

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4903802号  
(P4903802)

(45) 発行日 平成24年3月28日 (2012.3.28)

(24) 登録日 平成24年1月13日 (2012.1.13)

(51) Int. Cl.	F I
<b>BO1D 29/11 (2006.01)</b>	BO1D 29/10 510F
<b>BO1D 29/66 (2006.01)</b>	BO1D 29/10 510D
<b>BO1J 38/00 (2006.01)</b>	BO1D 29/10 520B
<b>BO1J 35/02 (2006.01)</b>	BO1D 29/38 510C
	BO1D 29/38 520A
請求項の数 19 (全 16 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2008-534798 (P2008-534798)	(73) 特許権者	506387465
(86) (22) 出願日	平成18年10月2日 (2006.10.2)		ザ ペトロリウム オイル アンド ガス
(65) 公表番号	特表2009-509765 (P2009-509765A)		コーポレーション オブ サウス アフ
(43) 公表日	平成21年3月12日 (2009.3.12)		リカ (プロプライエタリー) リミテッ
(86) 国際出願番号	PCT/ZA2006/000113		ド
(87) 国際公開番号	W02007/041726		南アフリカ共和国 7500 パロウ フ
(87) 国際公開日	平成19年4月12日 (2007.4.12)		ラン コンラディエ 151
審査請求日	平成21年5月27日 (2009.5.27)	(73) 特許権者	508104341
(31) 優先権主張番号	2005/8009		スタトイル ヒドロ アーエスアー
(32) 優先日	平成17年10月4日 (2005.10.4)		ノルウェー エン-4035 スタヴァン
(33) 優先権主張国	南アフリカ (ZA)		ゲル
(31) 優先権主張番号	60/740,624	(74) 代理人	100082005
(32) 優先日	平成17年11月28日 (2005.11.28)		弁理士 熊倉 禎男
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100088694
			弁理士 弟子丸 健
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 濾過方法および濾過装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) フィルタエレメントから濾液を得てこれを吸引すべく、中空フィルタエレメントの濾材と、フィルタエレメントの外面上に蓄積した全てのフィルタケーキとを通過して濾過圧力差を発生させる段階と、

b) フィルタの内部から触媒微細片を洗浄すべく、前記段階と並列的にまたは前記段階に続いて、フィルタエレメントの内部にすすぎ流体を充填する段階と、

c) バックフラッシング流体を、濾材を通過して逆方向に押出して蓄積したフィルタケーキを除去すべく、前記濾過圧力差とは逆の逆洗圧力差を発生させる段階とを有することを特徴とする3相スラリパブル塔反応器から液体を分離する方法。

【請求項 2】

前記段階のうちの少なくとも一は、反復させる段階であることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項 3】

濾過速度が所定のレベルに到達したとき、または所定時間の経過後に、フィルタの内部をすすぎ流体で充填することを特徴とする請求項1または2記載の方法。

【請求項 4】

前記フィルタの内部をすすぎ流体で充填する段階から所定時間を経過した後に、逆洗圧力を加える段階を続けることを特徴とする請求項1から3のいずれか1項記載の方法。

【請求項 5】

スラリ相では、フィルタエレメントの内部を充填するときのすすぎ流体の充填圧力は、フィルタエレメントの外部の圧力に同等か、これより低いことを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 6】

前記すすぎ流体は、微細片を含まない任意の炭化水素液からなることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

前記すすぎ流体は、フィッシャー・トロプシュ反応から得られる液体生成物から選択されることを特徴とする請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】

前記すすぎ流体の体積は、フィルタエレメントの内容積に等しいか、これより大きくなるように選択されることを特徴とする請求項 1 から 7 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

前記フィルタは、すすぎ流体中での微細片の懸濁を増大させるべく、乱流態様のすすぎ流体で充填されることを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 10】

すすぎ流体を、取出し、且つ、該すすぎ流体中に懸濁している全ての微細片と一緒に、更に処理するためのすすぎ流体容器に導く段階を有していることを特徴とする請求項 1 から 9 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 11】

前記フィルタエレメントの内部にすすぎ流体を充填する段階は、バックフラッシング段階の前に 1 回以上反復されることを特徴とする請求項 1 から 10 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】

前記フィルタエレメントの近傍でのスラリ相中の水の凝縮を防止すべく、すすぎ流体および逆洗流体の温度は十分に高い温度となるように選択されることを特徴とする請求項 1 から 11 のいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 13】

a) 少なくとも 1 つの中空包囲形フィルタエレメントと、  
b) フィルタの内容積に連通している 1 つ以上の導管とを有し、少なくとも 1 つの導管はすすぎ流体の流入を行うように構成されまたは連結されており、少なくとも 1 つの導管はすすぎ流体の流出を行うように構成されまたは連結されていることを特徴とする 3 相スラリバブル塔反応器から液体を分離する装置。

【請求項 14】

濾液の抽出を行うように構成されまたは連結された導管を有していることを特徴とする請求項 13 記載の装置。

【請求項 15】

バックフラッシング流体の流入を行うように構成されまたは連結された導管を有していることを特徴とする請求項 13 または 14 記載の装置。

【請求項 16】

前記導管には、該導管を通る流体の流れを防止しまたは許容する弁が設けられていることを特徴とする請求項 13 から 15 のいずれか 1 項記載の装置。

【請求項 17】

前記フィルタエレメントは、織成ワイヤフィルタまたはスロットフィルタを有することを特徴とする請求項 13 から 16 のいずれか 1 項記載の装置。

【請求項 18】

前記濾液およびすすぎ流体の出口は、フィルタエレメントの底に配置されていることを特徴とする請求項 13 から 17 のいずれか 1 項記載の装置。

【請求項 19】

前記すすぎ流体の流出を行うように構成されかつ連結された導管に流体連通しているす

10

20

30

40

50

すぎ流体貯蔵容器を有していることを特徴とする請求項 13 から 18 のいずれか 1 項記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、スラリバブル塔反応器から液体を分離する方法および装置に関する。

【背景技術】

【0002】

スラリバブル塔反応器は、低温フィッシャー・トロプシュ法 (Low Temperature Fisher-Tropsch (LTF T) process) 用の反応器として良く知られかつ広く使用されている。LTF T 法は、触媒粒子が懸濁されている炭化水素液の塔を通して、主として一酸化炭素および水素からなる合成ガスをバブリングする段階を有している。この合成ガスは、触媒の存在下で反応して、主として液体炭化水素を形成する。液体炭化水素は、通常、濾過により塔から分離される。フィルタは、好ましくは塔内に設けられる。触媒の粒子サイズ分布およびフィルタのメッシュサイズは、通常、選択された範囲内にある。一般に、このようなフィルタは、ステンレス鋼織成ワイヤメッシュ、焼結金属、ウェッジワイヤまたはセラミックのフィルタエレメントから製造される。フィルタの外面上には、しばしばフィルタケーキが蓄積する。これは通常のことであり、或る場合には濾過する必要があるが、濾過速度が許容レベルより低下した場合にはフィルタケーキを除去する必要がある。このフィルタケーキを除去する好ましい方法は、フィルタの定期的バックフラッシングである。しかしながら、触媒の微細片はフィルタ孔内に捕捉されるか、フィルタの濾過面上に集積されて、最終的には、バックフラッシングしても濾過速度が許容レベルより低下する。バックフラッシングは、或る場合には、フィルタの濾過面上に集積された微細片を、微細片が永久的に捕捉されるフィルタ孔内に押戻すため、濾過速度を低下させる問題を悪化させることがある。このような LTF T 塔からの許容できる損失を有する液体の許容できる濾過速度は、商業的成功を収めるために解決すべき大きい技術的障害であることは良く知られている。

【0003】

従来技術において提案されているこの問題の 1 つの解決法は、下記特許文献 1 において教示されているように、入念に選択された触媒の粒子サイズ分布とフィルタのメッシュサイズとを組合せることである。しかしながら、スラリバブル塔反応器内には時間の経過に伴い触媒摩滅が生じ、また、塔内には、選択された範囲外の触媒微細片が形成される。この結果、多くの研究が、スラリバブル塔反応器内の高い流量のため大きい成功を収めることなく耐摩性 LTF T 触媒に焦点を合わせている。下記特許文献 2 に教示されている他の解決法は、濾過を再開する前の待機時間中にフィルタをバックフラッシングして、塔内に乱流を発生させ、フィルタケーキを破碎しかつフィルタからフィルタケーキを除去できるようにする方法である。しかしながら、フィルタ孔内の触媒微細片およびフィルタの濾過面上の触媒微細片は、捕捉されたままに留まっている。

【0004】

【特許文献 1】国際特許公開 WO 00 / 45948 号明細書

【特許文献 2】欧州特許 EP 609 079 号明細書

【特許文献 3】米国特許第 5,407,644 号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、3 相混合物から液体を分離する方法および装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の一態様によれば、3 相スラリバブル塔反応器から液体を分離する方法が提供さ

10

20

30

40

50

れ、この方法は、

a) フィルタエレメントから濾液を得てこれを吸引すべく、中空フィルタエレメントの濾材と、フィルタエレメントの外面上に蓄積した全てのフィルタケーキとを通過して濾過圧力差を発生させる段階と、

b) フィルタの内部から触媒微細片を洗浄すべく、前記段階と並列的にまたは前記段階に続いて、フィルタエレメントの内部にすすぎ流体を充填する段階と、

c) バックフラッシング流体を、濾材を通過して逆方向に押出して蓄積したフィルタケーキを除去すべく、前記濾過圧力差とは逆の逆洗圧力差を発生させる段階とを有している。

【0007】

これらの段階は反復させる段階である。

段階(b)はすすぎ段階と呼ばれ、段階(c)は逆洗段階と呼ぶことができる。

本発明の方法は、フィルタの内部から、あらゆる懸濁微細片と一緒にすすぎ流体を取出す段階を有している。

フィルタの内部は、濾過速度が所定の低レベルに到達したとき、または所定時間の経過後にすすぎ流体で充填されるべきである。

フィルタの内部をすすぎ流体で充填する段階から所定時間を経過した後に、逆洗圧力を加える段階を続けるべきである。

フィルタエレメントは、表面フィルタ(これも、2次元フィルタと呼ぶことができる)、好ましくは両端部が閉じられた織成ワイヤフィルタまたはスロットフィルタで形成できる。

【0008】

上記特許文献1に教示されたものとは異なり、触媒粒子サイズとフィルタのメッシュサイズとの組合せを入念に選択する必要は全くない。フィルタのメッシュサイズは、スラリー中の触媒粒子の平均粒子サイズに等しいか、これより小さくまたは大きくすることができる。フィルタのメッシュサイズは、スラリー中の触媒粒子の平均粒子サイズと同程度であるのが好ましい。

スラリー相では、フィルタエレメントの内部を充填するときのすすぎ流体の充填圧力は、フィルタエレメントを通過してスラリー相中に移動するすすぎ流体を最少にするため、フィルタエレメントの外部の圧力に等しいか、これより低くすべきである。

【0009】

すすぎ流体は、本質的に微細片を含まない任意の炭化水素液で形成できる。すすぎ流体は、フィッシャー・トロプシュ反応から得られる液体生成物、濾過された液体ワックスまたは凝縮されたガス状生成物で形成するのが好ましい。

すすぎ流体の体積は、フィルタエレメントの内容積に等しいか、これより大きくなるように選択すべきである。

すすぎ流体を充填するとき、濾液を、スラリー相からフィルタエレメントを通過して流し続けることができる。

【0010】

フィルタには、この頂部または底部から充填することができる。フィルタは、すすぎ流体中での微細片の懸濁を増大させるべく、乱流態様で充填されるのが好ましい。

取出したすすぎ流体は、該すすぎ流体中に懸濁している全ての微細片と一緒に、更に処理するためのすすぎ流体容器に導くことができる。

フィルタエレメントの内部にすすぎ流体を充填する段階は、バックフラッシング段階の前に1回以上反復させることができる。

【0011】

スラリー相では、バックフラッシング流体をフィルタエレメントを通過して強制的にスラリー相中に移動させるため、フィルタエレメントの内部に充填するときのバックフラッシング流体の充填圧力は、フィルタエレメントの外部の圧力より高くすべきである。

バックフラッシング流体は、任意の炭化水素液で形成できる。バックフラッシング液は

10

20

30

40

50

、すすぎ流体と同じ流体でもよいし、他の流体でもよい。バックフラッシング流体は、フィッシャー・トロプシュ反応からの液体生成物、濾過された液体ワックスまたは凝縮されたガス状生成物で形成するのが好ましい。

【0012】

バックフラッシング流体はまた、液体と気体との組合せで形成することもできる。ガスとしては、フィッシャー・トロプシュ反応からのガス状生成物、合成ガスまたは窒素等の不活性ガスがある。液体と気体とを組合せたものは、同時にまたは連続的に充填することもできる。

バックフラッシング液は、平均液体濾過フラックスの2倍に等しいか、これより大きくすべきである。

【0013】

上記特許文献1において教示されたものとは異なり、バックフラッシングシーケンスと濾過シーケンスとの間の待機時間は、一般的に不要である。しかしながら、濾過の再開前に待機時間を設けるか否かは、本発明の範囲内では任意である。

濾液およびすすぎ流体の出口は、フィルタエレメントの底に配置するのが好ましい。

フィルタエレメントの近傍でのスラリー相中の水の凝縮を防止するため、すすぎ流体およびバックフラッシング流体の温度は十分に高くすべきである。

【0014】

本発明の他の態様によれば、3相スラリーバブル塔反応器から液体を分離する装置が提供され、該装置は、

a) 少なくとも1つの中空包囲形(hollow and enclosed)フィルタエレメントと、

b) フィルタの内容積に連通している1つ以上の導管とを有し、少なくとも1つの導管はすすぎ流体の流入を行うように構成されまたは連結されており、少なくとも1つの導管はすすぎ流体の流出を行うように構成されまたは連結されている。

用語「包囲形(enclosed)」は、本明細書においては、濾膜自体を通る流体の通路を除く、スラリー側と濾液側との間の直接液体連通が存在しない構成のフィルタエレメントを説明するのに使用される。

【0015】

導管には、該導管を通る流体の流れを防止または許容する弁を設けることができる。

導管は、濾液の抽出を行うように構成しまたは連結すべきである。

導管は、バックフラッシング流体の流入を行うように構成しまたは連結することができる。

装置には、すすぎ流体の流出を行うように構成されかつ連結された導管に流体連通しているすすぎ流体貯蔵容器を設けることができる。

本発明は、上記方法を含むLTF T法にも及ぶものである。

本発明は、上記装置を含むLTF Tプラントにも及ぶものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

以下、添付図面を参照して、本発明を詳細に説明する。

図1に示すように、LTF Tスラリーバブル塔反応器1の上方セクション内で、スラリーレベル2の下には、本発明によるスラリーから液体を分離する装置が配置されている。この分離装置は、スラリー中で垂直方向に浸漬される複数の中空フィルタエレメントを有している。簡単化のため、図1には、このようなフィルタエレメント11のうちの1つのみが示されている。フィルタエレメント11は、表面フィルタ、好ましくは、両端が閉じられたステンレス鋼織成ワイヤフィルタまたはスロットフィルタである。フィルタエレメントのメッシュサイズは、スラリー中の触媒粒子の平均粒子サイズと同程度であるのが好ましい。フィルタエレメント11の上部のフィルタエレメント入口導管12は、フィルタエレメント11と、すすぎ流体およびバックフラッシング流体を供給する容器21とを連結し、フィルタエレメント11の底に配置されたフィルタエレメント出口導管13は、フィルタエレメント11と、濾液およびすすぎ流体を貯蔵する容器22とを連結している。上記特許文

10

20

30

40

50

献 3 において更に詳細に説明されているように、貯蔵容器 2 2 の上部と L T F T スラリバブル塔反応器 1 内のスラリレベル 2 の上方の気相との間を連結するガス連通導管 1 4 は、貯蔵容器 2 2 と L T F T スラリバブル塔反応器 1 との間のガス連通を確保する。

【 0 0 1 7 】

上記 3 つの各導管 1 2、1 3、1 4 には、流体がこれらの導管を通ることを防止しまたは許容するための弁、すなわちガス連通導管弁 3 1 と、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 と、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 とが設けられている。

第一実施形態では、L T F T 3 相スラリバブル塔反応器 1 から液体を分離する方法は、中空フィルタエレメント 1 1 と、該フィルタエレメント上に蓄積した任意のフィルタケーキとの間に小さい圧力差を付与して、フィルタエレメントの内側から濾液を得てかつ吸引する段階を有している。この圧力差は、L T F T 3 相スラリバブル塔反応器 1 内のスラリレベル 2 により、および貯蔵容器 2 2 の上部と L T F T スラリバブル塔反応器 1 内のスラリレベル 2 の上方の気相との間のガス連通導管 1 4 のガス連通導管弁 3 1 を開いた状態に維持することにより制御される。濾液は、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 を開くことにより、フィルタエレメント 1 1 からフィルタエレメント出口導管 1 3 を通って、濾液貯蔵容器 2 2 へと吸引される。

【 0 0 1 8 】

任意であるが、フィルタエレメント出口導管 1 3 には、図 2 に示すいわゆる「グースネック」(ガチョウ頸部形部) 4 1 を設けることができる。「グースネック」4 1 は、フィルタエレメント導管 1 3 の曲り部である。曲り部の垂直レベルは、図 2 に垂直レベル線 A - A で示すように、フィルタエレメント 1 1 の頂部と同じ垂直レベルを有している。この任意の「グースネック」4 1 は、濾過段階中に、フィルタエレメント 1 1 の内部が液体で充満されることを確保する。

また、任意であるが、フィルタエレメント出口導管 1 3 には、図 3 に示すように、フィルタエレメント出口導管流れ制御弁 3 4 を設けることができる。これにより、望むならば、濾過段階中に濾液流量を制御しかつフィルタエレメント 1 1 の内部を液体で充満された状態に維持できる。

【 0 0 1 9 】

再び図 1 を参照すると、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 を開くことにより、濾過段階に続き、すすぎ段階が行われる。次に、フィルタエレメント 1 1 の内部が、フィルタエレメント入口導管 1 2 を通して、すすぎ流体供給容器 2 1 からの凝縮されたガス状 L T F T 生成物からなるすすぎ流体により充填される。スラリ相では、フィルタエレメントを通してスラリ相内に流入するすすぎ流体の移動を最小にするため、すすぎ流体の充填圧力は、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力と同じかこれより低くすべきである(いずれの図面にも含まれていないが、すすぎ流体供給容器 2 1 の圧力制御手段が必要であることは、当業者には明白であろう)。すすぎ流体の体積は、フィルタエレメント 1 1 の内容積と同じであるか、これより大きくなるように選択すべきである。すすぎ流体およびフィルタエレメント 1 1 の内部に集積されたあらゆる微細粒子は、次に、フィルタエレメント 1 1 からフィルタエレメント出口導管 1 3 を通って貯蔵容器 2 2 内に取出される。

【 0 0 2 0 】

すすぎ流体の充填圧力、およびフィルタエレメント 1 1 および該フィルタエレメントの外面上のフィルタケーキを横切る圧力降下によっては、すすぎ段階中に、スラリ相からフィルタエレメントを横切る濾液の移動が生じることも、生じないこともある。

ガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 を閉じることにより、すすぎ段階に続いてバックフラッシング段階が行われる。

この第一実施形態では、バックフラッシング流体およびすすぎ流体は同じ流体であり、供給容器 2 1 からフィルタエレメント入口導管 1 2 を通って供給される凝縮されたガス状 L T F T 生成物である。

【 0 0 2 1 】

スラリ相では、蓄積したフィルタケーキをフィルタエレメント 1 1 から除去すべく、バ

10

20

30

40

50

バックフラッシング流体をフィルタエレメントを通過して強制移動させるため、バックフラッシング流体の充填圧力は、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より高くすべきである。バックフラッシング液のフラックスは、平均液体濾過フラックスの 2 倍に等しいか、これより大きくすべきである。

#### 【 0 0 2 2 】

バックフラッシング段階の完了後、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 を閉じ、ガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 を開くことにより、任意の待機時間において、または待機時間をおくことなく、通常の濾過を再開できる。

任意であるが、図 4 に示すように、フィルタエレメント入口導管 1 2 には 2 つの弁を設けることができる。一方の弁はすすぎ流体を充填するときに開かれ、他方の弁はバックフラッシング液を充填するときに開かれる。すすぎ段階の開始時に、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 は閉じた状態に維持され、一方、すすぎ流体充填制御弁 3 5 は開かれた状態に維持され、これにより、すすぎ流体の流量を制御できる。濾過段階の終時に、このすすぎ流体充填制御弁 3 5 が閉じられ、かつフィルタエレメント入口導管弁 3 2 が開かれて、この後に上記バックフラッシング段階が続けられる。

#### 【 0 0 2 3 】

第二実施形態では、すすぎ段階の後にバックフラッシング段階は続けられず、第二濾過段階が続けられる。これは、すすぎ段階の完了後にフィルタエレメント入口導管弁 3 2 を閉じることにより行われ、いかなる待機時間をもおくことなく新しい濾過段階を再開できる。次に、第一実施形態のすすぎ段階で説明したように、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 を開くことにより、第二濾過段階の後に第二すすぎ段階が続けられる。第一実施形態において説明したように、第二すすぎ段階の後に、ガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 を閉じることによりバックフラッシング段階を続けるか、第二すすぎ段階の後で、バックフラッシング段階の前に、1 つ以上の付加濾過段階およびすすぎ段階を続けることができる。各すすぎ段階でのすすぎ流体の体積は、フィルタエレメント 1 1 の内容積に等しいか、これより大きくなるように選択すべきである。

#### 【 0 0 2 4 】

図 5 に示す第三実施形態では、バックフラッシング段階がガスアシストされ、フィルタエレメント入口導管 1 2 に、ガスバックフラッシング導管 5 1 が連結される。

ガスバックフラッシング導管 5 1 には、該導管 5 1 を通って液体が流れることを防止しまたは許容する弁ガスバックフラッシング導管弁 5 2 が設けられている。この実施形態でも、濾過段階およびすすぎ段階は、第一実施形態と同様に行われる。濾過段階およびすすぎ段階中、ガスバックフラッシング導管弁 5 2 は閉じられた状態に維持される。

ガスバックフラッシング段階では、ガス連通導管弁 3 1、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が閉じられ、ガスバックフラッシング導管弁 5 2 が開かれる。

#### 【 0 0 2 5 】

ガスバックフラッシング導管 5 1 内のバックフラッシングガスとして、フィッシャー・トロプシュ反応からのガス状生成物、合成ガスまたは窒素のような不活性ガスがある。

スラリー相では、フィルタエレメント 1 1 およびフィルタエレメント入口導管 1 2 内の残留すすぎ流体を、フィルタエレメント 1 1 を通過して移動させ、蓄積したフィルタケーキを除去するため、バックフラッシングガスの圧力はフィルタエレメント 1 1 外部の圧力より高くすべきである。バックフラッシング液のフラックスは、平均液体濾過フラックスの 2 倍に等しいか、これより高くすべきである。

バックフラッシング段階の完了後、ガスバックフラッシング導管弁 5 2 が閉じられ、ガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が開かれて、通常の濾過が再開される。

#### 【 0 0 2 6 】

図 6 に示す第四実施形態では、すすぎ流体およびバックフラッシング流体を供給する別々の容器が使用される。容器 2 1 はすすぎ流体のみを供給するのに使用され、一方、バ

10

20

30

40

50

クフラッシング液供給容器 2 3 は、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 とフィルタエレメント 1 1 との間で、バックフラッシング液導管 6 1 によりフィルタエレメント入口導管 1 2 に連結されている。バックフラッシング液導管 6 1 には、該導管 6 1 を通る流体の流れを防止しまたは許容するバックフラッシング液導管弁 6 2 が設けられている。濾過段階およびすすぎ段階は、第一実施形態と同様に遂行される。すすぎ流体として、濾過された液体 L T F T ワックスまたは他の炭化水素液を使用できる。濾過段階およびすすぎ段階中、バックフラッシング液導管弁 6 2 は閉じられた状態に維持される。

【 0 0 2 7 】

スラリ相では、バックフラッシング段階において、ガス連通導管弁 3 1、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が閉じられ、バックフラッシング導管弁 6 2 が開かれ、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より高いバックフラッシング圧力を加えて、バックフラッシング流体をフィルタエレメント 1 1 を通過して強制的に移動させ、蓄積したフィルタケーキを除去する。バックフラッシング液のフラックスは、平均液体濾過フラックスの 2 倍に等しいか、これより大きくすべきである。バックフラッシング流体として、供給容器 2 3 からバックフラッシング液導管 6 1 を通って供給される凝縮ガス状 L T F T 生成物または他の炭化水素液を使用できる。

バックフラッシング段階の完了後、バックフラッシング液導管弁 6 2 が閉じられ、かつガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が開かれて、通常の濾過が再開される。

【 0 0 2 8 】

図 7 に示す第五実施形態では、濾液およびすすぎ流体を貯蔵する別々の容器が使用される。容器 2 2 は濾液のみを貯蔵するのに使用され、一方、すすぎ流体貯蔵容器 2 4 は、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 とフィルタエレメント 1 1 との間で、すすぎ流体導管 7 1 によりフィルタエレメント出口導管 1 3 に連結されている。すすぎ流体導管 7 1 には、該導管 7 1 を通る流体の流れを防止しまたは許容するすすぎ流体導管弁 7 2 が設けられている。濾過段階およびすすぎ段階は、第一実施形態と同様に遂行される。この実施形態では、濾過段階は、すすぎ流体導管弁 7 2 を閉じた状態にして第一実施形態と同様に遂行される。

この濾過段階の後、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 を閉じ、かつフィルタエレメント入口導管弁 3 2 およびすすぎ流体導管弁 7 2 を開くことによりすすぎ段階が続けられる。次に、フィルタエレメント 1 1 の内部が、すすぎ流体供給容器 2 1 からフィルタエレメント入口導管 1 2 を通して、凝縮ガス状 L T F T 生成物からなるすすぎ流体で充填される。

【 0 0 2 9 】

スラリ相では、フィルタエレメントを通る、スラリ相中へのすすぎ流体の移動を最小にすべく、すすぎ流体の充填圧力は、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力に等しいか、これより低くすべきである。すすぎ流体の体積は、フィルタエレメント 1 1 の内容積に等しいか、これより大きくなるように選択すべきである。次に、すすぎ流体およびフィルタエレメント 1 1 内に集積された全ての微細粒子が、フィルタエレメント 1 1 からすすぎ流体導管 7 1 弁を通過してすすぎ流体貯蔵容器 2 4 に取出される。

【 0 0 3 0 】

スラリ相では、バックフラッシング流体を、フィルタエレメント 1 1 を通過して強制的に移動させ、フィルタケーキを除去すべく、すすぎ段階の後に、ガス連通導管弁 3 1 およびすすぎ流体導管弁 7 2 を閉じ、かつフィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より高いバックフラッシング圧力を加えることによりバックフラッシング段階が続けられる。この実施形態では、バックフラッシング流体およびすすぎ流体は同じ流体、すなわち供給容器 2 1 からフィルタエレメント入口導管 1 2 を通して供給される凝縮 L T F T 生成物である。バックフラッシング液のフラックスは、平均液体濾過フラックスの 2 倍に等しいか、これより大きくすべきである。

【 0 0 3 1 】

10

20

30

40

50

バックフラッシング段階の完了後、フィルタエレメント入口導管弁 3 2 が閉じられ、かつガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が開かれて、通常の濾過が再開される。

図 8 に示す第六実施形態では、すすぎ流体およびバックフラッシング液を供給し、および濾液およびすすぎ流体を貯蔵する別々の容器は存在しない。すすぎ流体およびバックフラッシング液の両方に、濾過された液体 L T F T 生成ワックスが使用され、容器 2 2 は、すすぎ流体およびバックフラッシング液の供給および濾液の貯蔵の両方の機能を有している。濾液貯蔵出口 8 1 から、濾液の一部を、液体再循環ポンプ 8 3 を通して液体再循環導管 8 2 のフィルタエレメント 1 1 に再循環させることができる。

液体再循環導管 8 2 には、弁すなわち、流体の流れを防止しまたは許容する液体再循環導管弁 8 4、すすぎ流体制御弁 8 5 およびバックフラッシング弁 8 6 が設けられている。

#### 【 0 0 3 2 】

この実施形態は、フィルタエレメントの内部から濾液を得てかつ吸引すべく、中空フィルタエレメント 1 1 と該フィルタエレメント上に蓄積された全てのフィルタケーキとの間に小さい圧力差を生じさせる段階を有している。この圧力差は、L T F T 3 相スラリバブル塔反応器 1 内のスラリレベル 2 により、および貯蔵容器 2 2 の上部と L T F T スラリバブル塔反応器 1 内のスラリレベル 2 より上方の気相との間の導管 1 4 のガス連通導管弁 3 1 を開いた状態に維持することにより制御される。濾液は、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 を開き、フィルタエレメント 1 1 から、フィルタエレメント 1 1 からフィルタエレメント出口導管 1 3 を通して濾液貯蔵容器 2 2 に吸引される。フィルタエレメント出口導管 1 3 には、濾液流量を制御するためのフィルタエレメント出口導管流れ制御弁 3 4 が設けられている。濾過段階中は、液体再循環導管弁 8 4 が閉じられた状態に維持される。

#### 【 0 0 3 3 】

次に、液体再循環弁 8 4 およびすすぎ流体制御弁 8 5 を開き、フィルタエレメント 1 1 の内部に、容器 2 2 から液体再循環導管 8 2 および液体再循環ポンプ 8 3 を通して、すすぎ流体としての濾過された L T F T 生成ワックスが充填される。すすぎ段階中は、バックフラッシング弁 8 6 が閉じられた状態に維持される。

スラリ相では、濾過された液体 L T F T 生成ワックスの、フィルタエレメントを横切るスラリ相中への移動を最小にするため、濾過された液体 L T F T 生成ワックスの充填圧力は、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力に等しいか、これより低くすべきである。すすぎ段階における濾過された液体 L T F T 生成ワックスは、フィルタエレメント 1 1 の内容積に等しいか、これより大きくなるように選択すべきである。次に、濾過された液体 L T F T 生成ワックスおよびフィルタエレメント 1 1 内に集積されたあらゆる微細粒子が、フィルタエレメント 1 1 からすすぎ流体導管 3 3 を通ってすすぎ流体貯蔵容器 2 2 に取出される。

#### 【 0 0 3 4 】

スラリ相では、濾過された液体 L T F T 生成ワックスを、フィルタエレメント 1 1 を通過して強制的に移動させ、蓄積したフィルタケーキを除去すべく、すすぎ段階の後に、ガス連通導管弁 3 1、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 およびバックフラッシング弁 8 6 を閉じ、かつフィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より高いバックフラッシング圧力を加えることによりバックフラッシング段階が続けられる。

バックフラッシング段階の完了後、液体再循環導管弁 8 4 およびバックフラッシング弁 8 6 が閉じられ、かつガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が開かれて、通常の濾過が再開される。

#### 【 0 0 3 5 】

任意であるが、バックフラッシング液として使用される再循環液は、図 9 に示すように、再循環ポンプ 8 3 を通さないルートにすることもできる。

任意であるが、再循環された液体は、図 10 に示すように、再循環液貯蔵タンク内容積に貯蔵することもできる。液体再循環導管 8 2 を通って再循環される液体は、再循環された液体が前述のようにすすぎ段階およびバックフラッシング段階で使用される前に、液体

10

20

30

40

50

再循環ポンプ 8 3 を通って液体再循環貯蔵タンク 2 4 へとポンピングされる。

【 0 0 3 6 】

図 8 を参照して説明した第六実施形態では、濾過段階およびすすぎ段階が並列的に運転される。濾過段階中は、液体再循環弁 8 4 およびすすぎ流体制御弁 8 5 は開いた状態に維持され、フィルタエレメント 1 1 の内部を、スラリ相からフィルタエレメント 1 1 を通過して移動される濾液に加え、容器 2 2 から液体再循環導管 8 2 および液体再循環ポンプ 8 3 を通って供給される濾過された液体 L T F T 生成ワックスで充填する。

【 0 0 3 7 】

スラリ相では、すすぎ流体の、フィルタエレメントを横切るスラリ相中への移動を防止すべく、濾過された液体 L T F T 生成ワックスの充填圧力は、フィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より低くすべきである。スラリ相では、濾過された液体 L T F T 生成ワックスを、フィルタエレメント 1 1 を通過して強制的に移動させ、蓄積したフィルタケーキを除去すべく、組合わされた濾過 / すすぎ段階の後に、ガス連通導管弁 3 1、フィルタエレメント出口導管弁 3 3 を閉じ、バックフラッシング弁 8 6 を開き、かつフィルタエレメント 1 1 の外部の圧力より高いバックフラッシング圧力を加えることにより、バックフラッシング段階が続けられる。

バックフラッシング段階の完了後、バックフラッシング弁 8 6 が閉じられかつガス連通導管弁 3 1 およびフィルタエレメント出口導管弁 3 3 が開かれて、組合わされた濾過 / すすぎを再開できる。

【 0 0 3 8 】

当業者ならば、本発明の範囲内で、上記異なる実施形態の種々の組合せが可能であることが理解されよう。

また、上記説明並びに下記例は、当業者による本発明の理解を補助するためのものであり、本発明の合理的範囲を不当に制限するものであると解釈すべきではない。

【 0 0 3 9 】

本発明を以下の例により更に説明する。

例 1

この第一例では、図 5 に示した一実施形態に設けられた 2 . 7 m の内径および 2 8 m の高さを有する L T F T 3 相スラリ反応器および本発明による濾過方法を使用した。この装置は、スラリ中に垂直方向に浸漬される、両端部が閉じられた複数の中空フィルタエレメントを有している。フィルタエレメントは、フィルタエレメント群をなして配置された。フィルタエレメントの濾材は、7 0 μ m の平均孔サイズをもつステンレス鋼織成ワイヤメッシュから製造された。この実験でのスラリ中の触媒粒子の濃度は 8 重量 % であり、下記の粒子サイズ分布を有するものであった。

< 1 0 0 μ m 9 5 体積 %

< 7 0 μ m 5 0 体積 %

< 2 5 μ m 1 0 体積 %

< 5 μ m 3 体積 %

L T F T スラリ反応器の圧力は 1 6 0 0 k P a であった。濾過段階中、フィルタエレメントの内部から濾液を得てこれを吸引するため、フィルタエレメントと該フィルタエレメントの外面に蓄積されたフィルタケーキとを横切る 0 . 0 1 ~ 1 0 0 k P a の濾過圧力差を発生させた。1 群のフィルタエレメントについては、この群のフィルタエレメントの内部を、濃縮 L T F T 生成物からなるすすぎ流体で充填することにより、濾過段階の後にすすぎ段階が続けられた。すすぎ流体流量は、L T F T 反応器と、すすぎ流体およびバックフラッシング液を供給する容器との間の差圧により制御された。

【 0 0 4 0 】

濃縮 L T F T 生成物からなるバックフラッシング液を、濾材を通過して逆方向に強制的に押出してフィルタケーキを除去するため、L T F T 反応器と、すすぎ流体およびバックフラッシング液を供給する容器との間に 5 0 0 k P a のバックフラッシング圧力差を発生させることにより、このすすぎ段階の後にバックフラッシング段階が続けられた。バック

フラッシング液は、1～5秒間フィルタエレメント内に流入することが許容された。その後、0.5～10秒間フィルタエレメントを通る付加バックフラッシュパルスとして、不活性ガスの流れが使用された。バックフラッシング段階の後、新しい濾過段階が開始された。各群のフィルタエレメントについて、上記手順が反復された。

【0041】

#### 例2

この例では、図9に示した一実施形態に設けられた55mmの内径および5mの高さを有するLTF T3相スラリ反応器および本発明による濾過方法を使用した。この装置は、スラリ中に垂直方向に浸漬される、両端部が閉じられた単一の中空フィルタエレメントを有している。フィルタエレメントの濾材は、70 $\mu$ mの平均孔サイズをもつステンレス鋼織成ワイメッシュから製造された。この実験でのスラリ中の触媒粒子の濃度は12重量%

<100 $\mu$ m 95体積%

<70 $\mu$ m 50体積%

<25 $\mu$ m 10体積%

<5 $\mu$ m 3体積%

LTF Tスラリ反応器の圧力は2000kPaであった。濾過段階中、フィルタエレメントの内部から濾液を得てこれを吸引するため、フィルタエレメントと該フィルタエレメントの外面に蓄積されたフィルタケーキとを横切る0.01～30kPaの濾過圧力差を発生させた。フィルタエレメントの内部を、再循環された濾過液体LTF Tワックスからなるすすぎ流体で充填することにより、濾過段階の後にすすぎ段階が続けられた。再循環された濾過液体LTF Tワックスは、再循環の前に貯蔵容器内でガス抜きされた。すすぎ流体流量は、フィルタエレメントの前の導管に設けられた制御弁により制御された。使用した流量は、濾過速度の10～50%の範囲内で、5～60秒間使用された。

【0042】

再循環された濾過液体LTF Tワックスを、濾材を通過して逆方向に強制的にバックフラッシングしてフィルタケーキを除去するため、LTF T反応器と、貯蔵容器との間に80kPaのバックフラッシング圧力差を発生させかつ貯蔵容器を加圧することにより、このすすぎ段階の後にバックフラッシング段階が続けられた。バックフラッシング流量は濾過流量の少なくとも2倍、一般に約10.000～20.0000kg/m<sup>2</sup>hであった。

バックフラッシング液は、3～20秒間フィルタエレメント内に流入することが許容された。その後、貯蔵容器およびLTF T反応器内の圧力が均衡化され、新しい濾過段階が開始された。

【0043】

図11には、この実験での20サイクルの濾過、すすぎおよびバックフラッシングからのフラックス量(kg/m<sup>2</sup>h)が示されている。図11には2つの曲線が示されており、1つの曲線は真正フラックスを示し、他の曲線は、30分間の平均フラックスを示す。真正フラックスを示す曲線は、各サイクル内の真正フラックスがバックフラッシング段階の直後に非常に高いこと、および真正フラックスが濾過シーケンスの間中徐々に低減することを示している。30分間の平均フラックスを示す曲線は、各濾過シーケンス内の平均フラックスが一定であり、経時による濾過能力の顕著な損失が見られないことを示している。

【図面の簡単な説明】

【0044】

【図1】スラリバブル塔反応器から液体を分離する本発明による装置の簡単化された第一実施形態を示す図面である。

【図2】フィルタエレメントからの出口流れ用導管の他の構成を示す図面である。

【図3】フィルタエレメントからの出口流れ用導管の他の構成を示す図面である。

【図4】すすぎ流体およびバックフラッシング液用の別々の導管を備えた他の構成を示す

図面である。

【図5】バックフラッシングがガスアシストされる構成の他の装置を示す図面である。

【図6】すすぎ流体およびバックフラッシング流体を供給する別々の容器を備えた他の装置を示す図面である。

【図7】濾液およびすすぎ流体を貯蔵する別々の容器を備えた他の装置を示す図面である。

【図8】濾液がすすぎ流体およびバックフラッシング流体として使用される構成の他の装置を示す図面である。

【図9】すすぎ流体およびバックフラッシング液として使用すべく濾液を再循環させる装置の1つを示す図面である。

【図10】すすぎ流体およびバックフラッシング液として使用すべく濾液を再循環させる他の装置を示す図面である。

【図11】LTF T反応器内での実験で得られた濾過フラックス量を示すグラフである。

【符号の説明】

【0045】

- 1 LTF Tスラリバブル塔反応器
- 11 フィルタエレメント
- 21すすぎ流体およびバックフラッシング流体の供給容器
- 22 濾液およびすすぎ流体の貯蔵容器
- 23 バックフラッシング液供給容器
- 24すすぎ流体貯蔵タンク
- 35すすぎ流体充填制御弁
- 41 ゲースネック
- 51 ガスバックフラッシング導管
- 61 バックフラッシング液導管
- 71すすぎ流体導管
- 83 液体再循環ポンプ

10

20

Figure 1 [ 1 ]

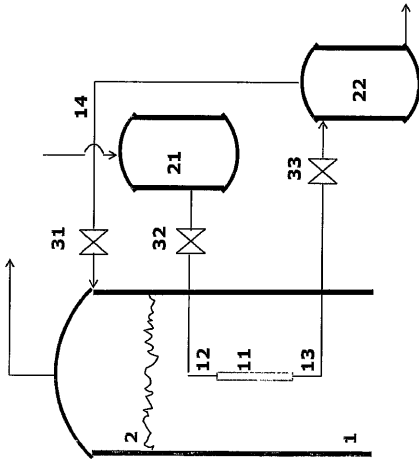


Figure 2 [ 2 ]

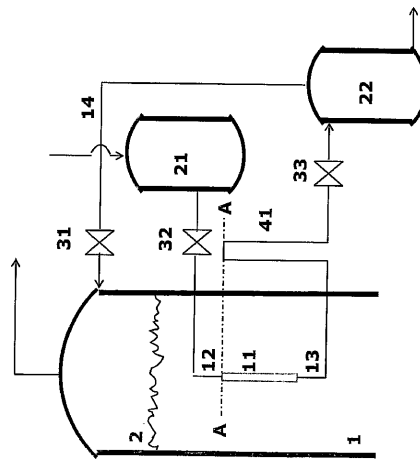


Figure 3 [ 3 ]

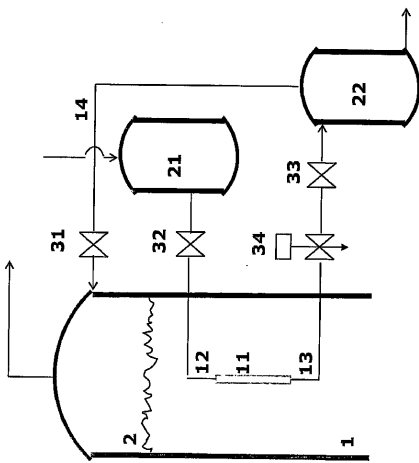


Figure 4 [ 4 ]

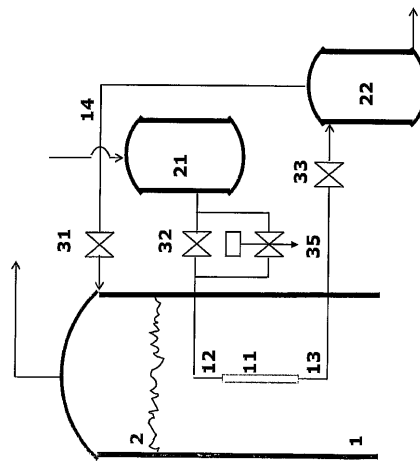


Figure 5 [ 5 ]

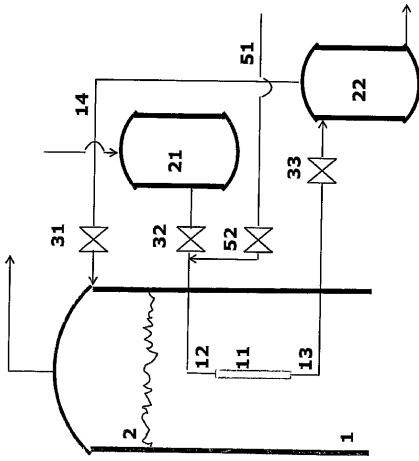


Figure 6 [ 6 ]

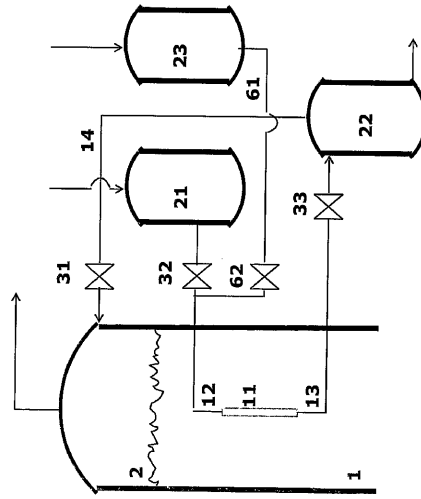


Figure 7 [ 7 ]

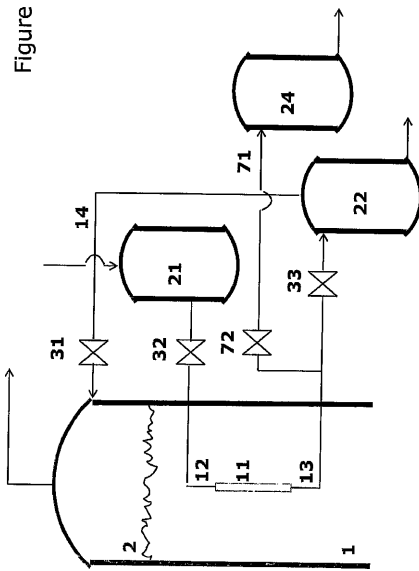


Figure 8 [ 8 ]

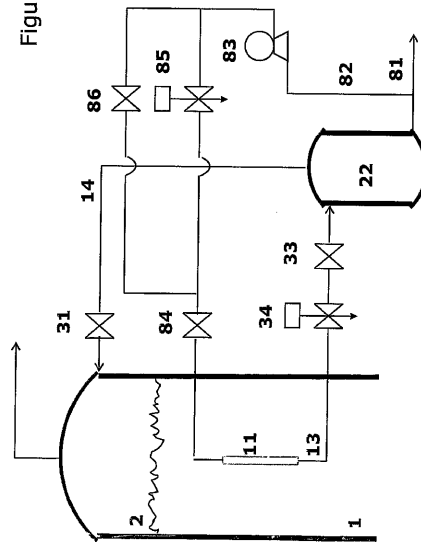


Figure 9 【 9 】

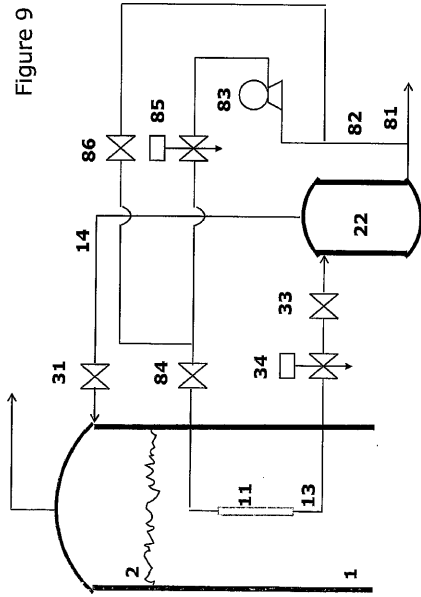


Figure 10 【 10 】

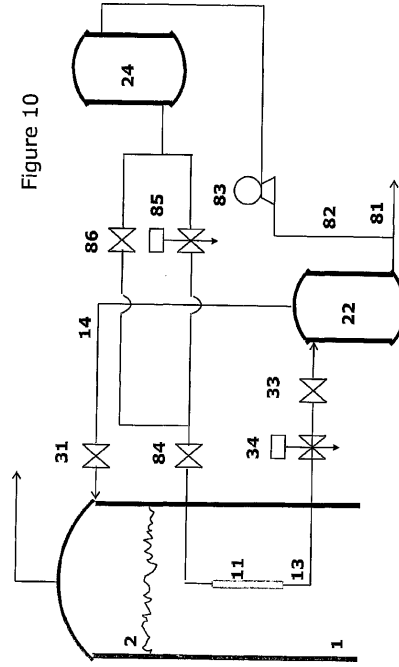
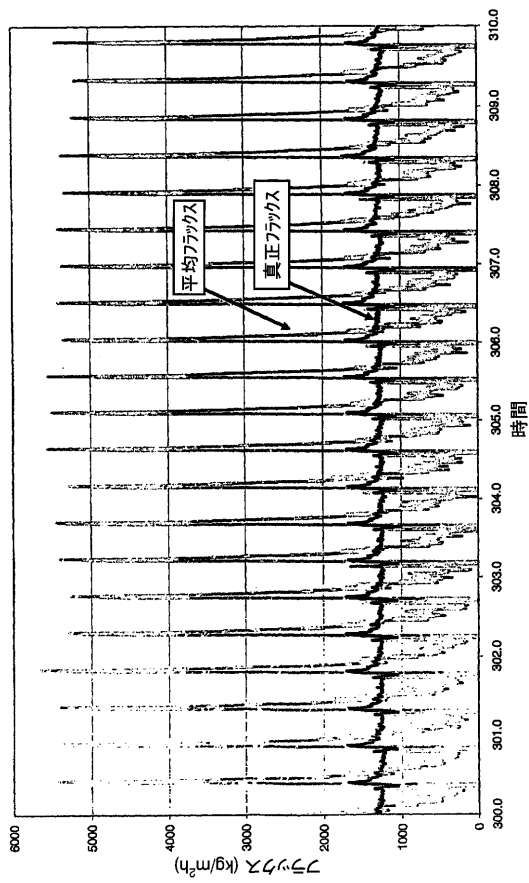


Figure 11 【 11 】

Figure 11



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
 B 0 1 D 29/38 5 4 0  
 B 0 1 D 29/10 5 3 0 Z  
 B 0 1 J 38/00 3 0 1 Z  
 B 0 1 J 35/02 A

(31)優先権主張番号 2005/10404

(32)優先日 平成17年12月22日(2005.12.22)

(33)優先権主張国 南アフリカ(ZA)

(74)代理人 100103609

弁理士 井野 砂里

(74)代理人 100095898

弁理士 松下 満

(74)代理人 100098475

弁理士 倉澤 伊知郎

(74)代理人 100123607

弁理士 渡邊 徹

(72)発明者 ミニー オカート ルドルフ

南アフリカ共和国 6 5 0 0 モーゼル ベイ トゥウェンティファースト レーン ナンバー  
4 0

(72)発明者 テイラー バトリック オッター

南アフリカ共和国 6 5 0 0 モーゼル ベイ ベイヴィュー アウィー ドッド クレッシェント  
8

(72)発明者 セラケル ポール

ノルウェー エン - 7 0 4 9 トロンド Heim オレ ノードゴルドス ヴェイ 7 6

(72)発明者 ファティ マルクス

ノルウェー エン - 7 0 4 6 トロンド Heim フェスメステルヴェイエン 3 ベー

審査官 増田 健司

(56)参考文献 米国特許出願公開第2002/0128330(US,A1)

特表2005-507434(JP,A)

特開平07-000800(JP,A)

特表2007-516065(JP,A)

特開2005-152778(JP,A)

特開2001-321611(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)

B01D 29/11

B01D 29/66

B01J 35/02

B01J 38/00