

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C10G 65/04

C10G 2/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03823986.8

[43] 公开日 2005 年 10 月 26 日

[11] 公开号 CN 1688674A

[22] 申请日 2003.9.9 [21] 申请号 03823986.8

[30] 优先权

[32] 2002.10.8 [33] US [31] 10/268,391

[86] 国际申请 PCT/US2003/028334 2003.9.9

[87] 国际公布 WO2004/033595 英 2004.4.22

[85] 进入国家阶段日期 2005.4.8

[71] 申请人 埃克森美孚研究工程公司

地址 美国新泽西州

[72] 发明人 A·R·毕晓普 W·B·杰内蒂

N·M·佩奇 L·L·安塞尔

J·W·约翰逊

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 林柏楠 刘金辉

权利要求书 3 页 说明书 19 页

[54] 发明名称 源自费-托蜡的重质润滑油

[57] 摘要

一种重质润滑油基础料，通过如下制得：(a) 由天然气制备合成气，(b) 在有效合成于所述重质润滑油范围内沸腾的含蜡烃的反应条件下，将所述气体中的 H₂ 和 CO 在钴费-托催化剂的存在下反应，所述含蜡烃在至少两个步骤中加氢脱蜡，在所述步骤间分离和除去较轻物质。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种由费-托蜡制备重质润滑油基础料的多步方法,其包括在第一加氢脱蜡步骤中将所述蜡加氢脱蜡以制备包含部分脱蜡的重质润滑油馏分的异构化物,然后在一个或多个相继的加氢脱蜡步骤中将所述重质润滑油馏分加氢脱蜡,在所述步骤间除去在所述重质润滑油馏分以下沸腾的烃,以形成所述重质润滑油基础料,其中所述加氢气脱蜡是在氢气和通过异构化进行脱蜡的加氢脱蜡催化剂存在下实现的。

2. 根据权利要求1的方法,其中所述重质润滑油基础料具有比所述蜡中所述重馏分低的浊点和倾点。

3. 根据权利要求1或2的方法,其中所述重质润滑油馏分的初沸点为至少 850 °F (454 °C)。

4. 根据前述任一权利要求的方法,其中所述重质润滑油基础料的初沸点为 850~1000 °F (454~538 °C)。

5. 根据前述任一权利要求的方法,其中在所述一个或多个相继的加氢脱蜡步骤中进行加氢脱蜡的所述部分脱蜡的重质润滑油馏分包含小于 25wt%的较低沸点烃。

6. 根据前述任一权利要求的方法,其中所述重质润滑油基础料已经被加氢精制和可选择地除雾。

7. 根据前述任一权利要求的方法,其中所述重质润滑油基础料与一种或多种润滑油添加剂组合以形成润滑油。

8. 根据前述任一权利要求的方法,其中所述润滑油基础料具有高于 1050 °F (566 °C) 的终沸点和不大于 75 °F (24 °C) 的浊点。

9. 根据前述任一权利要求的方法,其中所述催化剂包含加氢组分、固体酸性组分和粘结剂。

10. 根据权利要求9的方法,其中所述固体酸性组分选自 ZSM-23、ZSM-35、ZSM-48、ZSM-57、ZSM-22、 β 沸石、丝光沸石、稀土离子交换镁碱沸石、氧化铝、无定形氧化硅及其混合物。

11. 根据权利要求 9 或 10 的方法, 其中所述加氢组分包含至少一种 VIII 族金属组分。

12. 根据权利要求 9~11 中任一项的方法, 其中所述粘结剂选自沸石、粘土、氧化硅、氧化铝、金属氧化物、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-二氧化钛、氧化硅-氧化铝-氧化钪、氧化硅-氧化铝、氧化锆、氧化硅-氧化铝-氧化镁、氧化硅-氧化镁-氧化锆及其混合物。

13. 根据权利要求 10~12 中任一项的方法, 其中所述沸石组分包含 ZSM-48 沸石。

14. 根据权利要求 11~13 中任一项的方法, 其中 VIII 族金属为贵金属。

15. 根据权利要求 14 的方法, 其中所述贵金属为 Pt 和 Pd 中的至少一种。

16. 根据权利要求 10~15 中任一项的方法, 其中在至少一个所述步骤中所述催化剂沸石组分包含 ZSM-48。

17. 一种方法, 其包括 (a) 由天然气制备包含 H_2 和 CO 混合物的合成气, (b) 在所述 H_2 和 CO 有效反应并形成包含在重质润滑油范围内沸腾烃的含蜡烃的反应条件下, 将所述合成气与钴费-托烃合成催化剂接触, (c) 将至少一部分所述含蜡烃供至加氢脱蜡改质设备中, 在那里所述含蜡烃 (i) 在第一加氢脱蜡步骤中在加氢脱蜡催化剂和氢气存在下加氢脱蜡, 以制备包含部分脱蜡的重质润滑油馏分和较低沸点烃的异构化物, (ii) 分离所述部分脱蜡的重质润滑油馏分和较低沸点烃, 和 (ii) 在一个或多个相继的加氢脱蜡步骤中将所述被分离的重质润滑油馏分加氢脱蜡, 在所述步骤间除去在所述重质润滑油馏分以下沸腾的烃, 以形成重质润滑油基础料, 其中在至少一个加氢脱蜡步骤中使用包含沸石组分和贵金属加氢组分的加氢脱蜡催化剂。

18. 根据权利要求 17 的方法, 其中所述 (b) 中形成的含蜡烃在供入所述加氢脱蜡改质设备之前不进行加氢处理。

19. 根据权利要求 17 或 18 的方法, 其中所述重质润滑油基础料具有比所述蜡中的所述重馏分低的浊点和倾点。

20. 根据权利要求 17~19 中任一项的方法, 其中所述重质润滑油基础料的初沸点为至少 850 °F (454 °C)。

21. 根据权利要求 17~20 中任一项的方法, 其中所述贵金属包含 Pt 和 Pd 中的至少一种。

22. 根据权利要求 17~21 中任一项的方法, 其中所述基础料已经被加氢精制和可选择地除雾。

23. 根据权利要求 17~22 中任一项的方法, 其中所述沸石组分选自 ZSM-23、ZSM-35、ZSM-48、ZSM-57、ZSM-22、硅铝磷酸盐、SSZ-32、 β 沸石、丝光沸石、稀土离子交换镁碱沸石、氧化铝、无定形氧化硅及其混合物。

24. 权利要求 23 的方法, 其中所述沸石组分为 ZSM-48。

25. 根据权利要求 17~24 中任一项的方法, 其中在所述第一加氢脱蜡步骤和至少一个用于进一步加氢脱蜡所述重质润滑油馏分的所述相继加氢脱蜡步骤中, 使用包含 ZSM-48 沸石组分和所述 Pt 和 Pd 贵金属加氢组分中至少一种的所述加氢脱蜡催化剂。

26. 根据权利要求 1~25 中任一项的方法, 其中所述基础料与一种或多种润滑油添加剂组合以形成润滑油。

27. 根据权利要求 26 的方法, 其中所述重质润滑油基础料具有高于 1050 °F (566 °C) 的终沸点和不大于 75 °F (24 °C) 的浊点。

源自费-托蜡的重质润滑油

公开背景

发明领域

本发明涉及一种从费-托蜡制备重质润滑油的多步法。更具体地，本发明涉及从由天然气制得的 H_2 和 CO 在钴费-托催化剂存在下反应而合成的蜡制备重质润滑油基础料：通过在多个步骤中将所述蜡加氢脱蜡，在所述步骤之间分离和除去较轻物质。

发明背景

通过费-托法、尤其是在使较高分子量的烃产量最大化的钴催化剂上合成的相对纯的蜡状链烷烃是包括重质润滑油在内的高级润滑油的极好来源。该含蜡烃的硫、氮和芳香类含量基本上为零，该原料烃因此可以在无需预先加氢处理的条件下供入改质操作。在费-托法中，所述合成气进料中的 H_2 和 CO 在所述烃合成催化剂的存在下反应以形成含蜡烃，当其经由钴催化剂制备时，所述含蜡烃包含大量在润滑油范围内沸腾的蜡状正构链烷烃，所述润滑油范围包括 $850^{\circ}F+$ ($454^{\circ}C+$) 的重质润滑油范围。费-托蜡指的是通常作为液体从合成反应器中移出的含蜡烃馏分，但是其在室温和环境压力条件下为固体。所述重质润滑油馏分需要深度脱蜡以制备具有合适浊点和倾点的重质润滑油基础料。由于其在环境条件下为固态蜡，因此不能使用溶剂脱蜡方法。

已经公开了多种用于催化脱蜡所述和其他含蜡烃的方法。许多方法诸如采用 ZSM-5 催化剂的那些通过将所述含蜡烃加氢裂化成在润滑油范围以下沸腾的产物而进行脱蜡。其他方法需要加氢处理以除去杂原子和芳香类。多种催化脱蜡方法的说明性的而非限制性的实例在例如美国专利 6,179,994; 6,080,301; 6,090,989; 6,051,129; 5,689,031; 5,075,269 和 EP 0668342B1 中作了公开。当使重质润滑油馏分脱蜡至可接受的浊点时，剧

烈的加氢处理和低产率问题加剧。需要一种能够提高从费-托蜡制备的脱蜡重质润滑油基础料收率的方法。

发明概述

本发明涉及一种制备重质润滑油基础料的方法：通过在多个（例如，至少两个）步骤中对具有在重质润滑油范围内沸腾的重质烃的费-托蜡进行加氢脱蜡，以及在所述步骤之间分离和除去较轻物质。更主要地，重质润滑油基础料通过如下方式制备：（a）从天然气制备合成气，（b）在有效合成在重质润滑油范围内沸腾的含蜡烃的反应条件下，将该气体中的 H_2 和 CO 在钴费-托催化剂存在下反应，对所述含蜡烃以至少两个步骤进行脱蜡，在所述步骤间分离和除去较轻物质。另一实施方案中，本发明涉及（a）从天然气制备合成气，（b）在有效合成包括在重质润滑油范围内沸腾的馏分在内的含蜡烃的反应条件下，将该气体中的 H_2 和 CO 在钴费-托催化剂存在下反应，和（c）将至少该重质馏分供入改质设备，其中所述含蜡重质润滑油馏分以至少两个步骤进行加氢脱蜡，并在所述步骤之间分离和除去较轻物质，从而制备重质润滑油基础料。天然气转化成合成气、合成气又转化成烃的工艺称为气体转化工艺。因而，本实施方案涉及气体转化工艺以及通过加氢脱蜡的产物改质。所述加氢脱蜡工艺包括（i）将所述蜡或含蜡进料加氢脱蜡以制备包含部分脱蜡的重质润滑油馏分和较低沸点的烃馏分的异构化物，（ii）分离这两种馏分，和（iii）在至少一个附加步骤中对所述部分加氢脱蜡的重质润滑油馏分进一步加氢脱蜡，以制备重质润滑油基础料。

就加氢脱蜡而言意味着所述含蜡进料和部分脱蜡的重质润滑油馏分与氢气和主要通过加氢异构化而不是通过加氢裂化进行脱蜡的加氢脱蜡催化剂接触。这排除了例如 ZSM-5 的脱蜡催化剂，其主要通过使所述含蜡分子尤其是重质润滑油馏分加氢裂化成在所需制品范围以下沸腾的烃而进行脱蜡。已经发现包含 ZSM-48 沸石（此处 ZSM-48 沸石包括结构上等效的 EU-2、EU-11 和 ZBM-30）组分和加氢组分的加氢脱蜡催化剂在本发明方法中尤其有用，并且被用于至少一个、优选全部加氢脱蜡反应步骤中。重

质润滑油馏分是指具有约 850~950°F (454-510°C) 的初沸点和高于 1,000°F (538°C) 的终沸点的烃类。重质润滑油基础料的初沸点为至少约 850°F (454°C)，终沸点高于 1,000°F (538°C)、优选高于 1050 °F (566°C)，并且其浊点和倾点低于本发明的多步加氢脱蜡方法中进入第一步骤以及第一与最后加氢脱蜡步骤之间其他任何步骤的费-托蜡进料中粗制未加工的重馏分所具有的浊点和倾点。此处涉及的初沸点和终沸点数值是标称的并且指的是用如下所述方法通过气相色谱蒸馏 (GCD) 得到的 T5 和 T95 馏出温度。部分脱蜡的重质润滑油馏分是指所述重质润滑油馏分已经经过加氢脱蜡以使其倾点降低到低于其进行部分脱蜡之前所具有的倾点，但是没有低至所需的倾点，所需倾点通过在其后一个或多个相继的加氢脱蜡反应步骤中对所述部分脱蜡重质馏分进一步脱蜡而达到。

所述加氢脱蜡催化剂的加氢组分包含至少一种 VIII 族金属和优选至少一种贵金属，如铂和钨中的至少一种。已经发现采用至少两个反应步骤和主要通过异构化脱蜡的加氢脱蜡催化剂（例如，ZSM-48 组分和贵金属组分）可以以相对高的产物收率（例如，以相对少的进料转化成在重质润滑油范围以下沸腾的烃类）制备具有合适的低浊点和倾点的重质润滑油基础料。已经发现仅使用一个加氢异构化反应步骤，即使使用包含 ZSM-48 沸石组分和贵金属加氢组分的加氢脱蜡催化剂也会将实质上更多的重馏分转化成较低沸点的烃并由此制得较少的所需重质润滑油基础油。本发明的多步加氢异构化方法也允许各步骤在比单步骤法所需的更低温度下操作。与采用单步骤法的可能情况相比，这导致更长的催化剂寿命以及制备包含较少芳香类和其他不饱和化合物的润滑油基础料。这意味着至多仅需要很温和地对基础油进行加氢精制，并且这是本发明方法的另一优点。

本发明的方法对于制备具有低浊点和倾点的重质润滑油基础料尤其有用。包含 ZSM-48 沸石组分和加氢组分的加氢脱蜡催化剂的采用使得不需要在脱蜡之前对粗制未处理的费-托蜡进料进行加氢处理或加氢精制以除去含氧化合物 (oxygenate)。本发明的方法不需要在加氢脱蜡之前进行一个或多个单独的加氢裂化、加氢异构化以及催化或溶剂脱蜡步骤，这些是

现有技术中所教导的并且会相当大地降低产率，尤其是所希望的重质润滑油基础料的产率。

发明详述

本发明的加氢脱蜡方法如上所述包括至少两个加氢脱蜡步骤。通过钴催化剂和优选非转化 (non-shifting) 钴催化剂制得的粗制费-托蜡进料在其供入第一加氢脱蜡步骤之前不需要进行处理以除去芳香类、不饱和化合物或杂原子 (包括含氧化合物)。这种蜡或含蜡费-托合成烃 (这些术语此处所用意思相同) 在第一步骤中加氢脱蜡以制备包含部分脱蜡的重质润滑油馏分和较低沸点的烃馏分的异构化物料流。将现在具有比所述蜡进料中的重质润滑油馏分低的浊点和倾点的所述部分脱蜡重质润滑油与所述较低沸点的烃分离并将其供入第二步骤，在那里进一步加氢脱蜡。第二加氢脱蜡步骤制备出包含 (i) 浊点和倾点比第一步骤中制得重质润滑油馏分更低的重质润滑油馏分和 (ii) 较低沸点烃的异构化物料流。将该重质润滑油馏分与所述较低沸点烃分离。在仅采用两个步骤的实施方案中，第二步骤中制备的重质润滑油异构化物包含具有所需浊点和倾点的重质润滑油基础料。如果采用三个步骤，将所述分离出的第二步骤重质润滑油异构化物供入第三步骤以进行更进一步的加氢脱蜡，从而制备所述重质润滑油基础料等。因而，所述蜡进料仅供入第一步骤。第一步骤中制备的部分加氢脱蜡的重质润滑油异构化物馏分陆续进入第二步骤和任何相继步骤中，在所述步骤间分离重馏分和较低沸点馏分，从而制备已经加氢脱蜡至所需倾点和/或浊点的重质润滑油基础料。就步骤而言意味着一个或多个加氢脱蜡反应区，在所述区之间不分离反应产物，其通常地但不是必然地指代单独的加氢脱蜡反应器。通过该方法制备的重质润滑油基础料一般在温和的条件下除雾和/或加氢精制，以改善颜色和稳定性，从而形成成品润滑油基础料。正如已知的，雾状是混浊或不透明，并且是表观因素。除雾 (dehaze) 一般通过催化或吸收方法除去导致雾化的那些成分而实现。加氢精制是非常温和的温度相对低的加氢过程，其利用催化剂、氢气以及温和的反应条件以除去痕量的杂原子化合物、芳香类和烯烃，从而改善氧化稳定性和颜色。加

氢精制反应条件包括 302~662°F (150~350°C)、优选 302~550°F (150~288°C) 的温度, 400~3000psig. (2859~20786kPa) 的总压力, 0.1~5 LHSV (hr⁻¹)、优选 0.5~3hr⁻¹ 的液体时空速率。氢气处理气体速率为 250~10000scf/B (44.5~1780m³/m³)。所述催化剂包含载体组分和一种或多种催化金属组分, 所述金属来自 VIB 族 (Mo、W、Cr) 和/或铁族 (Ni、Co) 和/或 VIII 族的贵金属 (Pt、Pd)。此处提及的 VIB 和 VIII 族指的是 Sargent-Welch Scientific Company 1968 年取得版权的 Sargent-Welch 元素周期表中的 VIB 和 VIII 族。所述金属存在的量可以从对于贵金属而言低至 0.1wt% 到对于非贵金属而言高至催化剂组合物的 30wt%。优选的载体材料是弱酸性的, 并包括例如无定形或结晶的金属氧化物例如氧化铝、氧化硅、氧化硅-氧化铝和称为中孔性结晶材料的超大孔结晶材料, 其中 MCM-41 是优选的载体组分。MCM-41 的制备方法和用途在例如美国专利 5,098,684、5,227,353 和 5,573,657 中得到了公开。

本发明的实践中, 所述加氢脱蜡过程中步骤间的分离可以不是严格的, 因而进入下一个加氢脱蜡步骤的被分离重馏分可能包含少量 (例如, 小于 50 wt%, 优选小于 25 wt%, 更优选小于 5wt%) 较低沸点的烃。优选的是在第一步骤后, 残留在进入第二任何相继步骤的被分离重馏分中的较低沸点烃的量尽可能少。这将取决于所用分离的类型 (例如闪蒸或分馏) 以及工艺的要求。在各个步骤中, 一部分所述重质润滑油馏分会由于转化成在重质润滑油沸点范围以下沸腾的烃而损失。然而, 如下文的实施例所示, 与仅采用单个步骤的方法相比, 本发明的多步加氢脱蜡方法与包含 ZSM-48 沸石组分和优选贵金属加氢组分的脱蜡催化剂的使用相结合, 可以最大限度地减少所述有用润滑油的损失。

所述加氢脱蜡反应中, 主要通过将较高分子量的烃分子异构化降低倾点和浊点。尽管所述异构化是在氢气存在下进行的, 但是在纯粹的异构化反应中不存在氢气的净消耗。步骤间的以及最终的从较低沸点烃分离所述重质润滑油烃的操作是通过闪蒸或分馏实现的。本发明方法中所用的加氢脱蜡反应条件包括温度、氢气分压和空速大致分别为 450~750°F (232~399

℃)、10~2,000psig. (69~13790kPa) 和 0.1~5.0 LHSV。这些条件更一般地为 500~700°F (260~371℃)、100~1000psig. (690~6895kPa) 和 0.5~3.0 LHSV, 更典型的压力为 200~700 psig. (1379~4827kPa)。

本发明的重质润滑油基础料包含 100℃ 下运动粘度至少为 8cSt(厘施)、初沸点为至少约 850~950 °F (454~510℃) 和终沸点大于 1,000 °F (538℃) 并通常大于 1050 °F (566℃) 的脱蜡油。其具有能够满足目标标准或要求的低温性能。其倾点和浊点比所述蜡进料中和最后步骤上游的任何加氢脱蜡步骤中的重质润滑油馏分的倾点和浊点更低。其倾点低于浊点。重质润滑油基础料在 75 °F (24℃) 和一个大气压 (101kPa) 的室温和压力条件下通常为清澈且明亮的油质液体。然而, 在某些情形中所述浊点可能高于 75 °F (24℃)。根据本发明已经制得了终沸点高于 1,250 °F (677℃)、浊点和倾点分别为 1℃ 和 -31℃ 的重质润滑油基础料。所述重质润滑油基础料和成品润滑油的低温性能要求可以改变, 并可取决于两者预计的应用场合及使用该润滑油的地理位置。润滑油或成品润滑油制品 (这两个术语此处所用意思相同) 通过形成此处所述的重质润滑油基础料与有效量的至少一种添加剂或者更典型地包含多种添加剂的添加剂组合体的混合物而制备。所述添加剂的说明性但非限制性的实例包括清净剂、分散剂、抗氧化剂、抗磨添加剂、极压添加剂、降凝剂、粘度指数改进剂、摩擦改进剂、破乳剂、抗氧化剂、防沫剂、腐蚀抑制剂以及密封膨胀剂中的一种或多种。用于形成所述混合物的重质润滑油基础料通常是已经在加氢脱蜡后适度地加氢精制以及可选择地除雾以改善其颜色、外观和稳定性的油料。

供入第一加氢脱蜡步骤的含蜡进料或蜡包含全部的或者部分在费-托烃合成反应器中制备的含蜡烃馏分, 其在所述反应条件下为液体。其必须包含在 1000°F (538℃) 以上沸腾的烃以制备本发明的重质润滑油基础料组合物。已知在费-托烃合成工艺中, 液态和气态烃产物通过将包含 H₂ 和 CO 混合物的合成气与费-托催化剂接触而形成, 其中 H₂ 和 CO 在转化或非转化条件下并且本发明方法中在非转化条件下反应形成烃, 在非转化条件下很少或没有、优选没有水煤气转化反应发生, 尤其当所述催化金属包

含 Co 时如此。所述合成气通常包含小于 0.1vppm 和优选小于 50vppb 的以一种或多种含硫和氮化合物形式存在的硫或氮。从合成气中除去氮和硫至如此低水平的方法是已知的并在例如美国专利 6,284,807; 6,168,768; 6,107,353 和 5,882,614 中作了公开。本发明方法中, 所述钴费-托催化剂包含在适合的无机载体材料、优选包含在一种或多种耐热金属氧化物的材料上催化有效量的 Co 和非必要的 Re、Ru、Ni、Th、Zr、Hf、U、Mg 和 La 中的一种或多种。用于含钴催化剂的优选载体包含二氧化钛, 尤其是当采用其中希望得到较高分子量的主要是液态链烷烃产物的淤浆烃合成方法时。有用的催化剂及其制备方法是已知的, 其说明性但非限制性的实例可以在例如美国专利 4,568,663; 4,663,305; 4,542,122; 4,621,072 和 5,545,674 中找到。固定床、流化床和淤浆烃合成方法是已知的并有文献报导。所有这些方法中将所述合成气在合适的费-托型烃合成催化剂存在下于可有效形成烃的反应条件下反应。这些烃在温度和压力为 25°C 和一个大气压 (101kPa) 的标准室温条件下部分是液体, 部分是固体 (例如, 蜡) 以及部分是气体。常常优选的是淤浆费-托烃合成方法, 因为当使用钴催化剂、优选非转化钴催化剂时, 该方法可以制备更多的用于润滑油和重质润滑油基础料的相对高分子量的链烷烃。为了达到该目的, 在以 100 磅转化成烃的 CO 计制得至少 14 磅 700°F+ (371°C) 烃、优选以 100 磅转化成烃的 CO 计制得至少 20 磅 700°F+ (371°C) 烃的条件下运行合成反应器。优选地对于 100 磅被转化的 CO 来说形成小于 10 磅的甲烷。这些 700°F+(371°C) 烃的高生产水平已经通过使用具有铈助催化的钴组分和二氧化钛载体组分的催化剂在淤浆烃合成反应器中达到。就非转化而言意味着进料 CO 中小于 5wt%、优选小于 1wt% 的碳转化成 CO₂。

在非转化条件下用钴催化剂进行的烃合成方法中, 合成气中 H₂ 与 CO 的摩尔比优选为化学计量消耗摩尔比, 其通常为约 2.1/1。将包含 H₂ 和 CO 混合物的所述合成气供入反应器中 (注入或鼓泡进入淤浆合成反应器中的浆料体的底部), 在那里 H₂ 和 CO 在所述费-托烃合成催化剂存在下于可有效形成烃的条件下反应, 形成的一部分烃在所述反应条件下为液态 (以

及其在淤浆反应器中构成烃浆料液体)。在淤浆反应器中,所述合成的烃液体例如通过简单过滤操作作为滤出液从所述催化剂颗粒中分离,不过也可使用其他分离方法。部分所述合成烃为蒸气并作为顶部气体与未反应的合成气和气态反应产物一起从所述烃合成反应器中排出。通常将部分所述顶部烃蒸气冷凝成液体并与所述烃液体滤出液合并。因而,作为液体从该反应器中移出的合成烃的初沸点会根据是否将部分冷凝烃蒸气并入其中而改变。烃合成方法条件在一定程度上根据所述催化剂、反应器和所需产物而改变。在采用包含担载钴组分的催化剂的固定床或淤浆烃合成方法中,有效形成主要含有 C_{5+} 链烷烃(例如, $C_{5+} \sim C_{200}$)、优选 C_{10+} 链烷烃的烃类的典型条件分别包括例如温度为约 $320 \sim 600^\circ\text{F}$ ($160 \sim 315.6^\circ\text{C}$)、压力为 $80 \sim 600\text{psi}$ ($552 \sim 4137\text{kPa}$) 和气体时空速率为 $100 \sim 40,000\text{V/hr/V}$, 该气体时空速率表示为以每小时每体积催化剂计气态 CO 和 H_2 混合物 (60°F (15.6°C), 1atm) 的标准体积。在本发明的实践中,所述含蜡烃或蜡进料可以在淤浆、固定床或流化床费-托反应器中制得。

费-托烃合成反应器中合成的于所述反应条件下通常为气体或蒸气的一部分烃通常夹带在所述液体流出物中。可以冷却来自费-托烃合成反应器的蒸气料流以凝结和回收在所述反应条件下为蒸气的部分合成烃,全部或部分该冷凝液可以并入所述液体料流中。因此,所述蜡的初沸点可根据所述反应器、催化剂、条件、并入所述液体料流中的冷凝液的量以及所需的产物名单而变化。这也将导致组成中的一些变化。作为液体从合成反应器中移出的所有蜡馏分(例如, $400 \sim 450^\circ\text{F} + (204 \sim 232^\circ\text{C} +)$) 可供入第一加氢脱蜡步骤。如果需要的话,可以在所述蜡供入第一加氢脱蜡步骤之前,从中移走部分所述烃。因此,在本发明方法中,供入第一加氢脱蜡反应器的蜡可以从其初沸点连续沸腾直至其终沸点或可以不这样。另外,如果需要的话,所有、大部分或者仅一部分较低沸点物质可在加氢脱蜡之前从所述蜡中除去。这意味着所述蜡进料的初沸点可以从约 $400 \sim 450^\circ\text{F}$ 直到 800°F (427°C) 或更高。

在以下的说明性而非限制性的实施例中,在包含具有二氧化钛载体组

分的铈助催化的钴催化剂的淤浆费-托反应器中制备的所述蜡具有约 430~450°F (221~232°C) 的初沸点。通过该合成反应制备的较低沸点石脑油烃 (C₅₊ 直至 430 或 450°F) 不被并入较高沸点液体反应器流出物。这种蜡包含大于 90wt% 链烷烃、2~4wt% 含氧化合物和 2~5wt% 烯烃, 这根据于所述反应条件而变化。由 NMR 分析不能检测到芳香类。所述蜡包含小于 1wppm 的硫和小于 1wppm 的氮。来自含氧化合物的氧 wt% 通过中子活化法与高分辨率 ¹H-NMR 结合进行测量。如果含水量小于约 200wppm, 总的氧含量可以置于无水基体上, 通过用碳化钙 (以形成乙炔) 并继以 GC-MS 而测量含水量。对于大于 200wppm 的含水量, 采用 ASTM 标准 D-4928 中的 Karl-Fischer 方法。通过 X 射线荧光 (XRF) 测定芳香类, 如 ASTM 标准 D-2622 中所述。根据 ASTM 标准 D-2622 通过 XRF 测定硫, 以及根据 ASTM 标准 D-4629 通过注射/进入氧化燃烧和化学发光检测而测定氮。

费-托蜡进料和至少两个加氢脱蜡反应步骤以及在所述步骤间除去在所述重质润滑油范围以下沸腾的烃类是本发明的必要特征。在至少一个反应步骤中使用包含加氢组分、固体酸性组分 (沸石催化剂, 优选为氢型的) 和粘结剂的加氢脱蜡催化剂。

可用于加氢脱蜡的合适催化剂组分的说明性但非限制性的实例包括, 例如 ZSM-23、ZSM-35、ZSM-48、ZSM-57、又称为 theta one 或 TON 的 ZSM-22, 以及称为 SAPO 的硅铝磷酸盐 (如 SAPO-11、31 和 41)、SSZ-32、β 沸石、丝光沸石和稀土离子交换镁碱沸石。氧化铝和无定形氧化硅-氧化铝也可使用。

在许多其他沸石催化剂的情况下, 理想的是将固体酸性组分与又称为粘结剂的基体材料合并, 该基体材料能够耐受此处脱蜡方法中所采用的温度和其他条件。所述基体材料包括活性和非活性材料以及合成或天然生成的沸石以及无机材料例如粘土、二氧化硅和/或金属氧化物如氧化铝。后者可以是天然生成的或者是包含二氧化硅和金属氧化物的混合物的凝胶状沉淀物、溶胶或凝胶形式。与固体酸性组分一起 (即与之混合) 的活性材料

的使用可以提高本文催化剂的转化率和/或选择性。非活性材料适于用作稀释剂以在给定方法中控制转化量从而使得可以经济且有序地得到产物而不必采用其他手段来控制比率或反应。通常将结晶硅酸盐材料混入天然粘土如膨润土和高岭土。这些材料即粘土、氧化物等部分地用作所述催化剂的粘结剂。理想的是提供抗碎强度良好的催化剂，因为在炼油厂中所述催化剂经常会受到易于将催化剂破坏成粉末状材料的粗糙处理，所述粉末状材料在加工中会引起麻烦。

可与所述固体酸性组分复合的天然粘土包括含子膨润土系列（sub-bentonite）在内的蒙脱土和高岭土系列，以及一般称为 Dixie、McNamee、Georgia 和 Florida 粘土的高岭土，或者主要矿物组分为多水高岭石、高岭石、地开石、珍珠陶土或富硅高岭石的其他粘土。所述粘土可以以其最初开采或初始经历煅烧、酸处理或化学改性的原有状态使用。

除了上述材料以外，所述固体酸性组分可与多孔基体材料如氧化硅-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-氧化钛以及三元组合物如氧化硅-氧化铝-氧化钪、氧化硅-氧化铝-氧化锆、氧化硅-氧化铝-氧化镁和氧化硅-氧化镁-氧化锆复合。所述基体可以是共凝胶形式。也可以使用这些组分的混合物。微细的固体酸性组分和无机氧化物凝胶基体的相对比例随着结晶硅酸盐含量在该复合物的约 1~约 90wt%、更常见地约 2~约 80wt%的范围内广泛地变化。

优选在至少一个步骤中使用包含 ZSM-48 沸石组分和加氢组分的加氢脱蜡催化剂（ZSM-48 催化剂）。这可以是两个或更多个步骤中的任何一个。在一个更优选的实施方案中，所述 ZSM-48 催化剂用于所有步骤中。在本实施方案中，所述 ZSM-48 催化剂被用于对包含所述重质润滑油馏分的含蜡进料和在一个或多个后续步骤中制得的重质润滑油异构化物进行加氢脱蜡。所述加氢组分可包含至少一种 VIII 族金属组分和优选 VIII 族贵金属组分，如 Pt 和 Pd 中的至少一种。基于包括所述 ZSM-48 沸石组分和用于所述催化剂复合物中的任何粘结剂的总催化剂重量，贵金属浓度为约 0.1~5wt%金属，更常见地为约 0.2~1wt%。此处提及的 VIII 族指的是

Sargent-Welch Scientific Company 1968 年取得版权的 Sargent-Welch 元素周期表中的 VIII 族。以费-托蜡进行的加氢脱蜡实验显示了所述 ZSM-48 催化剂优于其他催化剂，包括例如稀土离子交换镁碱沸石、丝光沸石、 β 沸石、SAPO-11、TON 和 ZSM-23，这些均采用 Pt 加氢组分。其还优于 Pd/无定形氧化硅-氧化铝（20%氧化硅）。在这些实验中，所述 ZSM-48 催化剂对于润滑油制品包括重质润滑油馏分制品的选择性更好，这意味着向在所述润滑油范围（例如， $\sim 650-750^{\circ}\text{F}$ -（ $343-399^{\circ}\text{C}$ -））以下沸腾的烃的转化率更小以及所述重质烃向在所述重质润滑油范围（例如， $900-1,000^{\circ}\text{F}$ +（ $482-538^{\circ}\text{C}$ +））以下沸腾的烃的转化率更小。转化率是通过下列算术关系式计算的，其中采用 700°F +（ 371°C +）转化率作为具体实例。

$$700^{\circ}\text{F}+\text{转化率}=[1-(\text{产物中 } 700^{\circ}\text{F}+\text{馏分 wt}\%)/(\text{进料中 } 700^{\circ}\text{F}+\text{wt}\%)] \times 100$$

ZSM-48 的制备方法是已知的，并且在例如美国专利 4,397,827；4,585,747 和 5,075,269 以及 EP0142317 中作了公开，其公开内容通过引用并入本文。其他可用于实施本发明的加氢脱蜡催化剂包括任何公知的主要通过异构化而不是通过裂化或加氢裂化进行脱蜡的催化剂。包含十元环结构和十二元环结构的沸石可用作脱蜡催化剂，尤其是当与催化金属加氢组分组合时。可用于加氢脱蜡的合适的沸石和其他催化剂组分说明性而非限制性的实例包括例如稀土离子交换镁碱沸石、丝光沸石、 β -氧化铝、 β 沸石、ZSM-23、ZSM-35、ZSM-57、又称为 theta one 或 TON 的 ZSM-22 以及称为 SAPO 的硅铝磷酸盐（如 SAPO-11、31 和 41）及 SSZ-32。同样可用的是氧化铝和无定形氧化硅-氧化铝。然而，在使用包含在 β 沸石上 Pt 的加氢脱蜡催化剂和包含在无定形氧化硅-氧化铝上 Pt 的催化剂的实验中，大约 50wt% 所需的 950°F +（ 510°C +）重质润滑油馏分被转化成在所述燃料范围内沸腾的烃类。

本发明中，术语“氢气”和“氢气处理气体”是同义的，并且可以是纯氢气或者是含氢气的处理气体，所述处理气体为包含对目标反应来说至少足量的氢气以及不会负面干扰或影响所述反应或产物的其他气体（例如

氮气和轻质烃如甲烷)的处理气流。供入反应步骤中的所述处理气流优选包含至少约 50vol%、更优选至少约 80vol%的氢气。

在包括合成气制备的整体方法实施方案中,所述合成气由天然气制得,并将其与钴费-托催化剂接触以制备待通过所述多步加氢脱蜡法脱蜡的含蜡烃。天然气通常包含多达 92+mol%甲烷,以及余量主要是 C_{2+} 烃、氮气和 CO_2 。因此,它是用于合成气制备的理想且相对清洁的燃料。甲烷的 $H_2:C$ 比例为 2:1,且对于通过部分氧化和蒸气重整的组合而制备 $H_2:CO$ 摩尔比为标称 2.1:1 的合成气是理想的。这是与烃合成用非转化钴催化剂一起使用的化学计量摩尔比。因而,对于当使用钴费-托烃合成、优选非转化的时制备具有所期望的化学计量 $H_2:CO$ 摩尔比为 2.1:1 的合成气来说,天然气是理想的。从所述天然气中除去硫和杂原子化合物,在某些情况下还除去氮气和 CO_2 。将余下的富含甲烷的气体与氧气或空气和蒸气一起供入合成气发生器。氧气比空气优选,因为其不会将氮气引入该合成气发生器(反应器)中。合成气反应期间氮气可形成 HCN 和 NH_3 ,这两者都是钴费-托催化剂的毒物并且因此必须将其除去至低于 1ppm 的水平。在将天然气转化为合成气之前,如果不从所述天然气中除去氮气,和/或如果采用空气作为氧气来源,必须在所述合成气供入一个或多个烃合成反应器之前从该合成气中除去 HCN 和 NH_3 。在合成气发生器中,所述天然气与氧气和/或蒸气反应以形成合成气,该合成气随后用作所述烃合成的进料。制备合成气的已知方法包括部分氧化、催化蒸气重整、水煤气转化反应及其组合。这些方法包括气相部分氧化(GPOX)、自热重整(ATR)、流化床合成气发生(FBSG)、部分氧化(POX)、催化部分氧化(CPO)和蒸气重整。ATR 和 FBSG 采用氧气并通过部分氧化和催化蒸气重整而形成合成气。在本发明的实践中对于制备合成气来说优选 ATR 和 FBSG。这些方法及其相关优点的概述可在例如美国专利 5,883,138 中找到。将根据下列实施例进一步理解本发明。

实施例

下列实施例中,所述费-托蜡进料包含(i)从淤浆费-托反应器中得到

的 430°F+ (232°C+) 含蜡馏分, 该反应器中将 H₂ 和 CO 在二氧化钛担载的钴镍催化剂存在下反应以形成烃, 其在所述反应条件下大部分为液体, 或者 (ii) 所述 430°F+ (232°C+) 含蜡馏分的 1000°F+ (538°C+) 馏分。所述合成反应器在以 100 磅 (45.4kg) 转化成烃的 CO 计制得至少 14 磅 (6.4kg) 700°F+ (371°C+) 烃的条件下运行。所述粗制的 (未处理的) 蜡供入如下两步和三步操作的第一步骤中。所述步骤间分离的馏出温度为 950°F (510°C)。这意味着只有从在前步骤回收的部分脱蜡 950°F+ (510°C) 异构化物供入两步法的第二步骤中和供入三步法的第二和第三步骤中。所述两步和三步操作中所用的含蜡进料的沸点分布列于下表中。

费-托反应器含蜡进料的沸点分布 wt%	
430°F+ (232°C+)	98
700°F (371°C+)	71.5
1000°F+ (538°C+)	26.2

所有实施例中所用的氢气处理气体是纯氢气。在所有实施例中使用 ZSM-48 催化剂将所述含蜡进料加氢脱蜡。其包含 0.6wt%Pt 作为加氢组分并处于氢型 ZSM-48 沸石和氧化铝粘结剂的复合物上。所述氢型 ZSM-48 沸石是根据美国专利 5,075,269 中的步骤制备的, 其公开内容通过引用并入本文。所述 Pt 组分用已知方法通过浸渍和然后煅烧并还原的方式加入。利用 ASTM D-5307 的高温 GCD 改进方法进行气相色谱蒸馏 (GCD)。该色谱柱由具有稀液相的小于 0.2 微米单个毛细管柱构成。使用由 5~100 碳的沸点校准物构成的外标物。使用温度程序化注射器, 并在注入之前, 用热水缓和地加热所述试样。用这种方法和其 T5 和 T95 GCD 结果确定沸程。浊点值用 Phase Tec Instruments 的 ASTM D-5773 中润滑油步骤方法下测定。根据 ISL 自动倾点测量方法 ASTM D-5950 测定倾点。下表中给出浊点和倾点 (°C)。粘度以及粘度指数分别根据 ASTM 规程 D-445 和 D-2270 测定。

对比实施例 1

在单个步骤中通过在上述 ZSM-48 催化剂存在下将其与氢气反应对上述 430 °F + (232 °C+) 蜡进料的 1000 °F + (538 °C+) 馏分进行加氢脱蜡。该反应条件为 635 °F (336 °C)、250psig (1724kPa) 和 2300SCF/B 的 H₂ 和 LHSV 为 1。这些反应条件用以达到针对所述 1000 °F + (538 °C+) 重质润滑油基础料的目标浊点 5 °C。本实验结果示于下表 1 中。

实施例 1

本实施例中，根据本发明实践在两个步骤中通过在上述 ZSM-48 催化剂上将其与氢气反应而对所述 430 °F + (232 °C+) 含蜡进料进行加氢脱蜡至相同的 1000 °F + (538 °C+) 重质润滑油基础料的浊点 5 °C。在第一步骤中所述含蜡进料在 587 °F (308 °C)、250psig (1724kPa) 的氢气以 2300SCF/B 的 H₂ 处理速率和含蜡进料 LHSV 为 1 下加氢脱蜡。分馏第一步骤的异构化物以分离所述 700 °F - (371 °C-) 馏分，从而确定所述 700 °F + (371 °C+) 进料转化成较低沸点物质的程度，然后进一步分馏以分离并回收 950 °F + (510 °C+) 的重质油馏分。然后在第二步骤中所述 950 °F + (510 °C+) 的重质油馏分在 614 °F (323 °C)、250psig (1724kPa) H₂ 以 2500SCF/b 的处理气体速率和重油 LHSV 为 1 下加氢脱蜡。分馏第二步骤的异构化物以回收所述最终 1000 °F + (538 °C+) 重质润滑油基础料。本实验结果同样示于表 1 中。

表 1

	700 °F+ (371 °C+)	1000 °F+ (538 °C+)	温度 °F/°C	1000 °F+ (538 °C+)		
	转化率	转化率		倾点	浊点	VI
单步	39	61	635/335	-48	5	153
多步	29	52				
步骤 1	11	19	587/308	26	-	
步骤 2	20	41	614/323	-27	5	155

这些结果清楚表明所述多步方法的好处，其中在相同的 5 °C 目标浊点

下，与仅仅单个步骤相对照，采用两个步骤制备得到的所述 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料的量显著增加。使用单个步骤导致了转化成较低沸点的 700 °F- (371 °C-) 烃的转化率 39wt%，而在本发明的多步方法中仅转化了总共 29%。由于润滑油料馏出温度通常为大约 700 °F (例如，~700 °F/371 °C+物质)，因此这意味着通过本发明的两步方法也产出了更多的较轻润滑油沸点烃 (750-950 °F (399-610 °C) 沸程)。类似地，对于所述单步方法而言总的 1000 °F+ (538 °C+) 馏分向较低沸点的 1000 °F- (538 °C-) 烃的转化率为 61%，与此对照的是采用本发明两步方法仅为 52%。因而，用本发明的方法获得的相同目标浊点的所述重质润滑油基础料的产率更大，并且无 VI 损失以及倾点/浊点范围较低。

对比实施例 2

本实验与对比实施例 1 中的相同，不同的是所述反应器在稍低的 630 °F (322 °C) 温度下运行，以获得 1000 °F+ (538 °C+) 的浊点 11 °C。其结果示于下表 2 中。

实施例 2

本实验与实施例 1 中的相同，不同的是第二步反应在较低的 610 °F (321 °C) 温度下进行，以达到所述 1000 °F+ (538 °C) 产物的浊点 11 °C。这些结果同样示于表 2 中，作为所述对比实施例 2 单步实验结果的对照。

表 2

	700°F+	1000°F+	温度	1000°F+		
	(371°C+)	(538°C+)		(538°C+)		
	转化率	转化率	°F/°C	倾点	浊点	VI
单步	30	58	630/332	-28	11	148
多步	26	48				
步骤 1	11	19	587/308	26		
步骤 2	17	35	610/321	-19	11	159

如实施例 1 的情况一样，这些实验中，用本发明的多步方法时进料转化成 700 °F- (371 °C-) 和 1000 °F- (538 °C-) 沸点烃的程度比仅用单步低

得多。

对比实施例 3

本实验也与对比实施例 1 中的相同，不同的是所述反应器在更高的 640 °F (338 °C) 温度下运行以获得 1000 °F+ (538 °C+) 的浊点-2 °C。其结果示于表 3 中。

实施例 3

本实验与实施例 1 中的相同，不同的是第二步骤反应在更高的 620 °F (327 °C) 温度下进行，以达到所述 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料制品的相同浊点-2 °C，与所述对比实施例 3 浊点一样。这些结果也示于表 3 中，作为所述对比实施例 3 单步实验结果的对照。

表 3

	700 °F+ (371 °C+)	1000 °F+ (538 °C+)	温度	1000 °F+ (538 °C+)		
	转化率	转化率	°F/°C	倾点	浊点	VI
单步	45	72	640/338	-49	-2	142
多步	39	63				
步骤 1	11	19	587/308	26		
步骤 2	31	54	620/327	-50	-6	148

如前两个实施例的情况一样，本实验中用本发明的多步方法时进料转化成 700 °F- (371 °C-) 和 1000 °F- (538 °C-) 沸点烃的程度比仅用单步法低得多。用本发明的两步方法时超过所述-2 °C 的目标浊点-4 °C，导致更多地转化成较低的-6 °C 浊点。然而，尽管用所述两步方法时较大转化率过度，但是使用本发明的多步方法时所述 700 °F+ (371 °C+) 和 1000 °F+ (538 °C+) 向较低沸点烃的转化率仍旧比用所述单步方法低得多。

实施例 4

与上述实施例中所用相同的 430 °F+ (232 °C+) 含蜡进料和催化剂用于本实施例中。然而，本实施例中根据本发明的实践在三个步骤中对所述进料进行加氢脱蜡至 1000 °F+ (538 °C+) 重馏分的浊点为 5 °C。在第一步骤

中在 587 °F (308 °C)、259psig (1786kPa) 的氢气以 2300SCF/b H₂ 的处理速率和含蜡进料 LHSV 为 1 下对所述含蜡进料进行加氢脱蜡。所述处理气体、处理气体速率和所述进料的空速在全部三个步骤中是相同的。分馏第一步骤异构化物以分离并除去 950 °F- (610 °C-) 馏分, 余下的 950 °F+ (610 °C+) 馏分然后进入第二步骤。第二步骤中, 所述温度为 607 °F (321 °C)。从第二步骤异构化物中除去 950 °F- (610 °C-) 烃后, 余下的进一步部分脱蜡的 950 °F+ (610 °C+) 馏分进入第三步骤, 其中在 600 °F (316 °C) 的温度下对其进一步加氢脱蜡。分馏第三步骤的异构化物以分离并回收所述 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料。本实验的结果示于表 4 中, 列出来自对比实施例 1 单步加氢异构化的结果用作比较。

表 4

	700 °F+	1000 °F+	温度	1000 °F+		
	(371 °C+)	(538 °C+)		(538 °C+)		
	转化率	转化率	°F/°C	倾点	浊点	VI
单步	39	61	635/335	-48	5	153
多步	28	48				
步骤 1	11	19	587/308			
步骤 2	13	26	607/319			
步骤 3	7	14	600/316	-24	5.2	

使用三个步骤时所需 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料制品的量比使用两个步骤所得到的稍高一些 (与实施例 1 相比较, 其中相同的 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料具有相同的浊点 5 °C)。使用三个步骤时进料转化成 700 °F- (371 °C-) 沸点烃的量与使用两个步骤得到的大致相同, 并且均比仅用一个步骤时少得多。这进一步证明了使用本发明的多步加氢脱蜡方法得到了更大量的重质润滑油基础料产物, 因为供入第一步骤中的含蜡进料包含大量 950 °F- (610 °C-) 沸点烃。然而, 与仅用一个步骤时 39% 转化成 700 °F- (371 °C-) 沸点烃的 1000 °F+ (538 °C+) 烃相比, 使用三个步骤时总共仅有 28% 的 430 °F+ (232 °C+) 进料烃转化成 700 °F- (371 °C-)

沸点烃。此外，对于所述单步、两步和三步方法，该有用的 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料因转化成较低沸点烃而损失的量分别为 61、29 和 28wt%。

实施例 5

上述实施例中所用相同的 430 °F+ (232 °C+) 含蜡进料和催化剂同样用于本实施例中。然而，本实施例中所述进料在三个步骤中加氢脱蜡成浊点 -3 °C 的 1000 °F+ (538 °C+) 重馏分。在第一步骤中所述 430 °F+ (232 °C+) 含蜡进料在 587 °F (308 °C)、259psig (1786kPa) 的氢气以 2300SCF/b H₂ 的处理速率和含蜡进料 LHSV 为 1 下加氢脱蜡。所有步骤中的处理气体、处理气体速率和进料空速都相同。分馏第一步骤异构化物以分离和除去所述 950 °F- (610 °C-) 馏分，余下的部分脱蜡的重质 950 °F+ (610 °C+) 馏分然后进入第二步骤。第二步骤中，所述温度为 607 °F (319 °C)。在从第二步骤异构化物中除去所述 950 °C- (610 °C-) 烃之后，将余下的 950 °F+ (610 °C+) 馏分供入第三步骤，其中在 610 °F (321 °C) 的温度下进一步加氢脱蜡。分馏第三步骤异构化物以分离并回收所述 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料。本实验的结果示于表 5 中，列出来自对比实施例 3 单步加氢脱蜡的结果用作比较。

表 5

	700 °F+	1000 °F+	温度	1000 °F+		
	(371 °C+)	(538 °C+)		(538 °C+)		
	转化率	转化率	°F/°C	倾点	浊点	VI
单步	45	72	640/338	-49	-2	153
多步	33	55				
步骤 1	11	19	587/308			
步骤 2	13	26	607/319			
步骤 3	13	25	610/321	-42	-3	

如实施例 4 的情况一样，使用三个步骤时本实验希望的 1000 °F+ (538 °C+) 重质润滑油基础料制品的量较大，正如通过向在 1000 °F (538 °C) 以

下沸騰烩的总转化率所表现的比仅用一个步骤所得到的少得多。使用三个步骤时进料转化成 700 °F- (371 °C-) 沸點烩的量同样比仅用一个步骤所导致的少得多。