



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0014031
(43) 공개일자 2025년02월03일

<p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C10M 177/00</i> (2006.01) <i>C10G 49/02</i> (2006.01) <i>C10G 53/02</i> (2006.01) <i>C10G 65/02</i> (2006.01) <i>C10G 67/00</i> (2006.01) <i>C10G 73/02</i> (2006.01) <i>C10M 171/02</i> (2006.01) <i>C10M 175/00</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류 <i>C10M 177/00</i> (2013.01) <i>C10G 49/02</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2023-0093262 (22) 출원일자 2023년07월18일 심사청구일자 없음</p>	<p>(71) 출원인 에스케이이노베이션 주식회사 서울특별시 종로구 종로 26 (서린동) 에스케이엔무브 주식회사 서울특별시 종로구 종로 26 (서린동)</p> <p>(72) 발명자 전영욱 대전광역시 유성구 엑스포로 325 SK이노베이션 박준수 대전광역시 유성구 엑스포로 325 SK이노베이션 노경석 대전광역시 유성구 엑스포로 325 SK이노베이션</p> <p>(74) 대리인 청운특허법인</p>
---	--

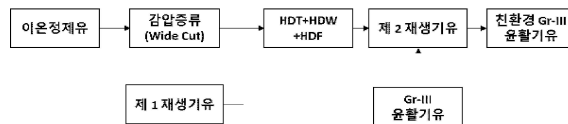
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **윤활기유를 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 윤활기유**

(57) 요약

본 개시의 일 구현예에 따르면, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법이 제공되며, 상기 방법은 폐윤활유 유래의 정제 유분을 제공하는 단계, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 API group III 미만의 윤활기유를 포함하는 윤활유로부터 유래되며, 상기 폐윤활유 유래의 정제유분은 감압 이온정제유, 제1 재생기유, 또는 이들의 조합을 포함하고; 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 탈락성하여 제2 재생기유를 생성하는, 탈락성 단계; 및 상기 제2 재생기유를 별도의 윤활기유와 배합하여, group III 이상의 윤활기유 혼합물을 생성하는, 배합 단계를 포함한다. 상기 방법에 의하면, 품질이 낮은 폐윤활유를 보다 높은 품질의 윤활기유의 제조 공정 공급 원료로 사용할 수 있어 경제적인 측면에서 이점이 있으며, 폐윤활유를 고급 윤활기유의 제조 공정 공급 원료로 재활용하여 친환경적 측면에서도 이점이 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C10G 53/02 (2013.01)

C10G 65/02 (2013.01)

C10G 67/00 (2013.01)

C10G 73/02 (2013.01)

C10M 171/02 (2013.01)

C10M 175/0033 (2013.01)

C10M 175/0041 (2013.01)

C10M 175/0058 (2013.01)

C10G 2300/1007 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

윤활기유 혼합물을 제조하는 방법으로서,

폐윤활유 유래의 정제 유분을 제공하는 단계, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 API group III 미만의 윤활기유를 포함하는 윤활유로부터 유래되며, 상기 폐윤활유 유래의 정제유분은 감압 이온정제유, 제1 재생기유, 또는 이들의 조합을 포함하고;

상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 탈왁싱하여 제2 재생기유를 생성하는, 탈왁싱 단계; 및

상기 제2 재생기유를 별도의 윤활기유와 배합하여, group III 이상의 윤활기유 혼합물을 생성하는, 배합 단계를 포함하는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 200 ppm 이상 3000 ppm 이하의 황 함량, 100 ppm 이상 1200 ppm 이하의 질소 함량, 및 4 이상 11 cSt 이하의 100 °C에서의 동점도를 포함하는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 탈왁싱 단계는 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 수소화 처리(hydrotreating)하는 단계, 수소화 탈왁싱(hydrodewaxing)하는 단계, 및 수첨 마무리(hydrofinishing)하는 단계를 포함하는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 4

청구항 3에 있어서,

상기 수소화 탈왁싱 단계는 EU-2 제올라이트 담체, 알루미늄 및 실리카-알루미늄 담체 중 일 이상을 포함하는 촉매의 존재 하에 수행되며, 300 °C 이상 350 °C 이하의 온도 및 60 kg/cm² 이상 150 kg/cm² 이하의 압력에서 수행되는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 5

청구항 4에 있어서,

상기 촉매는 금속 활성 성분으로서 Co, Ni, Pt, Pd, Mo, W, 또는 이들의 조합을 포함하는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서,

상기 별도의 윤활기유는 6 내지 7 cSt의 100 °C에서의 동점도, 120 이상의 점도 지수, -10 °C 이하의 유동점, 및 5400 cP 이하의 -30 °C에서의 CCS(Cold Crank Simulator) 점도를 포함하는, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양은 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 1 내지 30 부피%인, 윤

활기유 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 8

청구항 1 내지 7 중 어느 한 항의 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물.

청구항 9

청구항 8에 있어서,

상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 점도 지수가 120 이상이고, 포화도가 90% 이상인, 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는 윤활기유를 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 윤활기유에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 폐윤활유는 일련의 정제 공정을 거쳐, 국내에서는 전량이 연료유로 사용되고, 해외에서는 일부는 연료유로, 또 다른 일부는 저급 재생기유로 사용되고 있다.

[0003] 한편, 일반적으로 우수한 윤활기유는 높은 점도지수를 지니며, 안정성(산화, 열, UV 등)이 우수하고, 휘발성이 적은 특성을 갖는다. 미국석유회 API(American Petroleum Institute)에서는 윤활기유를 품질에 따라 하기의 표 1와 같이 분류하고 있다.

표 1

Group	황 함량 (ppm)		포화도 (%)	점도 지수 (VI)
I	> 300	및/또는	< 90	80-120
II	≤ 300	및	≥ 90	80-120
III	≤ 300	및	≥ 90	> 120
VI	All Polyalphaolefins(PAOs)			
V	상기 Group I-IV에 속하지 않는 모든 스톱			

[0005] 상기 분류에서, Group I에서 V로 갈수록 윤활기유로서의 품질이 우수한 것으로 평가되며, 그 중, Group III 윤활기유는 일반적으로 고도의 수침 분해반응에 의해 제조된다. 통상적으로, Group III 이상의 고급 윤활기유 제조를 위한 공급 원료로서, 연료유 수소화 분해공정에서 연료유로 전환되지 않고 남은 중질 유분인 미전환유가 사용된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) KR 10-2021-0002682 A

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 개시는 윤활기유를 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 윤활기유를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 개시의 제1 관점(first aspect)에 따르면, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법이 제공되며, 상기 방법은 폐윤

활유 유래의 정제 유분을 제공하는 단계, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 API group III 미만의 윤활기유를 포함하는 윤활유로부터 유래되며, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 이온정제유, 제1 재생기유, 또는 이들의 조합을 포함하고; 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 탈왁싱하여 제2 재생기유를 생성하는, 탈왁싱 단계; 및 상기 제2 재생기유를 별도의 윤활기유와 배합하여, group III 이상의 윤활기유 혼합물을 생성하는, 배합 단계를 포함한다.

- [0009] 일 구현예에 따르면, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 200 ppm 이상 3000 ppm 이하의 황 함량, 100 ppm 이상 1200 ppm 이하의 질소 함량, 및 4 이상 11 cSt 이하의 100 °C에서의 동점도를 포함할 수 있다.
- [0010] 일 구현예에 따르면, 상기 탈왁싱 단계는 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 수소화 처리(hydrotreating)하는 단계, 수소화 탈왁싱(hydrodewaxing)하는 단계, 및 수침 마무리(hydrofinishing)하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0011] 일 구현예에 따르면, 상기 수소화 탈왁싱 단계는 EU-2 제올라이트 담체, 알루미늄 및 실리카-알루미늄 담체 중 일 이상을 포함하는 촉매의 존재 하에 수행되며, 300 °C 이상 350 °C 이하의 온도 및 60 kg/cm² 이상 150 kg/cm² 이하의 압력에서 수행될 수 있다.
- [0012] 일 구현예에 따르면, 상기 촉매는 금속 활성 성분으로서 Co, Ni, Pt, Pd, Mo, W, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0013] 일 구현예에 따르면, 상기 별도의 윤활기유는 6 내지 7 cSt의 100 °C에서의 동점도, 120 이상의 점도 지수, -10 °C 이하의 유동점, 및 5400 cP 이하의 -30 °C에서의 CCS(Cold Crank Simulator) 점도를 포함할 수 있다.
- [0014] 일 구현예에 따르면, 상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양은 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 1 내지 30 부피%일 수 있다.
- [0015] 본 개시의 제2 관점에 따르면, 전술한 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물이 제공된다.
- [0016] 일 구현예에 따르면, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 점도 지수가 120 이상이고, 포화도가 90% 이상일 수 있다.

발명의 효과

- [0017] 본 개시에 따르면, 품질이 낮은 폐윤활유를 보다 높은 품질의 윤활기유의 제조 공정 공급 원료로 사용할 수 있어 경제적인 측면에서 이점이 있으며, 폐윤활유를 폐기하지 않고 재사용하여 친환경적 측면에서도 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1 및 도 2는 일 구현예에 따른 공정 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 본 개시의 목적, 장점, 및 특징들은 첨부된 도면들과 연관되는 이하의 상세한 설명과 바람직한 실시예들로부터 더욱 명백해질 것이나, 본 개시가 반드시 이에 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 개시를 설명함에 있어서, 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 개시의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명은 생략한다.
- [0020] 이하, 첨부된 도면을 참조하여, 본 개시의 일 구현예를 상세히 설명한다.
- [0021] 본 개시의 제1 관점에 따르면, 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법이 제공되며, 상기 방법은 폐윤활유 유래의 정제 유분을 제공하는 단계, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 API group III 미만의 윤활기유를 포함하는 윤활유로부터 유래되며, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 감압 이온정제유, 제1 재생기유, 또는 이들의 조합을 포함하고; 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 탈왁싱하여 제2 재생기유를 생성하는, 탈왁싱 단계; 및 상기 제2 재생기유를 별도의 윤활기유와 배합하여, group III 이상의 윤활기유 혼합물을 생성하는, 배합 단계를 포함한다. 상기 윤활기유 혼합물 제조 방법은 개략적으로 도 1에 도시된 바와 같다.
- [0022] 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분은 전술한 미국석유회(API) 윤활기유 분류의 group III 미만에 속하는 성상을 갖는 윤활기유를 포함하는 윤활유로부터 유래되며, 보다 구체적으로는 group III 미만에 속하는 성상을 갖는 윤활기유를 포함하는 윤활유가 사용되고 난 후 발생하는 폐윤활유로부터 유래된다. 구체적으로, 상기 group III 미만에 속하는 성상을 갖는 윤활기유는 300 ppm 이상의 황 함량, 90% 미만의 포화도, 120 이하의 점도 지수, 또

는 이들의 조합을 포함한다. 통상적으로 윤활유에는 윤활기유에 다양한 첨가제가 첨가되는데, 상기 첨가제는 윤활기유로서의 사용에 적합하지 않은 불순물을 다량 포함하고 있는 바, 폐윤활유 유래의 정제 유분 또한 불순물을 다량 함유할 수 있다. 예를 들어, 상기 group III 미만의 윤활기유를 포함하는 폐윤활유는 1000 내지 3000 ppm의 황, 500 내지 2000 ppm의 질소, 100 내지 2000 ppm의 염소 및 그 밖의 윤활 작용 중 유입될 수 있는 금속 불순물 등을 포함할 수 있다.

[0023] 일 구현예에서, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분 제공 단계는 폐윤활유를 원심 분리하는 단계, 상압 증류하는 단계, 감압 증류하는 단계, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 상기 단계는 폐윤활유 유래의 유분에 존재하는 황, 질소, 염소 및 금속 불순물의 함량을 낮추는 단계에 해당한다. 본 개시에 사용된 용어 “폐윤활유 유래의 정제 유분”은 폐윤활유 유래의 유분이 정제 단계에 도입된 후에 얻어지는 유분을 지칭하는 것으로, 폐윤활유에 비해 감소된 불순물 함량을 갖는다.

[0024] 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분 제공 단계는 바람직하게는 상기 group III 미만의 윤활기유를 포함하는 폐윤활유를 원심 분리하는 단계, 감압 증류하는 단계, 및 상압 증류하는 단계를 포함할 수 있으며, 더욱 바람직하게는 원심 분리, 상압 증류 및 감압 증류의 순서로 수행될 수 있다.

[0025] 상기 원심 분리 단계는 폐윤활유에 존재하는 불순물을 분리하여 제거하기 위한 것으로서, 약 100 rpm 내지 3000 rpm의 회전 속도로 수행될 수 있다. 상기 원심 분리 대신, 자연 침전에 의한 불순물의 침전 또한 가능하나, 분리 속도 및 성능의 관점에서 원심 분리가 보다 바람직하다. 또한, 상기 원심 분리 단계는 응집제의 투입을 수반할 수 있으며, 이 경우 응집제 투입에 의해 응집된 불순물이 회전에 의해 분리되어 제거된다. 응집제는 불순물의 응집을 가능하게 하는 것이면 제한이 없으나, 비-제한적인 예로서 인산암모늄이 응집제로 사용될 수 있다. 일 구현예에서, 상기 원심 분리 단계는 80 내지 120 °C에서 수행될 수 있으며, 해당 온도 범위에서 응집물의 분리가 원활하게 이루어질 수 있다.

[0026] 일 구현예에서, 원심 분리에 의해 밀도가 높고, 폐윤활유에 혼화되지 않은 고체상 불순물이 일차적으로 제거된 후의 폐윤활유는 대기압 하에서의 상압 증류에 도입된다. 상압 증류는 약 50 °C 내지 350 °C의 온도에서 수행되며, 상압 증류 온도가 증가함에 따라, 폐윤활유 내의 유분이 비점이 낮은 순서대로 증류되어 분별된다. 상기 상압 증류 단계에서 분별되는 유분 중, 약 150 °C 이상의 비점을 갖는 유분이 정제 유분 생성을 위해 수집된다. 이와 같이, 원심분리 및 상압 증류를 거친 후의 폐윤활유 유래의 유분은 “이온정제유”로 지칭될 수 있다.

[0027] 일 구현예에서, 상압 증류 단계에서 수집된 유분은 이후 감압 증류에 도입된다. 이는 상압 증류 단계에서 얻어진 상기 유분의 보다 세부적인 분별을 위한 것으로서, 대기압 하에서 상기 유분의 세부적 분별을 위해 증류 온도를 증가시키는 경우, 유분의 크래킹이 초래될 수 있는 바, 감소된 압력 및 온화한 온도 조건에서 수행된다. 상기 감압 증류는 10 torr 이하의 압력 및 150 내지 350 °C의 온도에서 수행될 수 있다. 상기 감압 증류 단계 중, 300 내지 550 °C의 비점을 갖는 유분이 수집되며, 이는 “감압 이온정제유”로 지칭된다. 상기 감압 이온정제유는 약 0.8 내지 1.0의 비중, 약 80 내지 150의 점도 지수(viscosity index, VI), 및 약 -20 °C 내지 0 °C의 유동점을 가질 수 있다. 또한, 상기 감압 이온정제유는 상기 폐윤활유에 비해 감소된 불순물 함량을 가질 수 있다. 상기 감압 이온정제유는 ASTM 기준으로 약 5 내지 6의, 갈색에 가까운 색상을 나타내며, 상기 원심 분리 및 2 단계의 증류에 의해, 상기 감압 이온정제유는 정제 이전에 폐윤활유에 존재하였던 침전물 및 수분의 함량보다 감소된 침전물 및 수분 함량을 가질 수 있다.

[0028] 일 구현예에서, 상기 감압 이온정제유는 200 ppm 이상 3000 ppm 이하의 황 함량, 100 ppm 이상 1200 ppm 이하의 질소 함량, 및 4 이상 11 cSt 이하의 100 °C에서의 동점도를 포함할 수 있다.

[0029] 일 구현예에서, 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분 제공 단계는 용매 추출 또는 제1 수소화 처리 단계를 포함할 수 있다. 폐윤활유 유래의 유분의 용매 추출은 혼합조에서 폐윤활유 유래의 유분 및 용매를 혼합한 후 이를 정지시켜 상 분리시켜 얻고자 하는 유분이 주 성분인 상을 수득하고, 불순물이 다량 함유된 상을 제거하는 단계이다. 상기 용매 추출에 사용되는 용매는 폐윤활유 유래의 유분 내의 오일 성분보다 불순물과의 친화성이 높은 용매로서, 주로 사용되는 용매는 N-Methyl-2-Pyrrolidone(NMP), Sulfolane, DMSO, Furfural, 페놀 및 아세톤이 있다. 상기 용매는 불순물에 대한 친화도가 높고, 폐윤활유 유래의 유분에 대한 친화도가 낮아 폐윤활유 유래의 유분과 상 분리되며, 이후의 용매 분리를 위해 휘발도 차이가 있는 것이라면 제한 없이 사용될 수 있다.

[0030] 상기 폐윤활유 유래의 유분의 용매 추출은 약 30 내지 200 °C, 바람직하게는 약 30 내지 150 °C, 보다 바람직하게는 약 40 내지 120 °C의 온도 및 대기압 내지 20 kg/cm², 바람직하게는 대기압 내지 15 kg/cm², 보다 바람직

하계는 대기압 내지 10 kg/cm^2 의 압력 하에서 수행될 수 있다.

- [0031] 또한, 상기 폐윤활유 유래의 유분의 용매 추출 단계에서 사용되는 용매 대 정제 유분 내의 오일 성분의 체적비는 1:1 내지 6:1, 바람직하게는 1:1 내지 5:1, 1:1 내지 4:1, 1:1 내지 3:1, 1:1 내지 2:1, 2:1 내지 5:1, 2:1 내지 4:1, 2:1 내지 3:1, 3:1 내지 5:1, 3:1 내지 4:1, 및 4:1 내지 5:1일 수 있다. 더욱 바람직하게는, 상기 체적비는 1.5:1 내지 3:1일 수 있다. 상기 체적비는 용매 추출에 의한 불순물의 제거 수준 및 이후 폐윤활유 유래의 정제 유분으로부터 생성되는 윤활기유의 수율의 밸런스의 관점에서 바람직하다.
- [0032] 폐윤활유 유래의 유분의 제1 수소화 처리는 폐윤활유 유래의 유분을 촉매의 존재 하에 고온 및 고압으로 수소화하여 폐윤활유 유래의 유분에 함유된 황, 질소, 염소 및 그 외의 금속 불순물을 제거함과 동시에 폐윤활유 유래의 유분에 존재하는 불포화 탄화수소를 포화시키는 단계이다.
- [0033] 상기 제1 수소화 처리는 촉매의 존재 하에 수행될 수 있다. 제1 수소화 처리용 촉매로서, Ni-Mo 계 촉매, Co-Mo 계 촉매, 레이니(Raney) 니켈, 레이니 코발트, 백금 계 촉매와 같은 촉매가 사용될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니며 수소포화반응 및 불순물 제거에 효과를 가지는 수소화 촉매라면 제한 없이 사용될 수 있다.
- [0034] 상기 제1 수소화 처리는 약 200 내지 500 °C, 바람직하게는 약 250 내지 450 °C, 보다 바람직하게는 약 300 내지 400 °C의 온도 조건, 50 kg/cm^2 내지 300 kg/cm^2 , 바람직하게는 50 kg/cm^2 내지 250 kg/cm^2 , 보다 바람직하게는 100 kg/cm^2 내지 200 kg/cm^2 의 압력 조건, 0.1 내지 5.0 hr^{-1} , 바람직하게는 0.3 내지 4.0 hr^{-1} , 보다 바람직하게는 0.5 내지 3.0 hr^{-1} 의 액체 공간 속도(LHSV) 조건, 및 300 내지 $3000 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$, 바람직하게는 500 내지 $2500 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$, 보다 바람직하게는 1000 내지 $2000 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$ 의 정제 유분에 대한 수소의 체적비 조건 하에서 수행될 수 있다. 상기 조건은 이후 탈왁싱 촉매의 수명에 영향을 주지 않는 범위 내이며, 상기 조건 하에서 폐윤활유 유래의 유분에 존재하는 황, 질소 등의 불순물 함량의 제거 수준의 최소화 및 최종 생성물인 윤활기유의 수율 손실(loss)의 최소화를 달성할 수 있다. 상기와 같이, 폐윤활유 유래의 유분을 용매추출 또는 제1 수소화 처리를 포함하는 정제 단계에 도입하여 얻어진 폐윤활유 유래의 정제 유분은 “제1 재생기유”로 지칭된다.
- [0035] 일 구현예에서, 상기 제1 재생기유는 100 내지 3000 ppm의 황 함량, 100 내지 1000 ppm의 질소 함량 및 5 내지 200 ppm의 염소 함량을 포함할 수 있다. 또한, 상기 제1 재생기유는 350 내지 550 °C, 보다 바람직하게는 420 내지 520 °C의 비점을 가져, 비점 범위가 이온정제유에 비해 좁을 수 있다.
- [0036] 상기 폐윤활유 유래의 정제유분은 전술한 감압 이온정제유, 제1 재생기유, 또는 이들의 조합을 포함한다.
- [0037] 일 구현예에서, 상기 폐윤활유 유래의 정제유분은 200 ppm 이상 3000 ppm 이하의 황 함량, 100 ppm 이상 1200 ppm 이하의 질소 함량, 및 4 이상 11 cSt 이하의 100 °C에서의 동점도를 포함할 수 있다.
- [0038] 상기 방법은 상기 폐윤활유 유래의 정제 유분을 탈왁싱하여 제2 재생기유를 생성하는, 탈왁싱 단계를 포함한다. 여기서, “제2 재생기유”는 탈왁싱 단계에서 탈왁싱된 폐윤활유 유래의 정제 유분을 지칭한다. 탈왁싱 단계는 폐윤활유 유래의 정제 유분에 함유된 왁스 성분을 선택적으로 이성화(isomerization)시켜 저온 성상을 개선하고(낮은 유동점의 확보), 높은 점도 지수(VI)를 유지할 수 있도록 한다. 본 개시에서는 상기 탈왁싱 단계에 사용되는 촉매의 개선을 통하여 효율 및 수율의 향상을 달성하고자 한다. 상기 탈왁싱 단계는 수소화 처리 반응(hydrotreating), 수소화 탈왁싱(hydrodewaxing) 및 이후의 수첨 마무리(hydrofinishing) 반응을 포함할 수 있다.
- [0040] 수소화 탈왁싱에 앞서, 폐윤활유 유래의 정제 유분에 잔존하는 불순물 제거를 위한 제2 수소화 처리가 수행될 수 있으며, 제2 수소화 처리의 공정 조건 및 사용되는 촉매는 제1 수소화 처리와 동일할 수 있다.
- [0041] 일 구현예에서, 상기 수소화 탈왁싱 단계는 EU-2 제올라이트 담체를 포함하는 촉매의 존재 하에 수행되며, 300 °C 이상 350 °C 이하의 온도 및 50 kg/cm^2 이상 150 kg/cm^2 이하의 압력에서 수행될 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 수소화 탈왁싱 단계는 310 °C 이상 340 °C 이하의 온도, 바람직하게는 320 °C 이상 330 °C 이하의 온도, 및 60 kg/cm^2 이상 140 kg/cm^2 이하의 압력, 바람직하게는 60 kg/cm^2 이상 130 kg/cm^2 이하의 압력에서 수행될 수 있다.
- [0042] 이후의 수첨 마무리는 200 내지 250 °C의 공정 온도에서 수행된다는 점을 제외하고, 사용되는 촉매 및 나머지

공정 조건이 상기 수소화 탈락싱 단계와 동일할 수 있다.

- [0043] 일반적으로 촉매 탈락싱 반응의 주요 반응은 이성화 반응으로 저온 정상 개선을 위해 N-paraffin을 iso-paraffin으로 전환하는 것인데, 여기에 사용되는 촉매는 주로 이원기능형(Bi-functional) 촉매인 것으로 보고되어 있다. 이원기능형 촉매는 수소화/탈수소화 반응을 위한 금속 활성성분(Metal Site)과 carbenium ion을 통한 골격 이성화 반응(skeletal isomerization)을 위한 산점을 갖는 담체(Acid Site)의 두 가지 활성 성분으로 구성되는데, Zeolite 구조의 촉매는 Aluminosilicate 담체와, 8족 금속 및 6족 금속 중에서 하나 이상 선택되는 금속으로 구성되는 것이 일반적이다.
- [0044] 본 개시의 탈락싱 촉매는 분자체(Molecular Sieve), 알루미늄 및 실리카-알루미늄으로부터 선택되는 산점을 가지는 담체를 포함할 수 있다. 상기 산점을 가지는 담체의 종류로는 분자체, 알루미늄, 실리카-알루미늄 등을 포함하며, 이 중 분자체는 결정성 알루미늄노실리케이트(제올라이트, Zeolite), SAPO, ALPO 등을 말하는 것으로서, 10-원 산소 링(10-membered Oxygen Ring)을 갖는 Medium Pore 분자체로서 SAPO-11, SAPO-41, ZSM-11, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-48 등과, 12-원 산소링을 가지는 Large Pore 분자체가 사용될 수 있다.
- [0045] 특히 본 개시에서는 바람직하게 담체로서 상 전이 정도가 조절된 EU-2 제올라이트를 사용할 수 있다. 순수한 제올라이트가 생성된 후에 합성 조건이 변화하거나, 수열 합성 조건이 동일하더라도 일정 시간이 넘어서 합성이 지속되면, 합성된 제올라이트 결정이 더 안정한 상(Phase)으로 서서히 전이를 일으키는 경우가 있는데, 이와 같은 현상을 제올라이트의 상 전이(Phase Transformation)라고 하며, 상기 제올라이트의 상 전이 정도에 따라 개선된 이성화 선택 성능을 보이고, 이를 이용한 촉매 탈락싱 반응에서도 우수한 성능을 보일 수 있음을 확인하였다.
- [0046] 일 구현예에서, 상기 촉매는 금속 활성 성분으로서 Co, Ni, Pt, Pd, Mo, W, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 상기 촉매는 전술한 담체와 함께 주기율표의 2족, 6족, 9족 및 10족원소로부터 선택되는 하나 이상의 수소화 기능을 갖는 금속을 포함할 수 있으며, 수소화/탈수소화 성능의 관점에서 특히 9족 및 10족 (즉, VIII 족) 금속 중에는 Co, Ni, Pt, Pd가 바람직하며, 6족(즉, VIB족) 금속 중에는 Mo, W가 바람직하다.
- [0047] 상기와 같은 촉매의 존재 하에 생성되는 제2 재생기유는 5 ppm 미만의 황 함량, 1 ppm 미만의 질소 함량을 가지며, 100 이상 120 이하의 점도 지수를 나타내어, group III 윤활기유에 가까운 성상을 가질 수 있다. 일 구현예에서, 탈락싱 단계에서 생성되는 제2 재생기유가 상기 황 함량 및 질소 함량보다 높은 불순물 함량을 갖는 경우, 탈락싱 단계 이후 불순물의 제거를 위한 추가적인 수소화 처리(hydrotreating)에 도입될 수 있다.
- [0048] 상기 방법은 상기 제2 재생기유를 별도의 윤활기유와 배합하여, group III 이상의 윤활기유 혼합물을 생성하는, 배합 단계를 포함한다. 여기서, group III 이상의 윤활기유 혼합물은 상기 표 1의 group III에 해당하는 성상을 갖거나, group III 윤활기유 조건보다 낮은 황 함량, 높은 포화도, 높은 점도 지수, 또는 이들의 조합을 포함하는 윤활기유 혼합물을 지칭한다. 전술한 바와 같이, 제2 재생기유는 group III 윤활기유에 가까운 성상을 가져, group III 이상의 등급에 해당하는 별도의 윤활기유와 일정량으로 배합되는 경우에 최종 제품인 윤활기유 혼합물이 group III 이상의 윤활기유일 수 있도록 한다. 즉, 상기 방법은 group III 미만의 윤활기유를 포함하는 폐 윤활유로부터 유래된 유분을 group III 이상의 윤활기유 제조를 위한 공급 원료로서 사용하여, group III 이상의 윤활기유 제조 비용을 절감할 수 있다.
- [0049] 일 구현예에서, 상기 별도의 윤활기유는 6 내지 7 cSt의 100 °C에서의 동점도, 120 이상의 점도 지수, -10 °C 이하의 유동점, 및 5400 cP 이하의 -30 °C에서의 CCS(Cold Crank Simulator) 점도를 포함할 수 있다. 또한, 상기 별도의 윤활기유는 1 ppm 미만의 황, 질소 및 염소 함량을 포함할 수 있다.
- [0050] 일 구현예에서, 상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양은 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 1 내지 30 부피%일 수 있다. 상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양이 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 1 부피% 미만인 경우, 제2 재생기유가 최종 제품인 group III 이상의 윤활기유 혼합물에서 차지하는 비율이 낮아 제조 비용 절감 효과가 크지 않을 수 있으며, 상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양이 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 1 부피% 미만인 경우, 최종 제품인 윤활기유 혼합물이 group III 이상의 성상을 갖지 못할 수 있다. 일 구현예에서, 상기 배합 단계에서 배합되는 제2 재생기유의 양은 바람직하게는 group III 이상의 윤활기유 혼합물의 5 내지 25 부피%, 더욱 바람직하게는 10 내지 20 부피%일 수 있다.
- [0051] 본 개시의 제2 관점에 따르면, 상기 제1 재생기유와 별도의 윤활기유를 배합하는 단계 및 이후의 수소화 탈락싱 및 수첨 마무리 단계를 포함하는 윤활기유 혼합물을 제조하는 방법이 제공된다. 상기 방법은 개략적으로 도 2에 도시된 바와 같이 수행될 수 있다. 상기 방법의 제1 재생기유 및 별도의 윤활기유는 제1 관점에 따른 제1 재생

기유 및 별도의 윤활기유와 동일한 성상을 가지며, 배합량, 및 수소화 탈락성 및 수첨 마무리 단계의 공정 조건 또한 제1 관점과 동일할 수 있다. 상기 방법에 의하면, group III 이상의 윤활기유 혼합물이 수득될 수 있다.

[0052] 본 개시의 제3 관점에 따르면, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물이 제공된다. 전술한 바와 같이, 제2 재생기유는 group III 미만의 윤활기유를 포함하는 폐윤활유로부터 유래된 탈락성된 정제 유분에 해당하며, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 폐윤활유 유래의 유분을 포함하면서도 하기와 같은 group III 윤활기유로서의 성상을 유지할 수 있다. 즉, 본 개시의 일 관점에 따른 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 보다 저급의 윤활기유로부터 유래된 유분을 보다 고급의 윤활기유의 성분으로서 활용할 수 있어 경제적인 측면에서 이점이 있으며, 폐윤활유를 폐기하는 대신 고급 윤활기유 제조 공정의 공급 원료로 재활용함으로써 폐기되는 오일의 양을 감소시킬 수 있다는 점에서 친환경적인 측면에서도 이점이 있다.

[0053] 일 구현예에서, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 120 초과의 점도 지수 및 90% 이상의 포화도를 포함할 수 있다. 즉, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 표 1의 group III 윤활기유의 점도 지수 및 포화도를 충족하는 윤활기유일 수 있다. 일 구현예에서, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 바람직하게는 125 이상의 점도 지수, 더욱 바람직하게는 130 이상의 점도 지수를 포함할 수 있다. 또한, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 바람직하게는 95% 이상, 더욱 바람직하게는 99% 이상의 포화도를 포함할 수 있다.

[0054] 일 구현예에서, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 각각 1 ppm 미만의 황, 질소 및 염소 함량을 포함할 수 있다. 즉, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 group III 윤활기유의 불순물 함량 조건을 충족할 뿐 아니라, 실질적으로 불순물이 없을 수 있다.

[0055] 일 구현예에서, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 27 이상의 Saybolt color 값을 포함할 수 있다. 상기 Saybolt Color 수치가 27 이상인 경우, Water White 등급의 안정성을 갖는 윤활기유인 것으로 취급된다. Water White 등급의 윤활기유는 1 ppm 미만의 황 및 질소 함량을 갖고, 포화도가 99% 이상이며, 방향족 함량이 1% 미만으로서, 통상적인 API Group III 윤활기유보다 더욱 안정한 윤활기유에 해당한다.

[0056] 일 구현예에서, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 ASTM D 2008에 의해 측정된, 2.5 이하의 UV 260~350 nm 흡광도 및 0.7 이하의 UV 325 nm 흡광도를 나타낼 수 있다. 여기서 260~350 nm의 파장에 대한 흡광도는 3 이상의 방향족 고리를 갖는 성분을 함유한다는 점을 나타내며, 325 nm의 파장에 대한 흡광도는 3 내지 7의 방향족 고리를 갖는 성분을 함유한다는 점을 나타내는데, 상기 제2 재생기유를 포함하는 윤활기유 혼합물은 이들 파장에 대한 낮은 흡광도를 갖는 바, 방향족 함량이 적으며, 따라서 높은 안정성을 갖는다.

[0057] 이하, 본 개시의 이해를 돕기 위해 바람직한 실시예를 제시하지만, 하기의 실시예는 본 개시를 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 본 개시가 이에 한정되는 것은 아니다.

[0058] **실시예**

[0059] **본 개시의 제조 방법에 의해 제조된 윤활기유의 성상 및 특성 측정**

[0060] 약 2000 ppm의 황, 약 1500 ppm의 질소 및 약 1500 ppm의 염소 함량을 갖는 폐윤활유를 약 300 rpm의 속도로 원심분리하고, 이를 상압 증류 및 감압 증류하여 감압 이온정제유를 얻었다. 하기와 같은 공정 조건의 감압 증류에서 얻어진 감압 이온정제유는 400 °C 이상 550 °C 이하의 비점을 갖는 중질 유분을 함유하였다.

[0061] 여기서 상기 상압 증류는 50 °C 내지 350 °C의 온도 및 대기압 하에서 수행되었으며, 상기 감압 증류의 공정 조건은 아래 표 2와 같다.

표 2

감압 증류의 공정 조건

온도	100 내지 350 °C
압력	10 torr

[0063] 한편, 전술한 폐윤활유와 동일한 불순물 함량을 갖는 별도의 폐윤활유를 약 300 °C의 온도 조건, 약 60 내지 150 kg/cm²의 압력 조건, 약 3.0 hr⁻¹의 액체 공간 속도(LHSV) 조건, 및 약 1000의 폐윤활유 유래의 유분에 대한 수소의 체적비 조건 하에서 수소화 처리하여 제1 재생기유를 수득하였다. 이후, 상기 감압 이온정제유와 제1

재생기유를 1:1의 체적비로 혼합한 폐윤활유 유래의 정제 유분을 수소화 탈락싱하였다. 수소화 탈락싱은 약 350 °C의 온도 및 약 150 kg/cm²의 압력 하에서, 담체로서의 EU-2 제올라이트 및 금속 활성 성분으로서 Ni를 포함하는 수소화 촉매의 존재 하에 수행되었다. 이후의 수첨 마무리는 수소화 탈락싱과 동일한 수소화 촉매의 존재 하에, 약 230 °C의 온도 및 약 60 내지 150 kg/cm²의 압력에서 수행되었다. 상기 수소화 탈락싱 및 수첨 마무리 후에 제2 재생기유가 수득되었다.

[0064] 수득된 제2 재생기유를 6.3 cSt의 100 °C에서의 동점도, 130의 점도 지수, -12 °C의 유동점, 및 6200 cP의 -30 °C에서의 CCP 점도를 갖는 별도의 윤활기유(YU-6)과 배합하여 윤활기유 혼합물을 수득하였다. 여기서 배합되는 제2 재생기유의 양은 상기 윤활기유 혼합물의 20 부피%였다.

[0065] 상기 제조 방법에 의해 제조된 윤활기유 혼합물에 대해 성상 및 여러 특성을 측정하였으며, 측정 결과, 상기 윤활기유 혼합물은 0.84의 비중, 7.3 cSt의 100 °C에서의 동점도, 129의 점도 지수(VI) 및 -33 °C의 동점도를 나타내었고, 황, 질소 및 염소의 함량이 각각 1 ppm 미만으로, 불가피한 미량을 제외한 불순물을 거의 함유하지 않았다. 상기 사항 외에, 상기 윤활기유 혼합물에 대해 측정된 특성은 하기 표 3과 같다.

[표 3]

본 개시의 제조방법에 의해 제조된 윤활기유의 특성

항목	시험법	Specification
외관	Visual	Bright & Clear
Saybolt Color	ASTM D 156	Min. +27
포화도, %	ASTM D 7419	Min. 99
UV 260-350nm	ASTM D 2008	Max. 3.0
UV 325 nm	ASTM D 2008	Max. 1.0
점도 지수	ASTM D 2270	Min. 120

[0066] .

[0067] 상기 윤활기유 혼합물은 최소 120의 점도 지수 및 최소 95%의 포화도를 가져, 상기 표 1에서의 Group III 윤활기유의 조건을 충족함을 알 수 있었다. 상기 윤활기유 혼합물은 육안으로 평가하였을 때, 밝고 깨끗한 색상이었으며, ASTM D 156에 따라 측정된 27 이상의 Saybolt Color를 나타내었다. 즉, 상기 윤활기유는 Water white 등급을 갖는 윤활기유로서, 고온에서의 높은 열 안정성을 갖는다.

[0068] 또한, 상기 윤활기유 혼합물은 260 내지 350 nm의 파장을 갖는 UV, 및 특히 325 nm의 파장을 갖는 UV에 대해 ASTM D 2008에 의해 측정된 최대 3.0(325 nm 파장에 대하여는 최대 1.0)의 낮은 흡광도를 나타내어, UV에 대한 안정성이 높음을 확인할 수 있다.

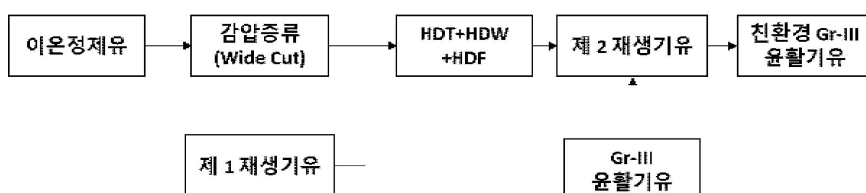
[0069] 이와 같이, 일정량의 폐윤활유 유래의 재생기유를 윤활기유 제조의 공급 원료로 사용하는 경우, 최종 생성물인 윤활기유의 안정성 및 수율이 증가할 수 있으며, 폐윤활유를 단순히 폐기하지 않고 윤활기유 제조 공급 원료로서 재사용한다는 점에서 환경적 측면에서도 이점을 갖는다.

[0070] 이상 본 개시를 구체적인 구현예를 통하여 상세히 설명하였다. 구현예는 본 개시를 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 개시는 이에 한정되지 않는다. 본 개시의 기술적 사상 내에서 당해 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 그 변형이나 개량이 가능함은 명백하다고 할 것이다.

[0071] 본 개시의 단순한 변형 내지 변경은 모두 본 개시의 영역에 속하는 것으로 본 개시의 구체적인 보호 범위는 첨부된 특허청구범위에 의하여 명확해질 것이다.

도면

도면1



도면2

