



(21) 申请号 202411008275.X

(22) 申请日 2024.07.26

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 118546112 A

(43) 申请公布日 2024.08.27

(73) 专利权人 洛阳太平洋联合石油化工有限公司

地址 471100 河南省洛阳市孟津县白鹤镇
鹤北村华阳大道113号(72) 发明人 王永刚 胡嘉 刘慧 姬鹏
王俊格 黄加磊(74) 专利代理机构 郑州芝麻知识产权代理事务
所(普通合伙) 41173

专利代理师 董晓勇

(51) Int.Cl.

C07D 307/46 (2006.01)

C10M 105/10 (2006.01)

C10M 177/00 (2006.01)

G16C 20/10 (2019.01)

G16C 20/70 (2019.01)

G06F 18/15 (2023.01)

G06F 18/22 (2023.01)

G01N 21/31 (2006.01)

G01N 21/01 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 110799631 A, 2020.02.14

CN 118225711 A, 2024.06.21

审查员 苏敬雷

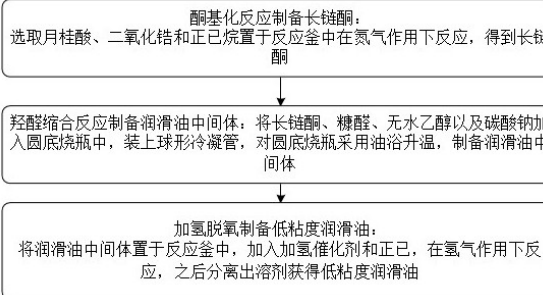
权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

一种低粘度润滑油的合成工艺

(57) 摘要

本申请涉及润滑油合成技术领域,具体涉及一种低粘度润滑油的合成工艺,包括:选取月桂酸、二氧化锆和正己烷置于反应釜中在氮气作用下反应,得到长链酮;将长链酮、糠醛、无水乙醇以及碳酸钠加入圆底烧瓶中,装上球形冷凝管,对圆底烧瓶采用油浴升温,获取长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中各采样时刻下每个扫描点的光谱数据;分析各扫描点的反射强度的分布情况,以获取反应特征,计算各扫描点的缩合反应系数,控制羟醛缩合反应时长,制备润滑油中间体;将润滑油中间体置于反应釜中,加入加氢催化剂和正己烷,在氢气作用下反应,之后分离出溶剂获得低粘度润滑油。本申请可提高润滑油的稳定性和收率。



1.一种低粘度润滑油的合成工艺,其特征在于,包括以下步骤:

选取月桂酸、二氧化锆和正己烷置于反应釜中在氮气作用下反应,得到长链酮;

将长链酮、糠醛、无水乙醇以及碳酸钠加入圆底烧瓶中,装上球形冷凝管,对圆底烧瓶采用油浴升温,获取长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中各采样时刻下每个扫描点的光谱数据;

在各采样时刻下,基于各扫描点在不同波长的反射强度的波动情况确定各扫描点的波动偏差;基于扫描点在各波长下的反射强度的差异,以及扫描点在各波长下的反射强度与在各波长下的反射强度的拟合值之间的差异,确定各扫描点的反射偏差;基于所述波动偏差及所述反射偏差确定各扫描点的像元波动判定系数;

基于各扫描点与其他扫描点的反射强度的差异情况,确定各扫描点的突显值;结合所述突显值及所述像元波动判定系数确定各扫描点的缩合反应系数,以控制羟醛缩合反应时长,制备润滑油中间体;

将润滑油中间体置于反应釜中,加入加氢催化剂和正己烷,在氢气作用下反应,之后分离出溶剂获得低粘度润滑油;

所述各扫描点的波动偏差的确定方法为:

结合各扫描点在不同波长的反射强度构建各扫描点的反射强度序列,对各扫描点反射强度序列进行非线性拟合得到各扫描点的反射强度曲线;

基于各扫描点反射强度序列的离散程度以及反射强度曲线的拟合优度确定各扫描点的波动偏差,其中,所述波动偏差与所述离散程度成正相关关系,与所述拟合优度成负相关关系;

所述各扫描点的反射偏差的表达式为:

$$C_u = \frac{1}{N} \sum_i^N \beta_{u,i} \times |q_{u,i} - \tilde{q}_{u,i}|; \text{式中, } C_u \text{ 表示当前采样时刻下扫描点 } u \text{ 的反射偏}$$

差, N 表示反射强度序列中反射强度个数, $\beta_{u,i}$ 表示扫描点 u 的反射强度序列中第 i 个反射强度局部区域内的反射强度极差,其中局部范围为距离第 i 个反射强度最近的预设数量个反射强度, $q_{u,i}$ 、 $\tilde{q}_{u,i}$ 分别表示扫描点 u 的反射强度序列中第 i 个反射强度、第 i 个反射强度在反射强度曲线上的拟合值;

所述各扫描点的像元波动判定系数为各扫描点的波动偏差与反射偏差的和值;

所述各扫描点的突显值为各扫描点与所有其他扫描点的反射强度序列之间的差异取平均值;

所述以控制羟醛缩合反应时长进一步包括:

将各扫描点的突显值与像元波动判定系数的和值作为各扫描点的缩合反应系数,获取每个采样时刻下所有扫描点的缩合反应系数的分割阈值,将缩合反应系数小于等于分割阈值的扫描点标记为各采样时刻的缩合评估点;

分析各采样时刻下所有缩合评估点的反射强度序列与选取的润滑油中间体的标准反射强度序列之间的相似度的均值,当连续多个采样时刻的所述均值均高于预设阈值时,停止羟醛缩合反应。

2.如权利要求1所述的一种低粘度润滑油的合成工艺,其特征在于,所述长链酮获取过程中反应釜内月桂酸8g~15g、二氧化锆0.2g~1g、正己烷80ml~100ml,反应釜内氮气压强为2.0MPa~4.0MPa,温度300℃~450℃,在反应釜中反应时长为2h~8h。

3.如权利要求1所述的一种低粘度润滑油的合成工艺,其特征在于,所述圆底烧瓶中长链酮1.0g~3.0g、糠醛1.0g~3.0g、无水乙醇50ml~80ml、碳酸钠0.5g~1.0g,设置油浴温度50℃~100℃。

4.如权利要求1所述的一种低粘度润滑油的合成工艺,其特征在于,所述各扫描点的反射强度序列由各扫描点在不同波长的反射强度按照波长升序排列组成。

5.如权利要求1所述的一种低粘度润滑油的合成工艺,其特征在于,所述加氢催化剂为0.1g~0.5g的镍粉,正己烷溶剂为80ml~100ml,反应釜内氢气压强为2.0MPa~4.0MPa,将反应釜升温至200℃~400℃,反应4~6h。

一种低粘度润滑油的合成工艺

技术领域

[0001] 本申请涉及润滑油合成技术领域,具体涉及一种低粘度润滑油的合成工艺。

背景技术

[0002] 低粘度润滑油是指一种具有较低运动粘度等级的润滑油,在常温下具有较低的内摩擦力从而提供更快流动性和更低的摩擦阻力,由此被用于因存在相对运动而导致摩擦的机械结构中,作为改善设备摩擦和磨损的重要手段,从而实现减小磨损、提高效率和延长寿命的目的。在现阶段的润滑油合成原料大多数依赖于不可再生的石油资源,通过烯烃的聚合反应生成润滑油,不满足当下可持续发展的理念,本方案旨在提出一种用可再生的生物质为原料制备低粘度润滑油的合成工艺。

[0003] 润滑油制备过程中以月桂酸为生物质原料,通过酮基化反应生成长链酮,再利用长链酮和糠醛进行羟醛缩合生成润滑油中间体。在传统批量化生产过程中,根据经验值设定固定的缩合反应时长。但是由于反应原料之间的细微差异,将导致固定的反应时长不能与实际反应时长相匹配,可能出现因反应时长较短而出现原料反应不完全,或者反应时长较长而出现的副产物增多,导致润滑油收率较低的情况。

发明内容

[0004] 为了解决上述技术问题,本申请提供一种低粘度润滑油的合成工艺,旨在通过分析长链酮与糠醛发生羟醛缩合反应时的特征,判断反应终止时间,得到高产率的润滑油中间体,以解决现有的问题。

[0005] 本申请的一种低粘度润滑油的合成工艺采用如下技术方案:

[0006] 本申请一个实施例提供了一种低粘度润滑油的合成工艺,包括以下步骤:

[0007] 选取月桂酸、二氧化锆和正己烷置于反应釜中在氮气作用下反应,得到长链酮;

[0008] 将长链酮、糠醛、无水乙醇以及碳酸钠加入圆底烧瓶中,装上球形冷凝管,对圆底烧瓶采用油浴升温,获取长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中各采样时刻下每个扫描点的光谱数据;

[0009] 在各采样时刻下,基于各扫描点在不同波长的反射强度的波动情况确定各扫描点的波动偏差;基于扫描点在各波长下的反射强度的差异,以及扫描点在各波长下的反射强度与在各波长下的反射强度的拟合值之间的差异,确定各扫描点的反射偏差;基于所述波动偏差及所述反射偏差确定各扫描点的像元波动判定系数;

[0010] 基于各扫描点与其他扫描点的反射强度的差异情况,确定各扫描点的突显值;结合所述突显值及所述像元波动判定系数确定各扫描点的缩合反应系数,以控制羟醛缩合反应时长,制备润滑油中间体;

[0011] 将润滑油中间体置于反应釜中,加入加氢催化剂和正己烷,在氢气作用下反应,之后分离出溶剂获得低粘度润滑油。

[0012] 进一步地,所述长链酮获取过程中反应釜内月桂酸8g~15g、二氧化锆0.2g~1g、

正己烷80ml~100ml,反应釜内氮气压强为2.0MPa~4.0MPa,温度300℃~450℃,在反应釜中反应时长为2h~8h。

[0013] 进一步地,所述圆底烧瓶中长链酮1.0g~3.0g、糠醛1.0g~3.0g、无水乙醇50ml~80ml、碳酸钠0.5g~1.0g,设置油浴温度50℃~100℃。

[0014] 进一步地,所述各扫描点的波动偏差的确定方法为:

[0015] 结合各扫描点在不同波长的反射强度构建各扫描点的反射强度序列,对各扫描点反射强度序列进行非线性拟合得到各扫描点的反射强度曲线;

[0016] 基于各扫描点反射强度序列的离散程度以及反射强度曲线的拟合优度确定各扫描点的波动偏差,其中,所述波动偏差与所述离散程度成正相关关系,与所述拟合优度成负相关关系。

[0017] 进一步地,所述各扫描点的反射强度序列由各扫描点在不同波长的反射强度按照波长升序排列组成。

[0018] 进一步地,所述各扫描点的反射偏差的表达式为:

[0019] $C_u = \frac{1}{N} \sum_i^N \beta_{u,i} \times |q_{u,i} - \tilde{q}_{u,i}|$; 式中, C_u 表示当前采样时刻下扫描点u的反射

偏差, N 表示反射强度序列中反射强度个数, $\beta_{u,i}$ 表示扫描点u的反射强度序列中第i个反射强度局部区域内的反射强度极差,其中局部范围为距离第i个反射强度最近的预设数量个反射强度, $q_{u,i}$ 、 $\tilde{q}_{u,i}$ 分别表示扫描点u的反射强度序列中第i个反射强度、第i个反射强度在反射强度曲线上的拟合值。

[0020] 进一步地,所述各扫描点的像元波动判定系数为各扫描点的波动偏差与反射偏差的和值。

[0021] 进一步地,所述各扫描点的突显值为各扫描点与所有其他扫描点的反射强度序列之间的差异取平均值。

[0022] 进一步地,所述以控制羟醛缩合反应时长进一步包括:

[0023] 将各扫描点的突显值与像元波动判定系数的和值作为各扫描点的缩合反应系数,获取每个采样时刻下所有扫描点的缩合反应系数的分割阈值,将缩合反应系数小于等于分割阈值的扫描点标记为各采样时刻的缩合评估点;

[0024] 分析各采样时刻下所有缩合评估点的反射强度序列与选取的润滑油中间体的标准反射强度序列之间的相似度的均值,当连续多个采样时刻的所述均值均高于预设阈值时,停止羟醛缩合反应。

[0025] 进一步地,所述加氢催化剂为0.1g~0.5g的镍粉,正己烷溶剂为80ml~100ml,反应釜内氢气压强为2.0MPa~4.0MPa,将反应釜升温至200℃~400℃,反应4~6h。

[0026] 本申请至少具有如下有益效果:

[0027] 本申请通过对生物质制得的长链酮与糠醛发生羟醛缩合反应生成润滑油中间体的合成过程进行监控,通过高光谱设备采集烧瓶内各个扫描点的反应情况,通过对单个扫描点的波动分析以及单个扫描点与其他扫描点差异分析得到缩合反应系数,判断单个扫描点的反应情况和干扰程度,由此利用光谱解混获得制备润滑油中间体的含量信息,根据含

量变化在时间上的分布特征判断反应终止时间。在传统的生物质低粘度润滑油的合成方式中,仅解决了润滑油大批量制造,但是因忽略原理成分的细微差异和环境波动,导致经验预设反应时长无法与实际反应状态相匹配,由此造成不同批次间润滑油稳定性较差,以及原料制备润滑油收率较低的问题,本申请通过对反应过程中的数据采集,排除反应过程中的干扰因素,能够较为准确评估反应状态,由此判定终止反应时间,以提高润滑油的稳定性和收率。

附图说明

[0028] 为了更清楚地说明本申请实施例或现有技术中的技术方案和优点,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单的介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本申请的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它附图。

[0029] 图1为本申请提供的一种低粘度润滑油的合成工艺的步骤流程图;

[0030] 图2为本申请提供的长链酮和糠醛的羟醛缩合反应的反应时长控制流程图。

具体实施方式

[0031] 为了更进一步阐述本申请为达成预定发明目的所采取的技术手段及功效,以下结合附图及较佳实施例,对依据本申请提出的一种低粘度润滑油的合成工艺,其具体实施方式、结构、特征及其功效,详细说明如下。在下述说明中,不同的“一个实施例”或“另一个实施例”指的不一定是同一实施例。此外,一或多个实施例中的特定特征、结构或特点可由任何合适形式组合。

[0032] 除非另有定义,诸如术语“包括”、“包含”或者其任何其他变体意在涵盖非排他性的包含,从而使得包括一系列要素的电路结构、物品或者设备不仅包括那些要素,而且还包括没有明确列出的其他要素,或者是还包括为这种物品或者设备所固有的要素。在没有更多限制的情况下,有语句“包括一个……”限定的要素,并不排除在包括所述要素的物品或者设备中还存在另外的相同要素。另外,本文使用的术语“和\或”包括一个或多个相关的所列项目的任一的和所有的组合。本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本申请的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。

[0033] 下面结合附图具体的说明本申请所提供的一种低粘度润滑油的合成工艺的具体方案。

[0034] 本申请一个实施例提供的一种低粘度润滑油的合成工艺,具体的,请参阅图1,包括以下步骤:

[0035] 月桂酸作为一种可再生生物质饱和脂肪酸,通过椰子油和棕榈油获取,具备较高的安全性和生物降解性,由此本申请的实施例中主要以月桂酸作为可再生生物质原料,针对长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中的时长进行自适应调节,以此合成低粘度润滑油。需要说明的是,针对长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中的时长,本申请将反应时长的控制范围设定为5h~24h。

[0036] 实施例1

[0037] 步骤 S_1 , 酮基化反应制备长链酮:

[0038] 通过计量工具称取特定的原料, 具体为: 月桂酸为8g, 二氧化锆 (ZrO_2) 为0.2g, 正己烷为80ml。将所称量原料置于反应釜中, 并且通入氮气 (N_2) 置换反应釜中的空气, 且将反应釜密封, 控制反应釜内 N_2 压强为2.0MPa, 控制温度将反应釜内温度300℃, 在反应釜中反应时长为8h。在反应结束后, 将反应釜冷却至室温并释放 N_2 , 并利用蒸馏分离溶剂, 由此根据月桂酸酮基化反应得到长链酮, 其中制备的长链酮为 C_{23} 。

[0039] 步骤 S_2 , 羟醛缩合反应制备润滑油中间体:

[0040] 称取1.0g S_1 制备的长链酮, 1.0g的糠醛, 50ml无水乙醇, 0.5g的碳酸钠 (Na_2CO_3)。将所称取原料加入圆底烧瓶中, 且装上球形冷凝管, 将圆底烧瓶采用油浴升温, 设置油浴温度为50℃。长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中的时长调控过程具体如下:

[0041] 子步骤一: 获取长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中各采样时刻下每个扫描点的光谱数据。

[0042] 为了获取在圆底烧瓶内长链酮和糠醛发生羟醛缩合反应的程度, 本实施例采用外接耐高温探头的高光谱分析仪, 利用耐高温探头采用点阵扫描的方式, 获取圆底烧瓶内混合液W个扫描点位置的高光谱数据, 在本实施例中设置 $W=25$, 设置采样间隔为30s, 也即每隔30秒对所有扫描点进行扫描一次, 得到光谱数据。在一个采样时刻下针对单个扫描点位置在采样时所对应的混合液组分是基本恒定的, 在该扫描点对应的物质信息在不同波长下的反射强度是不同的, 将各扫描点在不同波长下的反射强度, 根据波长升序进行排列构建各扫描点的反射强度序列, 由此获取需要分析的羟醛缩合反应的光谱数据, 进一步分析控制反应所需的时长。

[0043] 子步骤二: 基于各扫描点在不同波长的反射强度的波动情况确定各扫描点的波动偏差。

[0044] 在油浴环境下, 长链酮和糠醛在催化剂的作用上生成润滑油中间体, 由于该反应过程为有机的可逆反应, 因此时间过短可能导致原料反应不全可能导致原料浪费, 若反应时间过长可能导致润滑油中间体进一步反应产生其他副产物, 导致最终润滑油收率降低, 由此需要结合圆底烧瓶内羟醛缩合反应发生的情况, 自适应判断反应终止时间。

[0045] 在原料发生羟醛缩合反应过程中, 一般设置固定的油浴温度, 因此原料受分子热运动影响, 原料将较为均匀地分布在烧瓶内, 随着反应的进行, 原料会被逐渐消耗, 而产物润滑油中间体的成分会逐渐增多。针对单个扫描点的反射强度序列是多种原料光谱数据的线性叠加, 通过光谱解混可以分析得到不同组分含量的占比情况。但是在反应过程中, 原料混合液会产生一定的干扰, 如混合液内反应产生的气泡和光谱采集的环境噪声, 由此容易导致光谱解混时解混失败或解混端元偏差较大。

[0046] 由于高光谱分析仪的波长分辨率较高, 因此理想情况下针对单个扫描点像元, 在相邻波长之间的反射强度变化的差异相对较小。但是若在当前采样时刻下该扫描点刚好对应为气泡位置, 受气泡内部对波长折射散射的影响, 使得相邻波长之间反射强度变化较大, 使得该扫描点对应反射强度曲线较为粗糙, 同时采集时的环境噪声也会导致反射强度序列上反射强度变化波动较大。

[0047] 由此针对同一采样时刻下,本实施例以当前采样时刻为例进行详细阐述,根据各扫描点的反射强度序列的分布情况得到各扫描点的波动偏差。

[0048] 首先,对各扫描点反射强度序列进行非线性拟合得到各扫描点的反射强度曲线,利用各扫描点的反射强度曲线和反射强度序列,分析各扫描点在不同波长的反射强度的波动情况,确定各扫描点的波动偏差。基于各扫描点反射强度序列的离散程度以及反射强度曲线的拟合优度确定各扫描点的波动偏差,其中,所述波动偏差与所述离散程度成正相关关系,与所述拟合优度成负相关关系。

[0049] 需要说明的是,正相关关系表示因变量与自变量的变化趋势相同,因变量随着自变量的变大(变小)而变大(变小),负相关关系表示因变量与自变量的变化趋势相反,因变量随着自变量的变大(变小)而变小(变大)。优选的,本实施例中,波动偏差的计算公式具体为:

[0050] $B_u = \frac{\sigma}{\delta}$; 其中, B_u 表示当前采样时刻下扫描点u的波动偏差, σ 表示扫描点u的反射强度序列的方差, δ 表示扫描点u的反射强度曲线的拟合优度。

[0051] 若在当前采样时刻下该扫描点为真实混合液对应区域且受环境干扰较小时,得到反射强度序列在相邻波长上的波动较小,使得反射强度序列的方差较小,对反射强度序列拟合为反射强度曲线时,反射强度曲线的拟合优度较大,导致该扫描点对应的波动偏差的值较小。

[0052] 子步骤三:基于扫描点在各波长下的反射强度的差异,以及扫描点在各波长下的反射强度与在各波长下的反射强度的拟合值之间的差异,确定各扫描点的反射偏差。

[0053] 进一步,由各扫描点对应的反射强度序列和反射强度曲线得到各扫描点的反射偏差C,本实施例中,计算公式具体为:

[0054] $C_u = \frac{1}{N} \sum_i^N \beta_{u,i} \times |q_{u,i} - \tilde{q}_{u,i}|$; 式中, C_u 表示当前采样时刻下扫描点u的反射偏差, N 表示反射强度序列中反射强度个数, $\beta_{u,i}$ 表示扫描点u的反射强度序列中第i个反射强度局部区域内的反射强度极差,其中局部范围为距离第i个反射强度最近的预设数量个反射强度,本实施例中预设数量为20,需要说明的是,当反射强度的局部范围内的反射强度数量不足20时,通过均值填充法进行填充缺失值即可,具体的均值填充法的填充过程为现有技术,本实施例不再赘述, $q_{u,i}$ 、 $\tilde{q}_{u,i}$ 分别表示扫描点u的反射强度序列中第i个反射强度、第i个反射强度在反射强度曲线上的拟合值。

[0055] 若该扫描点为真实混合液区域时,在该扫描点反射强度序列上整体变化较为光滑,不会存在其他噪点,此时反射强度曲线对反射强度序列的拟合情况较好,真实反射强度和反射强度曲线上的拟合值较小,并且在单个波长的局部范围内极差较小,因此,使得该扫描点反射偏差的值较小。

[0056] 子步骤四:基于所述波动偏差及所述反射偏差确定各扫描点的像元波动判定系数。

[0057] 进一步,通过各扫描点的波动偏差B和反射偏差C得到像元波动判定系数A,本实施例中,扫描点u的像元波动判定系数 A_u 的计算公式为:

[0058] $A_u = B_u + C_u$;其中, A_u 表示在当前采样时刻下扫描点u的像元波动判定系数。

[0059] 若当前扫描点为对应混合液中的气泡区域,或采集时受环境噪声干扰较大时,此时反射强度序列整体波动较大,在反射强度序列上存在较多的噪点,导致反射强度序列拟合的像元虚线较为粗糙,使得该扫描点的拟合偏差较大,得到波动偏差的值较大,同时由于反射强度序列上噪点的存在,使得反射偏差的值较大,最终得到该扫描点的像元波动判定系数A的值较大。

[0060] 子步骤五:基于各扫描点与其他扫描点的反射强度的差异情况,确定各扫描点的突显值。

[0061] 通过子步骤四中计算得到的像元波动判定系数反映扫描点对应区域下润滑油原料的羟醛缩合情况,以及反应受干扰的程度。由于在圆底烧瓶上添加了球形冷凝管,由此通过冷凝回流的方式逐步提升原料到润滑油的收率,但是在冷凝回流时,部分原料挥发冷凝重新滴落到圆底烧瓶时,造成混合液部分区域原料混合不均匀。由此导致滴落区域的部分的原料组分浓度较高,不利于原料反应差异情况的分析。

[0062] 针对单个采样时刻下,大部分扫描点为混合均匀原料发生羟醛缩合反应的区域,因此通过单个扫描点与其他扫描点的差异情况,由此评估出该扫描点是否为真实原料羟醛缩合反应区域。

[0063] 根据各采样时刻下各扫描点与其他扫描点的反射强度序列的差异情况分析各扫描点的突显值,各扫描点的突显值为各扫描点与所有其他扫描点的反射强度序列之间的差异取平均值。

[0064] 优选的,本实施例中,当前采样时刻下扫描点u的突显值的计算公式为:

[0065] $D_u = \frac{1}{W-1} \sum_{j=1}^{W-1} DTW(Q_u, Q_j)$;其中, D_u 表示当前采样时刻下扫描点u的突

显值,W表示单个采样时刻下扫描点的个数,DTW()表示计算序列的DTW距离, Q_u 表示扫描点

u的反射强度序列, Q_j 表示在当前采样时刻下第j个扫描点的反射强度序列。需要说明的是,本实施例中采用序列之间的DTW距离来分析序列之间的差异,作为其他实施方式,实施者可自行选取其他度量方法,比如欧式距离等。

[0066] 若当前采样时刻下该扫描点对应原料混合液均匀区域时,此时该扫描点与其他扫描点的差异较小,都是反映原料发生羟醛缩合反应的状态,该扫描点对应区域原料混合液的组分与大部分区域相同,此时反射强度序列的DTW距离较小,最终得到该扫描点的突显值较小。

[0067] 子步骤六:结合所述突显值及所述像元波动判定系数确定各扫描点的缩合反应系数,以控制羟醛缩合反应时长,制备润滑油中间体。

[0068] 由各采样时刻下各扫描点的突显值和像元波动判定系数得到缩合反应系数E,同样的,以当前采样时刻为例,本实施例中表达式具体为:

[0069] $E_u = A_u + D_u$; 其中, E_u 表示在当前采样时刻下扫描点u的缩合反应系数, 每个扫描点在各采样时刻均对应一个综合确信系数。

[0070] 若当前采样时刻下, 该扫描点对应的区域为干扰区域或冷凝回流区域时, 此时得到该扫描点的反射强度序列波动较大, 得到该扫描点的像元波动判定系数的值较大, 同时由于在当前原料混合液中大部分为均匀混合液, 因此当前扫描点的与其他扫描点的差异较大, 使得该扫描点的突显值较大, 最终得到该扫描点缩合反应系数的值较大。

[0071] 由此, 针对当前采样时刻, 遍历当前采样时刻下所有扫描点的缩合反应系数, 反映对应扫描点的反应程度和干扰情况。将所有扫描点的缩合反应系数作为大津阈值法的输入, 算法输出分割阈值, 将缩合反应系数大于分割阈值的扫描点标记为干扰点, 将缩合反应系数小于等于分割阈值的扫描点标记为缩合评估点。

[0072] 通过数据库获取润滑油中间体在相同环境下的标准反射强度序列, 分析所有缩合评估点的反射强度序列与选取的标准反射强度序列之间的相似度的均值, 当连续多个采样时刻的所述均值均高于预设阈值时, 停止羟醛缩合反应。

[0073] 优选的, 本实施例中, 对上述均值进行归一化处理, 归一化处理方法有很多Z-score、最大最小归一化方法等, 本实施例中采用Z-score进行归一化处理。当连续20个采样时刻的所述均值均高于0.75时, 判断长链酮和糠醛的羟醛缩合反应基本完成, 由此终止反应。若反应时间过长可能会导致产生副产物, 降低润滑油中间体的收率。

[0074] 由此实现对反应时间的自适应控制, 当反应结束后利用蒸馏方式分离出溶剂, 得到润滑油中间体, 进入下一步反应。

[0075] 请参阅图2, 图2为长链酮和糠醛的羟醛缩合反应的反应时长控制流程图。

[0076] 步骤S₃, 加氢脱氧制备低粘度润滑油:

[0077] 本实施例中称取0.1g镍粉作为加氢催化剂, 量取80ml正己烷溶剂, 将催化剂和正己烷添加至反应釜中, 并且通入氢气(H₂)置换反应釜中的空气, 将反应釜密封, 控制反应釜内H₂的压强为2.0MPa, 将反应釜升温至200℃, 反应6h, 反应结束后, 将反应釜释放H₂并冷却至室温, 通过蒸馏分离出溶剂, 由此得到最终的低粘度润滑油。

[0078] 实施例2

[0079] 步骤S₁, 酮基化反应制备长链酮:

[0080] 本实施例中月桂酸为11g, ZrO₂为0.6g, 正己烷为90ml。将所称量原料至于反应釜, 并且通入N₂置换反应釜中的空气, 且将反应釜密封, 控制反应釜内N₂压强为3.0MPa, 反应釜内温度400℃, 反应时长为5h, 其他实施过程与实施例1的步骤S₁酮基化反应制备长链酮中相同, 在此不做重复阐述。由此根据月桂酸酮基化反应得到长链酮, 其中制备的长链酮为C₂₃。

[0081] 步骤S₂, 羟醛缩合反应制备润滑油中间体:

[0082] 本实施例中, 称取2.0g S₁制备的长链酮, 2.0g的糠醛, 65ml无水乙醇, 0.7g的Na₂CO₃, 所述油浴温度为70℃, 其他过程与实施例1中步骤S₂羟醛缩合反应制备润滑油中间

体相同,在此不做赘述。

[0083] 进一步,本实施例中针对长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中的时长调控过程,与实施例1的实施过程相同,请参见实施例1,在此不再重复阐述。当反应结束后利用蒸馏方式分离出溶剂,得到润滑油中间体。

[0084] 步骤 S_3 ,加氢脱氧制备低粘度润滑油:

[0085] 本实施例中,称取0.3g镍粉作为加氢催化剂,量取90ml正己烷溶剂,将催化剂和正己烷添加进反应釜中,并且通入 H_2 置换反应釜中的空气,将反应釜密封,控制反应釜内 H_2 的压强为3.0MPa,将反应釜升温至300°C,控制反应时长为5h,反应结束后,将反应釜释放 H_2 并冷却至室温,通过蒸馏分离出溶剂,由此得到最终的低粘度润滑油。

[0086] 实施例3

[0087] 步骤 S_1 ,酮基化反应制备长链酮:

[0088] 本实施例中月桂酸为15g, ZrO_2 为1g,正己烷为100ml。将所称量原料至于反应釜,并且通入 N_2 置换反应釜中的空气,且将反应釜密封,控制反应釜内 N_2 压强为4.0MPa,反应釜内温度450°C,反应时长为2h,其他实施过程与实施例1的步骤 S_1 酮基化反应制备长链酮中相同,在此不做重复阐述。由此根据月桂酸酮基化反应得到长链酮,其中制备的长链酮为 C_{23} 。

[0089] 步骤 S_2 ,羟醛缩合反应制备润滑油中间体:

[0090] 本实施例中称取3.0g S_1 制备的长链酮,3.0g的糠醛,80ml无水乙醇,1.0g的 Na_2CO_3 ,所述油浴温度为100°C,其他过程与实施例1中步骤 S_2 羟醛缩合反应制备润滑油中间体相同,在此不做赘述。

[0091] 进一步,本实施例中针对长链酮和糠醛的羟醛缩合反应过程中的时长调控过程,与实施例1的实施过程相同,请参见实施例1,在此不再重复阐述。当反应结束后利用蒸馏方式分离出溶剂,得到润滑油中间体。

[0092] 步骤 S_3 ,加氢脱氧制备低粘度润滑油:

[0093] 本实施例中称取0.5g镍粉作为加氢催化剂,量取100ml正己烷溶剂,均添加至反应釜中,并且通入 H_2 置换反应釜中的空气,将反应釜密封,控制反应釜内 H_2 的压强为4.0MPa,将反应釜升温至400°C,反应时长为4h。反应结束后,将反应釜释放 H_2 并冷却至室温,通过蒸馏分离出溶剂,由此得到最终的低粘度润滑油。

[0094] 对照组1

[0095] 步骤 S_1 ,酮基化反应制备长链酮: 本对照组的原料及含量均与实施例1中步骤 S_1 完全相同,反应温度时间以及具体实施的过程与实施例1的步骤 S_1 酮基化反应制备长链酮的实施过程相同,在此不在赘述。

[0096] 步骤 S_2 ,羟醛缩合反应制备润滑油中间体: 本对照组中原料及含量均与实施例1

中步骤 S_2 完全相同,但是该步骤中与实施例1中不同的是,本对照组中设置羟醛缩合反应时长为6h,其他具体的实施过程均与实施例1中步骤 S_2 完全相同,在此不在赘述。

[0097] 步骤 S_3 ,加氢脱氧制备低粘度润滑油:本对照组中步骤 S_3 的具体过程与实施1中步骤 S_3 完全一致,在此不做详细阐述。

[0098] 对照组2

[0099] 本对照组的步骤 S_1 和步骤 S_3 均与对照组1中的完全相同,具体请参见对照组1,在此不做详细阐述;

[0100] 本对照组的步骤 S_2 与对照组1中不同的是:对照组2的羟醛缩合反应时长为24h,其他实施过程与对照组1中的完全相同,在此不做详细阐述。

[0101] 为了验证本申请三个实施例的有效性,本实施例分别设置对比组1、2。设置对照组1的羟醛缩合反应时长为6h,设置对照组2的羟醛缩合反应时长为24h。由此根据国标法测定本申请三个实施例与对照组1、2所制备低粘度润滑油的性质,润滑油性质对照表具体如表一。

[0102] 表一

[0103]		40℃ 运动粘度 (mm ² /s)	100℃运 动粘度 (mm ² /s)	凝点 (℃)	倾点 (℃)	粘度指 数
	实施例1	37.5	5.9	-56	-50	125
	实施例2	38.0	6.2	-51	-47	127
	实施例3	37.8	6.0	-54	-49	125
	对照组1	40.3	6.8	-43	-40	130
	对照组2	40.0	6.9	-45	-39	135

[0104] 可以理解的是,在本申请说明书中描述的参考“一个实施例”或“一些实施例”等意味着在本申请的一个或多个实施例中包括结合该实施例描述的特定特征、结构或特点。由此,若在本说明书中不同之处出现“在一个实施例中”、“在一些实施例中”、“在其他一些实施例中”、“在另外一些实施例中”等,不是必然都参考相同的实施例,而是意味着“一个或多个但不是所有的实施例”,除非是以其他方式另外特别强调。术语“包括”、“包含”、“具有”及它们的变形都意味着“包括但不限于”,除非是以其他方式另外特别强调。

[0105] 需要说明的是,上述本申请实施例先后顺序仅仅为了描述,不代表实施例的优劣。且上述对本说明书特定实施例进行了描述。另外,在附图中描绘的过程不一定要求示出的特定顺序或者连续顺序才能实现期望的结果。在某些实施方式中,多任务处理和并行处理也是可以的或者可能是有利的。同时,实施例中各步骤的序号的大小并不意味着执行顺序的先后,各过程的执行顺序应以其功能和内在逻辑确定,而不对本说明书中实施例的实

施过程构成任何限定。

[0106] 以上实施例仅用以说明本申请的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本申请进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本申请各实施例技术方案的范围,均应包含在本申请的保护范围之内。

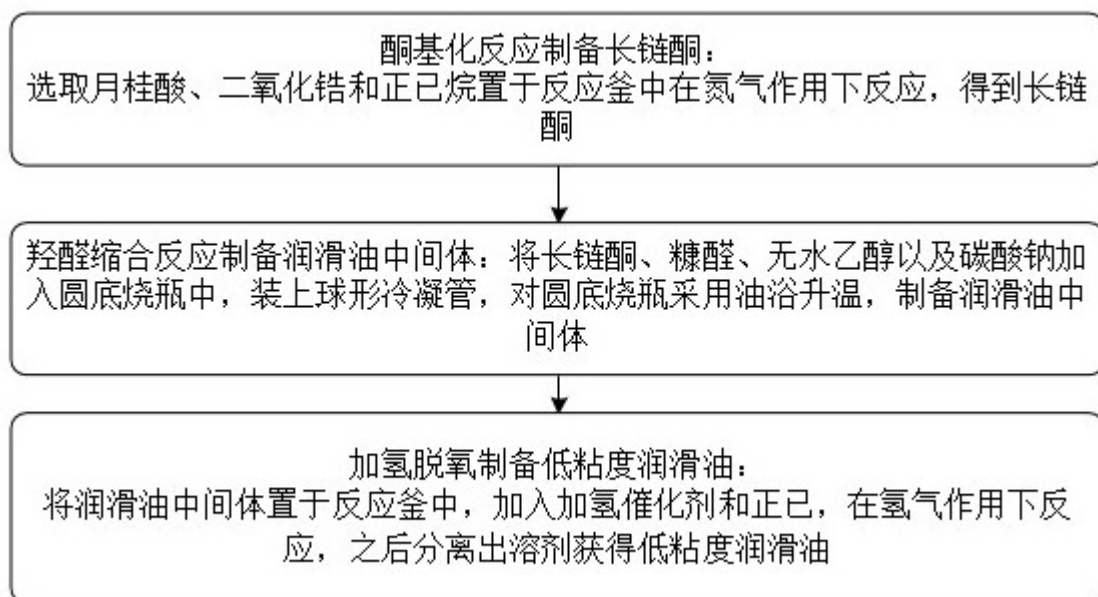


图 1

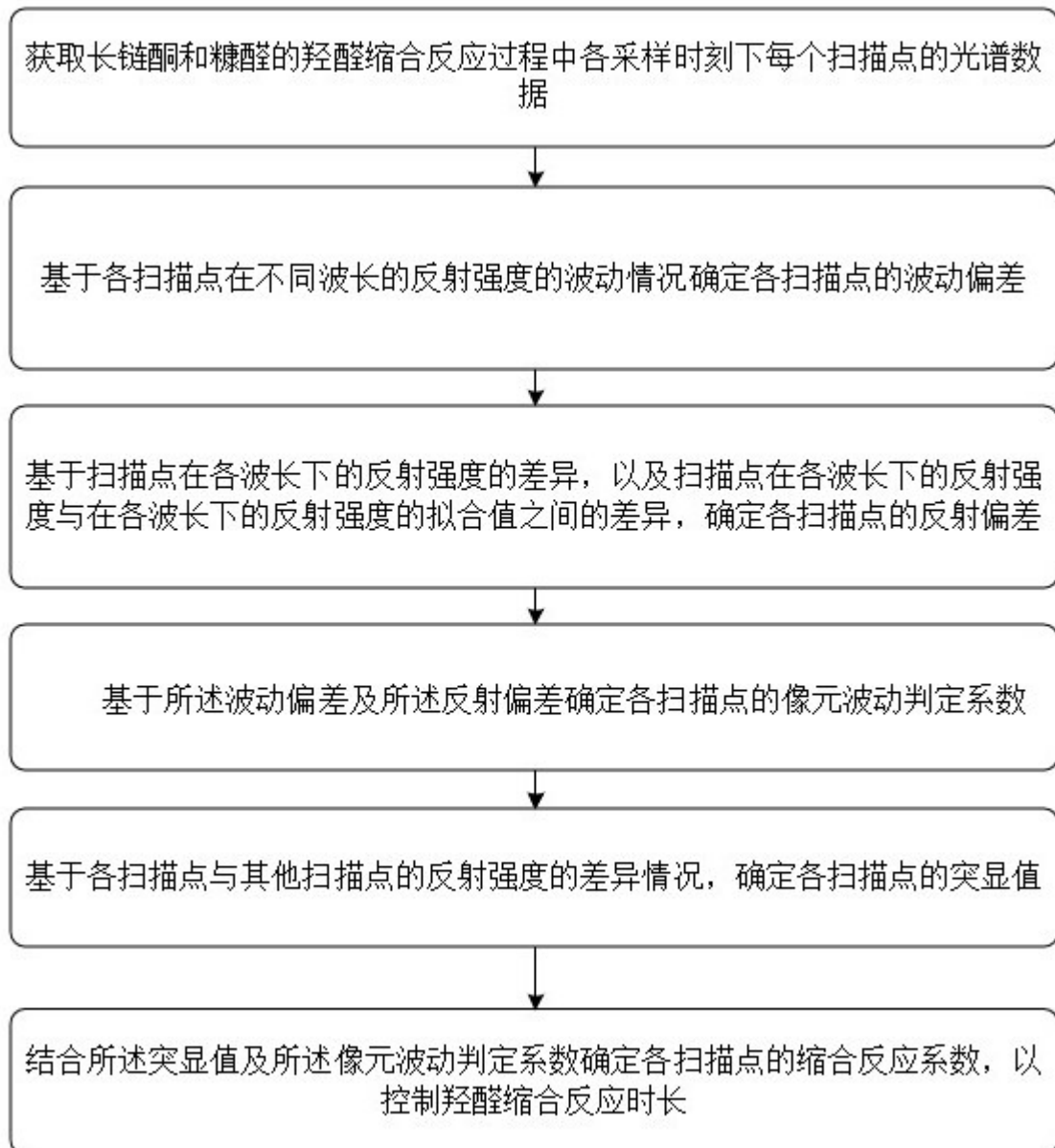


图 2