

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第2部門第1区分  
 【発行日】平成19年3月22日(2007.3.22)

【公表番号】特表2006-517467(P2006-517467A)  
 【公表日】平成18年7月27日(2006.7.27)  
 【年通号数】公開・登録公報2006-029  
 【出願番号】特願2006-502133(P2006-502133)  
 【国際特許分類】

**B 0 1 J 33/00 (2006.01)**

**B 0 1 J 23/88 (2006.01)**

**C 1 0 G 45/04 (2006.01)**

【F I】

B 0 1 J 33/00 A

B 0 1 J 23/88 M

C 1 0 G 45/04 B

【手続補正書】

【提出日】平成19年2月2日(2007.2.2)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

エクサイチューでの触媒硫化の後にエクサイチューで炭化水素の水素化転化触媒を酸化性不動態化するための方法であって、前記の硫化された触媒を少なくとも2種の処理、すなわち、少なくとも1種の酸化性ガス流れと接触させる処理、および初留点が120よりも高い少なくとも1種の有機液体(この有機液体が前記触媒の細孔を少なくとも部分的に充填する)と接触させる処理、を実施する方法。

【請求項2】

第1工程において、前記硫化された触媒を少なくとも1種の酸化性ガス流れと接触させ、そして第2工程において、それを前記有機液体と接触させる、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

第1工程において、前記硫化された触媒を前記有機液体と接触させ、そして第2工程において、それを少なくとも1種の酸化性ガス流れと接触させる、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記ガス流れとの接触を、酸素の分圧が8kPa未満の第1段と、酸素の分圧が前記第1段よりは高いが最大で21.3kPaの第2段との、2段で実施する、請求項1~3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

前記第2段を、空気の存在下で実施する、請求項4に記載の方法。

【請求項6】

前記ガス流れとの接触を、いずれもその酸素の分圧が8kPaを超える1種または複数種のガス流れを用いて1段または多段で実施する、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

前記1種または複数種のガス流れが空気である、請求項6に記載の方法。

【請求項8】

前記触媒が移動している、請求項1~6のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 9】

前記触媒が移動床中にある、請求項 8 に記載の方法。

## 【請求項 10】

回転炉、流動床炉、帯状炉、重力床反応炉または上昇床装置の中で実施する、請求項 9 に記載の方法。

## 【請求項 11】

前記有機液体が、灯油、ガスオイル、減圧蒸留留出物、潤滑油、ワックスおよび初留点  $180$  より高いパラフィンからなる群より選択される、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 12】

前記有機液体が、酸素、硫黄および窒素から選択される少なくとも 1 個のヘテロ原子を含む有機化合物である、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 13】

前記有機化合物が、アルコール、アルデヒド、ケトン、エステル、アミン、アミド、メルカプタン、スルフィドおよびスルホンから選択される、請求項 12 に記載の方法。

## 【請求項 14】

前記有機化合物が、好ましくは動物油または植物油および部分的に不飽和な脂肪酸トリグリセリドエステルから選択されるエステルである、請求項 13 に記載の方法。

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

より詳しくは本発明は、エクサイチューでの触媒硫化の後にエクサイチューで炭化水素の水素化転化触媒を酸化性不動態化するための方法に関し、前記の硫化された触媒を少なくとも 2 種の処理、すなわち少なくとも 1 種の酸化性ガス流れと接触させる処理、および初留点が  $120$  よりも高い少なくとも 1 種の有機液体と接触させる処理を実施し、前記有機液体は前記触媒の細孔を少なくとも部分的に充満する。

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

前記第 1 工程は、(たとえば、乾燥または湿潤空気を利用した)酸素を含むガス(またはガス流れ)の存在下での処理であって、これは常温で好適に実施することができる。触媒の上への酸素吸着の反応によって発熱作用が起きる。この作用を、この物質の温度が  $50$  未満に維持されるように調節するのが好ましい。1つの可能な方法として、触媒に接触する酸素の分圧を調節する方法がある。その場合、本発明を実施する好ましい方法では、第 1 段で酸素の分圧が  $8 \text{ kPa}$  未満のガスを用いて触媒を処理し、次いで第 2 段で酸素の分圧が  $8 \text{ kPa}$  を超えるガスを用いて触媒を処理する。この第 2 段は、発熱作用がほとんど消滅したときに(すなわち、固体の温度がもはや上昇しないかまたはその上昇がわずかになったときに)開始するのが好ましいが、その温度上昇を抑制する手段が備わっている場合には、その第 2 段をもっと早くから開始することも可能である。この酸化性不動態化方法を、酸素の分圧が  $8 \text{ kPa}$  より高い 1 種または複数種のガス流れを用いて直接実施することも可能である。適切な熱除去の手段が備えられているならば、これは空気であってもよい。触媒仕込み原料が移動床中にある場合、特に移動床が、たとえば回転炉、流動床炉、帯状炉、重力床反応炉、あるいは上昇床装置などのような場合には、このことは特にあてはまる。

## 【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

第2工程は、前記触媒の細孔の中に、少なくとも1種の有機液体（炭化水素または有機化合物）を含浸させるための処理である。この有機液体（または留分）は、初留点が120 を超える、好ましくは180 を超える、より好ましくは240 を超えるものである。その液体は、ホワイトスピリット、灯油、ガスオイル、減圧蒸留留出物、潤滑油、ワックスまたはパラフィンからなる群より選択される液状炭化水素であってよい。別な炭化水素試剤も使用することはできるが、ただし、その試剤が、反応器中で触媒を使用する初期の段階で除去されて、それにより、処理すべき供給原料の分子がその触媒の活性点へ到達することが妨害されるようなことが全くない、という必要がある。有機液体化合物は、炭素および水素、場合によってはヘテロ原子たとえば酸素、硫黄または窒素を含む有機化合物であるのが好ましく、例を挙げれば、アルコール、アルデヒド、ケトン、エステル、アミン、アミド、メルカプタン、スルフィドまたはスルホンなどである。特に好適なエステルは、植物油または動物油、特に不飽和脂肪酸トリグリセリドである。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

工業規模の実施態様で好ましいのは、前記ガス流れとの接触を、1種または複数種のいずれもその酸素の分圧が8 kPa を超えるガス流れを用いて、1段または多段で実施することである。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0020】

その1種または複数種のガス流れが空気であれば、特に好ましい。