпрацьована олива I-40A	Регенована олива			Умови регенерації	
				масове співвідношення (АВ+К):(МО)			Температура, °C	час, хв.
				1:10	1:15	1:20		
1	Кінематична в'язкість при $40$ °C, мм <sup>2</sup> /с	61-75	70	73	72	71	20-25	30-60
2	Масова частка води, % мас.	сліди	0,15	сліди	сліди	0,05	20-25	30-60
3	Кислотне число, мг КОН/г,	0,05	0,81	0,09	0,22	0,37	20-25	30-60
4	Оптична густина, D <sub>470</sub>	0,082	0,362	0,093	0,210	0,298	20-25	30-60
5	Температура спалаху відкритому тиглі, °C	220	210	220	218	212	20-25	30-60
6	Механічні домішки, % мас.	відсутні	0,23	відсутні	відсутні	відсутні	20-25	30-60
7	Густина, г/мл	0,886	0,900	0,890	0,895	0,897	20-25	30-60

- Виробник "Делфін Індастрі Україна, Чернігівська обл., ГОСТ 29799-88.

Кінематичну в'язкість визначали згідно з ДСТУ ГОСТ 33-2003 з використанням скляних капілярних віскозиметрів ВГТЖ-1 та ВПЖ-2. Кількість вимірювань складала не менше  $5$ , а різниця похибки не перевищувала  $0,3$  %.

Масову частку води визначали згідно з ГОСТ 2477-65 з використанням лабораторної установки, до складу якої входила насадка Діна-Старка, за формулою:

$$W=V \cdot \rho / m, \text{ де (1)}$$

W - вміст води, % мас.; V - об'єм води у вловлювачі, мл; ρ - густина дисперсної фази, г/мл; m - наважка оливи, взятої для визначення, г.

Кислотне число визначали згідно з ГОСТ 5985-79 прямим титруванням оливи I-40A спиртовим розчином КОН в присутні індикатору лужного блакитного 6Б за формулою:

5 
$$K=(V_1-V_2) \cdot T/m, \text{ де (2)}$$

V<sub>1</sub> - об'єм 0,05 М спиртового розчину КОН, витраченого на титрування проби, мл; V<sub>2</sub> - об'єм 0,05 М спиртового розчину КОН, витраченого на титрування контрольної проби, мл; T - титр 0,05 М спиртового розчину КОН, г/мл; m - маса проби, г.

Густина (нумеризована) згідно з ГОСТ 3900-85 з використанням пікнометрів за формулою:

10 
$$\rho_t = \left[ \frac{m_c - m_0}{(m_c - m_0) + C} \right] \cdot \left[ \frac{\rho_c}{1 - \alpha(t_c - t_t)} \right], \text{ (3)}$$

де ρ<sub>t</sub> - густина досліджуваної індустріальної оливи, г/мл;

ρ<sub>c</sub> - густина води при температурі визначення водного числа, г/мл (довідник);

t<sub>c</sub> - температура, при якій визначається водне число, °С;

t<sub>t</sub> - температура, при якій проводять визначення, °С;

15 m<sub>0</sub> - маса пустого пікнометра на повітрі, г;

m<sub>c</sub> - маса пікнометра з водою на повітрі при температурі визначення водного числа, г;

m<sub>t</sub> - маса пікнометра з оливою на повітрі при температурі дослідження, г;

C - поправка на тиск повітря, г/мл (довідник);

20 α - коефіцієнт об'ємного розширення скла, з якого виготовлено пікнометр. Різниця між паралельними дослідженнями при цьому не перевищувала 0,0004.

Оптичну густина визначали згідно з ГОСТ 24943-81 на фотоколориметрі КФК-3-01 на довжині хвилі 470 нм. За результат аналізу приймали середнє арифметичне двох паралельних визначень, розходження між якими відрізнялось не більше ніж на 10 % від середнього арифметичного значення.

25 Температуру спалаху визначали згідно з ДСТУ ГОСТ 4333:2018 з використанням приладу для визначення температури у відкритому тиглі. При цьому розбіжність між показниками випробовування не перевищувала 4 °С.

Механічні домішки визначали згідно з ГОСТ 6370-83 за формулою:

$$X = \frac{m_3}{m_3}, \text{ де (4)}$$

30 m<sub>1</sub> - маса фільтра з механічними домішками, г; m<sub>2</sub> - маса фільтра, г; m<sub>3</sub> - маса проби, г.

Результати, отримані при регенерації відпрацьованих мінеральних олив сумішними сорбентами, наведені у таблиці. Так адсорбційне очищення МО із масовим співвідношенням (АВ+К):(МО)=1:20 покращує фізико-хімічні характеристики оливи I-40A: зменшуються кислотне число у 2,2 разу, масова частка води у 3,0 рази, оптична густина у 1,2 разу; задовільними є і показники кінематичної в'язкості та температури спалаху продукту, однак сумарні показники очищеної МО поступаються таким, що характеризують "чисту" промислову оливу I-40A SN 300. У випадку адсорбційного очищення з використанням масового співвідношення (АВ+К):(МО)=1:10 отримані фізико-хімічні характеристики регеновані індустріальної оливи суттєво перевершують ті, що були отримані при використанні співвідношення (АВ+К):(МО)=1:20. У цьому випадку регенована олива лише за двома показниками: кислотним числом та оптичною густиною поступаються "чистій" оливі I-40A SN 300. Проміжні значення фізико-хімічних характеристик регенованих олив були отримані при використанні масового співвідношення (АВ+К):(МО)=1:15. Однак, не зважаючи на відмінність отриманих фізико-хімічних характеристик регенованої індустріальної оливи I-40A, що наведені у таблиці, визначальним є те, що адсорбційне очищення відпрацьованих індустріальних олив з використанням сумішних сорбентів (АВ+К) є ефективним і технологічним. Отримані регеновані оливи можна використовувати повторно для цільового призначення або виступати базовою основою у випадку додавання до них спеціальних додатків/присадок.

50 **ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ**

Спосіб регенерації відпрацьованих мінеральних олив (МО), що включає процеси фільтрування та адсорбції, який **відрізняється** тим, що процес адсорбції проводять при інтенсивному перемішуванні (n=1000-1200 об./хв), при температурі 20-25 °С, протягом 30-60 хв, після чого регеновану оливу відділяють фільтруванням, а як адсорбент і фільтруючу речовину використовують суміш активованого вугілля (АВ) та кізельгуру (К), у вагових співвідношеннях (АВ+К):(МО)=1-10:20.

