



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1888024 B

(45) 授权公告日 2010.08.25

(21) 申请号 200510080211.1

(22) 申请日 2005.06.30

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司

地址 100029 北京市朝阳区惠新东街甲 6 号

专利权人 中国石油化工股份有限公司石油  
化工科学研究院

(72) 发明人 王鲁强 郭庆洲 董维正 石亚华  
黄卫国 刘广元

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公  
司 72001

代理人 徐舒 庞立志

(51) Int. Cl.

C10G 45/12(2006.01)

(56) 对比文件

CN 1461797 A, 2003.12.17, 说明书第 1-18  
页.

EP 1106579 A1, 2001.06.13, 说明书第 1-5  
栏.

US 5986126 A, 1999.11.16, 说明书第 1-8  
栏.

CN 1382526 A, 2002.12.04, 说明书第 1-12

页.

JP 特开 2002-3439 A, 说明书第 1-22 栏.

审查员 张宪国

权利要求书 2 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

一种烃油加工方法

(57) 摘要

一种烃油加工方法,包括在氢气存在和加氢  
反应条件下,将烃油进料与一种经还原的含分子  
筛、贵金属的催化剂接触,其中所述的还原包括在  
温度为 160-550℃条件下,将所述催化剂与氢气  
和氨的混合气接触 5-30 小时,以体积计,混合气  
中氨的含量为 0.1%-10%,总压为 0.1-18MPa。本  
发明方法由于在对含分子筛、贵金属催化剂进行  
还原的同时,分子筛中的强酸中心被屏蔽。使该催  
化剂在保持较高的反应活性的同时,具有较好的  
活性稳定性。

1. 一种烃油加工方法,包括在氢气存在和烃油加氢反应条件下,将烃油进料与一种经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触,其中,所述分子筛选自具有中孔结构的 ZSM-5、ZSM-22、ZSM-23、SAPO-11、SAPO-31、SAPO-41 中的一种或几种,所述贵金属为 Pt 和 / 或 Pd,所述的还原包括在温度为 160-550℃ 条件下,将所述催化剂与氢气和氨的混合气接触 5-30 小时,以体积计,混合气中氨的含量为 0.1% -10%,总压为 0.1-18MPa。

2. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述温度为 200-480℃,时间为 8-24 小时,氨的含量为 0.5-8%,总压为 0.1-1.5MPa。

3. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述总压为 0.3-1.2MPa。

4. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述混合气与催化剂的体积比为 100-800 : 1。

5. 按照权利要求 4 所述的方法,其特征在于,所述混合气与催化剂的体积比为 200-600 : 1。

6. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在所述的接触之后,还包括采用氢吹扫的步骤,吹扫温度为 240-550℃,时间 5-30 小时。

7. 按照权利要求 6 所述的方法,其特征在于,所述吹扫温度为 280-480℃,时间 8-24 小时。

8. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在将所述烃油进料与所述经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触之前,还包括在烃油加氢反应条件下与加氢处理催化剂接触的步骤。

9. 按照权利要求 8 所述的方法,其特征在于,所述加氢处理催化剂由含或不含分子筛的耐热无机氧化物载体和负载在该载体上的钴和 / 或镍、钼和 / 或钨及氟或磷组成,以氧化物计并以催化剂为基准,钴和 / 或镍的含量为 1-8 重量%,钼和 / 或钨的含量为 10-35 重量%,以元素计,氟或磷的含量为 0-6 重量%,余量为载体。

10. 按照权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在将所述烃油进料与所述经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触之后,还包括在烃油加氢反应条件下与加氢精制催化剂接触的步骤。

11. 按照权利要求 8 所述的方法,其特征在于,在将所述烃油进料与所述经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触之后,还包括在烃油加氢反应条件下与加氢精制催化剂接触的步骤。

12. 按照权利要求 10 或 11 所述的方法,其特征在于,所述加氢精制催化剂为氧化铝或氧化硅 - 氧化铝载体负载加氢活性金属组分而成,以催化剂为基准,该催化剂含有 5-30 重量%的镍,1-10 重量%的钼,0-15 重量%的氧化硅及余量的氧化铝;或者是由氧化硅 - 氧化铝载体负载贵金属加氢活性组分而成,以催化剂为基准,贵金属含量为 0.1-5 重量%,余量为载体。

13. 按照权利要求 1、8、10 或 11 所述的方法,其特征在于,所述烃油加氢反应条件包括反应温度为 150-500℃,氢分压为 1-25MPa,液体体积空速为 0.2-5 小时<sup>-1</sup>,氢油体积比为 80-2000。

14. 按照权利要求 13 所述的方法,其特征在于,所述加氢反应条件包括反应温度为 180-420℃,氢分压为 4-18MPa,液体体积空速为 0.2-3.5 小时<sup>-1</sup>,氢油体积比为 100-1500。

15. 按照权利要求 1、8、10 或 11 所述的方法,其特征在于,所述烃油进料为汽油、柴油、润滑油馏分油或溶剂脱沥青油中的一种或几种。

16. 按照权利要求 1 或 8 所述的方法,其特征在于,所述与经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触的烃油进料中的硫含量小于  $500\ \mu\text{g/g}$ ,氮含量小于  $20\ \mu\text{g/g}$ 。

17. 按照权利要求 16 所述的方法,其特征在于,在所述烃油进料中的硫含量小于  $100\ \mu\text{g/g}$ ,氮含量小于  $10\ \mu\text{g/g}$ 。

## 一种烃油加工方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种烃油加工方法,更具体地说涉及一种在氢和含分子筛、贵金属催化剂存在下的烃油加工方法。

### 背景技术

[0002] 第 VIII 族的贵金属因其具有优异的加氢催化活性、特别是在较低的反应温度下活性高,常作为加氢活性组分用来制备各类用于烃加工的加氢催化剂。

[0003] 例如, U. S. Patent No. 5, 246, 566 公开了一种生产低倾点优质润滑油基础油的方法,该方法包括含蜡原料在具有短轴为 4.2-4.8 Å、长轴为 5.4-7.0 Å 的一维椭圆孔结构的分子筛催化剂上异构化,催化剂含有至少一种第 VIII 族金属,适用的分子筛包括 SAPO-11、SAPO-31、SAPO-41、ZSM-22、ZSM-23 和 ZSM-35,反应压力为 0.1-20 兆帕,所用催化剂还含有多孔性基质材料,如氧化硅、氧化铝、氧化钛、氧化镁、氧化硅-氧化铝、氧化硅-氧化镁、氧化硅-氧化锆、氧化硅-氧化钪、氧化硅-氧化铍、氧化硅-氧化钛、氧化硅-氧化锆、氧化钛-氧化锆、氧化硅-氧化铝-氧化钪、氧化硅-氧化铝-氧化钛、氧化硅-氧化铝-氧化镁、氧化硅-氧化铝-氧化锆。此外,为提高催化剂异构化反应选择性,优选的实施方案中催化剂含有第 IIA 族金属。

[0004] CN 1225113A 公开了一种润滑油烃类加工的方法,该方法包括一系列的步骤:为了除去杂原子和至少一部分芳烃化合物的加氢处理,接着是芳烃饱和、异构化和使 VI 值升高的加氢处理/加氢裂化,接着是为了脱除石蜡的加氢异构化,最后是使润滑油增加稳定性的加氢精制,改进的方法涉及第二阶段加氢裂化,它包括:在反应器中的第一催化剂和按层分布在其上的第二催化剂,所述的第一催化剂包括一种异构化脱蜡催化剂;和在所述的反应器中第二催化剂层分布在第一催化剂顶部,所述的第二催化剂选自贵金属无定形催化剂、贵金属加氢裂化催化剂或其混合物,其中对于基础润滑油的制备来说,在恒定的 VI 值下,与仅装填有所述的第一催化剂的单一反应器相比,所述的第一和第二催化剂组合可获得较长的催化剂寿命,具有较高的活性和较高的收率。

[0005] 一般而言,贵金属催化剂的加氢活性与贵金属的存在状态有关,顺序为:还原态>氧化态。因此,这类催化剂在使用前需要进行还原,以使贵金属由氧化态转化为还原态。

[0006] 在氢气存在下,氧化态的贵金属容易被还原。关于负载型贵金属催化剂的制备与还原方法的报道很多,例如,在 CN85102710A, CN85100215A, CN85108492A, US5391291 中分别给出了这种方法,这里不赘述。

[0007] 众所周知,含分子筛的负载型贵金属催化剂,在用于临氢烃转化反应的初期处于一种不稳定的高活性状态,常导致烃类的过度裂化反应。由于加氢裂化属放热反应,过度的加氢裂化反应产生的热量使催化剂床层局部过热或飞温,从而造成反应装置不能稳定操作、催化剂积炭和失活。为解决这个问题,常用的方法是在反应初期向反应介质中引入氨和/或氨的前身物以屏蔽催化剂中的强酸中心。

[0008] US 6, 416, 654 公开了一种控制异构脱蜡过程稳定性的方法。所用催化剂为含

Beta 沸石和 0.01-2(重量)% 贵金属催化剂。该方法通过向反应器中注入足够量的氨气与催化剂接触,以使脱蜡反应器内的反应温度保持在 482℃ 以下。

[0009] US 5,888,377 公开了一种采用含沸石加氢裂化催化剂的两段加氢裂化开工方法。该开工方法包括以下步骤:a) 将富氢循环气循环入第二段反应区,逐渐提高反应器入口温度;b) 在循环气中注入氨,注入氨的速度以满足当第二段反应器入口温度达到 176℃ 时,循环气中氨的浓度大于 500ppm;c) 升高反应温度,同时将指定原料油通入第二反应器,使进料的转化率达到至少 40%;d) 通过减少注入氨的量,降低第二反应器入口氨的浓度。

[0010] US 4,428,825 公开了一种润滑油加氢精制的改进方法,包括在外加氨或氨的前身物存在下,采用含有脱蜡分子筛组分的催化剂进行催化脱蜡。

[0011] 在现有烃油加工方法中,通过注入氨或氨的前身物,可在一定程度上抑制含分子筛催化剂开工初期发生过度裂化反应,使反应在可控制的状态下进行。但缺点是,为了使催化剂达到氨吸附平衡,含氨或氨的前身物的循环气或循环油的循环量大,开工周期长;同时催化剂初期活性低,活性恢复慢。

## 发明内容

[0012] 本发明的目的是在现有技术的基础上,提供一种新的在氢和含贵金属、分子筛催化剂存在下的烃油加工方法。

[0013] 本发明提供的方法包括在氢气存在和烃油加氢反应条件下,将烃油进料与一种经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触,其中所述的还原包括在温度为 160-550℃ 条件下,将所述催化剂与氢气和氨的混合气接触 5-30 小时,以体积计,混合气中氨的含量为 0.1%-10%,总压为 0.1-18MPa。

[0014] 本发明方法由于在对含分子筛、贵金属催化剂进行还原的同时,分子筛中的强酸中心被屏蔽。使该催化剂在保持较高的反应活性的同时,具有较好的活性稳定性,克服了现有方法开工周期长;同时催化剂初期活性低,活性恢复慢的不足。

[0015] 例如,对于同一种润滑油异构降凝催化剂,按照本发明提供方法加工一种硫含量为 10 μg/g、氮含量为 4.5 μg/g、倾点为 18℃ 的原料油,在反应进行 16 和 350 小时分别取样分析,生成油中基础油收率分别为 78% 和 78.5%,倾点为 -27℃ 和 -24℃;而按对比例方法,在反应进行 16 和 350 小时分别取样分析,生成油中基础油收率分别为 77% 和 76%,倾点均仅为 -21℃。上述反应中,两种方法中的反应压力、空速相同,但本发明方法中的反应温度仅为 350℃,而对比例方法则为 360℃。

## 具体实施方式

[0016] 按照本发明提供方法,所述含分子筛、贵金属催化剂与氢气和氨的混合气接触温度优选为 200-480℃,时间优选为 8-24 小时;混合气中氨的含量优选为 0.5-8%,总压优选为 0.1-1.5MPa,进一步优选为 0.3-1.2MPa。

[0017] 所述含分子筛、贵金属催化剂与氢气和氨的混合气的接触可以在专用的催化剂还原装置中进行,也可以在反应器中原位进行。所述混合气的用量优选使其与催化剂的体积比为 100-800:1,进一步优选为 200-600:1。当还原在专用的催化剂还原装置中进行时,经降温后得到还原催化剂;当反应在反应器中进行时,经调节温度、压力后,直接通入原

料油进行反应。

[0018] 按照本发明提供方法,在所述含分子筛、贵金属催化剂与所述的混合气接触后,还包括一个用氢气吹扫的步骤,吹扫温度为 240-550℃、优选为 280-480℃,吹扫时间为 5-30 小时、优选为 8-24 小时。

[0019] 按照本发明提供方法,所述含分子筛、贵金属催化剂视不同的烃油加工过程可以不同,对此,本发明没有限制。例如,在以加氢转化烃油中的蜡组分为目的的烃油加工方法中,所述催化剂选自脱蜡催化剂、烷烃异构化催化剂和异构降凝催化剂中的一种或几种。这类催化剂所含贵金属为 Pt 和 / 或 Pd,所含分子筛通常选自具有中孔结构的 ZSM-5、ZSM-22、ZSM-23、SAPO-11、SAPO-31、SAPO-41 中的一种或几种。

[0020] 按照本发明提供方法,在烃油进料与所述含分子筛、贵金属的催化剂接触之前或之后,可包括一个或多个与其它催化剂接触的步骤,以达到烃油加工过程的不同预期目的。

[0021] 以制备优质润滑油基础油的方法为例,按照本发明提供的方法包括以下步骤:a) 在加氢处理反应区,将烃油进料首先与加氢处理催化剂接触,制备一种加氢处理了的油;b) 在脱蜡反应区,将加氢处理后的原料油与本发明所述的经还原的含分子筛、贵金属的催化剂接触,其中所述的还原包括在温度为 160-550℃ 条件下,将所述催化剂与氢气和氨的混合气接触 5-30 小时,以体积计,混合气中氨的含量为 0.1%-10%,总压为 0.1-18MPa;c) 在加氢精制区,将脱蜡油与加氢精制催化剂接触。

[0022] 按照本发明提供的方法,当包括有加氢处理反应步骤时,加氢处理反应步骤中所涉及催化剂为本领域中熟知的加氢处理催化剂。这类催化剂通常由含或不含分子筛的耐热无机氧化物载体和负载在该载体上的钴和 / 或镍、钼和 / 或钨及氟或磷组成。其中,所述各组分的含量为常规含量,以氧化物计并以催化剂为基准,优选含有 1-8 重量%的钴和 / 或镍,10-35 重量%的钼和 / 或钨,以元素计,0-6 重量%的氟、磷和硼中的一种或几种助剂组分,余量为载体。

[0023] 加氢处理催化剂中所述的耐热无机氧化物选自常用作催化剂载体和 / 或基质的各种耐热无机氧化物中的一种或几种。例如,可选自氧化铝、氧化硅、氧化钛、氧化镁、氧化硅-氧化铝、氧化铝-氧化镁、氧化硅-氧化镁、氧化硅-氧化锆、氧化硅-氧化钽、氧化硅-氧化铍、氧化硅-氧化钛、氧化硅-氧化锆、氧化钛-氧化锆、氧化硅-氧化铝-氧化钽、氧化硅-氧化铝-氧化钛、氧化硅-氧化铝-氧化镁、氧化硅-氧化铝-氧化锆、天然沸石、粘土中的一种或几种。优选为氧化铝和 / 或氧化硅。

[0024] 当所述加氢处理催化剂中含有分子筛时,所述的分子筛选自沸石或非沸石型分子筛中的一种或几种,优选孔直径为 0.6-0.8 纳米的分子筛,如选自 L 沸石、Y 型沸石、X 型沸石、Beta 沸石、丝光沸石、ZSM-3、ZSM-4、ZSM-18、ZSM-20、SAPO-5 中的一种或几种,进一步优选为 Y 型分子筛,更为优选经水热方法超稳化的 Y 型分子筛。

[0025] 按照本领域中的常规方法,所述加氢处理催化剂在使用之前,通常可在氢气存在下,于 140-370℃ 的温度下用硫、硫化氢或含硫原料进行预硫化,这种预硫化可在器外进行也可在器内原位硫化,将其转化为硫化物型。

[0026] 按照本领域中的常规方法,当包括有加氢精制反应步骤时,加氢精制反应步骤中所涉及催化所述催化剂为常规加氢精制催化剂,其类型或组成同样为本领域所共知。例如, CN 1140748A 公开的一种负载在氧化铝或氧化硅-氧化铝载体上的非贵金属催化剂。

该催化剂含有 5-30 重量%的镍,1-10 重量%的钼,0-15 重量%的氧化硅及余量的氧化铝;CN1510112A 公开的一种金属型芳烃饱和催化剂,该催化剂包括一种多孔性氧化硅-氧化铝在内的载体负载加氢活性组分而成,其中,以催化剂为基准,贵金属含量优选为 0.1-5 重量%,余量为载体。关于这些催化剂的详情及其制备方法,在相关专利中已详细披露,此处不再赘述。

[0027] 按照本发明提供方法,其中所述烃油加氢反应条件为本领域所公知。一般地,优选反应温度为 150-500℃、进一步优选为 180-420℃,氢分压优选为 1-25MPa、进一步优选为 4-18MPa,液体体积空速优选为 0.2-5 小时<sup>-1</sup>、进一步优选为 0.2-3.5 小时<sup>-1</sup>,氢油体积比优选为 80-2000,进一步优选为 100-1500。

[0028] 按照本发明提供方法,对所述与含分子筛、贵金属的脱蜡催化剂接触的烃油进料中的硫、氮含量没有限制,优选其中的硫含量小于 500 μg/g,氮含量小于 20 μg/g;进一步优选硫含量小于 100 μg/g,氮含量小于 10 μg/g。

[0029] 本发明提供方法适合用来加工各种烃油原料,如源自原油的各种馏分的馏分油、脱沥青油、循环油、合成油中的一种或几种。特别是当催化剂为含有选自具有中孔结构的 ZSM-5、ZSM-22、ZSM-23、SAPO-11、SAPO-31、SAPO-41 中的一种或几种分子筛时,本发明方法特别特别适用于含蜡原料油的加氢脱蜡。

[0030] 下面的实例将对本发明做进一步说明。

[0031] 实例 1

[0032] 本实例说明本发明提供的方法及其效果。

[0033] 按照 CN 1382526 实例 6 方法制备催化剂 A,其组成为:SAPO-11 分子筛含量为 75% (重量),以元素计铂含量 0.3%,其余是氧化铝。

[0034] 将 100 毫升催化剂 A 装填于固定床加氢反应器中,以 10℃ / 分钟的速度温度升温至 450℃,通入氨气与氢气的混合气,混合气中氨含量为 0.5 体积%,总压为 1MPa,气剂体积比 300 : 1,时间为 20 小时;将混合气切换为新氢,在氢压为 1MPa、气剂体积比为 300 : 1、450℃下吹扫 6 小时,该催化剂记为 A1;降温至 350℃、氢压升至 15MPa 后通入原料油 1 (原料油性质见表 1) 进行反应,氢油比为 300 : 1,空速为 1 小时<sup>-1</sup>;分别在反应进行 16 小时、350 小时取样,油样减压蒸馏,以 > 320℃的馏分油与原料油的进料量之比的百分数计算润滑油基础油收率,并测定 > 320℃的馏分油倾点,结果见表 2。

[0035] 对比例 1

[0036] 将 100 毫升催化剂 A 装填于固定床加氢反应器中,以 10℃ / 分钟的速度温度升温至 450℃,通入氢气,控制氢分压 1MPa,气剂体积比 300 : 1,时间 20 小时,该催化剂记为 B1;降温至 350℃、氢压升至 15MPa 后,通入原料油 1 (原料油性质见表 1) 进行反应,氢油比为 300 : 1,空速为 1 小时<sup>-1</sup>;分别在反应进行 16 小时、350 小时取样,油样减压蒸馏,> 320℃的润滑油基础油的收率和倾点列于表 2 中。

[0037] 对比例 2

[0038] 按对比例 1 方法将催化剂 A 还原,得到催化剂 B1;按 US 4,428,825 所提供的方法将催化剂 B1 与含三正丁胺 0.004 重量%的原料油 1 接触,控制催化剂床层温度为 350℃,氢分压 15MPa,氢油比为 300 : 1,空速为 1 小时<sup>-1</sup>,通油时间为 20 小时;升温至 360℃,将进料切换为不含三正丁胺的原料油 1,氢油比为 300 : 1,空速为 1 小时<sup>-1</sup>;反应进行 16 小时、

350 小时后取样 ;油样减压蒸馏, > 320℃的润滑油基础油的收率和倾点列于表 2 中。

[0039] 表 1

| 项目                | 原料 1 | 原料 2 | 原料 3 | 原料 4  |
|-------------------|------|------|------|-------|
| 硫 $\mu\text{g/g}$ | 10   | < 10 | < 10 | 11000 |
| 氮 $\mu\text{g/g}$ | 4.5  | < 2  | < 2  | 336   |
| 倾点℃               | 18   | 36   | 44   | 48    |
| 馏程%               |      |      |      |       |
| 5%                | 298  | 167  | 183  | 434   |
| 50%               | 443  | 478  | 512  | 532   |

[0040] 表 2

| 实例            | 1   |      | 对比例 1 |     | 对比例 2 |     |
|---------------|-----|------|-------|-----|-------|-----|
| 催化剂           | A1  |      | B1    |     | B2    |     |
| 运转时间, h       | 16  | 350  | 16    | 150 | 16    | 350 |
| 反应温度, °C      | 350 | 350  | 350   | 350 | 360   | 360 |
| >320℃基础油收率, % | 78  | 78.5 | 58    | 77  | 77    | 76  |
| 倾点, °C        | -27 | -24  | -36   | -12 | -21   | -21 |

[0041] 表 2 给出的结果可以说明,本发明提供方法,在保持催化剂反应初期具有较高的活性外,同时具有较好的活性稳定性。

[0042] 实例 2

[0043] 本实例说明本发明提供的方法。

[0044] 将 100 毫升催化剂 A 装填于固定床加氢反应器中,以 10℃ / 分钟的速度温度升温至 420℃,通入氨气与氢气的混合气,氨气占总量的 1 体积%,总压为 0.5MPa,气剂比 400 : 1(体积比),气体通入时间 20 小时;之后降温至 380℃采用新氢吹扫 15 小时,该催化剂记为 A2;进一步降温至 360℃、氢压升至 10MPa 后通入原料油 2(原料油性质见表 1) 进行反应,氢油比为 400 : 1,空速为 0.84 小时<sup>-1</sup>;分别在反应进行 16 小时、350 小时取样,油样减压蒸馏,以 > 320℃的馏分油与原料油的进料量之比的百分数计算润滑油基础油收率,测定 > 320℃的馏分油倾点,结果见表 3。

[0045] 实例 3

[0046] 本实例说明本发明提供的方法。

[0047] 将 100 毫升催化剂 A 装填于固定床加氢反应器中,以 10℃ / 分钟的速度温度升温至 380℃,通入氨气与氢气的混合气,氨气占总量的 5 体积%,总压为 0.5MPa,气剂比 500 : 1(体积比),气体通入时间 10 小时;之后采用新氢吹扫 20 小时,该催化剂记为 A3;

降温至 365℃、氢压升至 8MPa 后通入原料油 3(原料油性质见表 1) 进行反应, 氢油比为 500 : 1, 空速为 0.7 小时<sup>-1</sup>。分别在反应进行 16 小时、350 小时取样, 油样减压蒸馏, 以 > 470℃ 的馏分油与原料油的进料量之比的百分数计算润滑油基础油收率, 测定 > 470℃ 的馏分油倾点, 结果见表 3。

[0048] 表 3

|                | 实例 2 |     | 实例 3 |     |
|----------------|------|-----|------|-----|
| 运转时间, h        | 16   | 350 | 16   | 350 |
| 反应温度, °C       | 360  | 360 | 365  | 365 |
| >320℃ 基础油收率, % | 73   | 71  | /    | /   |
| >470℃ 基础油收率, % | /    | /   | 45   | 44  |
| 产品倾点, °C       | -24  | -24 | -18  | -20 |

[0049] 表 3 给出的结果进一步说明本发明方法具有较高的反应活性与稳定性。

## [0050] 实例 4

[0051] 本实例说明本发明提供的方法。

[0052] 将原料 4 首先通入加氢处理反应器(催化剂装量为 200ml) 与加氢处理催化剂接触, 加氢处理催化剂为 RL-1 工业剂(长岭炼油厂催化剂厂产品)。

[0053] 在通入原料油前, 催化剂首先在氢气存在下, 于压力 12MPa、290℃ 的温度用含 2 重量% CS<sub>2</sub> 的煤油进行预硫化, 硫化煤油的空速 1.0h<sup>-1</sup>, 硫化时间 10 小时。之后切换为原料 4, 反应压力 12MPa, 温度 360℃, 空速 0.6h<sup>-1</sup>, 生成油进行气提, 其物化性质见表 4; 以此为原料, 采用实例 3 相同催化剂(催化剂用量、还原条件与实例 3 完全相同) 对其进行加氢脱蜡, 反应条件为: 反应温度 365℃, 氢分压 12.0MPa, 氢油 500 : 1, 空速为 0.7 小时<sup>-1</sup>, 反应进行 16 小时后取样分析, 油样减压蒸馏, 以 > 470℃ 的馏分油与原料油的进料量之比的百分数计算润滑油基础油收率, 测定 > 470℃ 的馏分油倾点, 芳烃, 结果见表 5。

[0054] 表 4

|        |     |
|--------|-----|
| 项目     |     |
| 硫 μg/g | 18  |
| 氮 μg/g | 2   |
| 倾点 °C  | 44  |
| 馏程 %   |     |
| 5%     | 176 |
| 50%    | 503 |

[0055] 表 5

| 项目             |     |
|----------------|-----|
| > 470℃基础油收率, % | 51  |
| 产品倾点, °C       | -21 |
| 芳烃含量, %        | 5   |

[0056] 实例 5

[0057] 以实例 4 两步反应后的产品油为原料, 将其通入加氢精制反应器 ( 催化剂装量为 100ml ) 与加氢精制催化剂接触, 加氢精制催化剂为 RLF-10<sup>L</sup> 工业剂 ( 长岭炼油厂催化剂厂产品 ) 。所述加氢精制催化剂在使用之前, 首先在氢气存在下进行还原, 压力为 12MPa, 温度为 450℃, 还原时间为 5 小时。之后通入原料油, 加氢精制反应压力为 12MPa, 温度为 210℃, 原料油空速为 1.0h<sup>-1</sup>, 反应进行 16 小时后取样分析, 结果列于表 6。

[0058] 表 6

| 项目             |     |
|----------------|-----|
| > 470℃基础油收率, % | 51  |
| 产品倾点, °C       | -21 |
| 芳烃含量, %        | < 1 |

[0059] 结果表明, 通过加氢精制可使油品中的芳烃得以脱除。可见, 对于以生产如食品级白油为目的的烃油加工过程而言, 加氢精制是一个不可缺少的步骤。