

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4020521号

(P4020521)

(45) 発行日 平成19年12月12日(2007.12.12)

(24) 登録日 平成19年10月5日(2007.10.5)

(51) Int.Cl.

F I

C 1 O G 73/02 (2006.01)

C 1 O G 73/02

C 1 O G 73/44 (2006.01)

C 1 O G 73/44

C 1 O M 101/00 (2006.01)

C 1 O M 101/00

請求項の数 13 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平10-376449	(73) 特許権者	500159211
(22) 出願日	平成10年12月3日(1998.12.3)		サソール テクノロジー (プロプライエタリー) リミテッド
(65) 公開番号	特開平11-269470		南アフリカ国 ヨハネスブルグ, ローズバンク, スターデイ アベニュー 1
(43) 公開日	平成11年10月5日(1999.10.5)	(74) 代理人	100066692
審査請求日	平成17年11月24日(2005.11.24)		弁理士 浅村 皓
(31) 優先権主張番号	97/10868	(74) 代理人	100072040
(32) 優先日	平成9年12月3日(1997.12.3)		弁理士 浅村 肇
(33) 優先権主張国	南アフリカ(ZA)	(74) 代理人	100088926
(31) 優先権主張番号	98/9528		弁理士 長沼 暉夫
(32) 優先日	平成10年10月19日(1998.10.19)	(74) 代理人	100116975
(33) 優先権主張国	南アフリカ(ZA)		弁理士 磯山 朝美

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 含ロウ生成物の製造法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

含ロウ生成物の製造法であって、供給原料中のフィッシャー - トロップシュワックス対石油を基剤とした含ロウ油の容量比が 5 : 95 ~ 50 : 50 である、フィッシャー - トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ油を含む供給原料をハイドロクラッキングして、一連の水素化生成物を生成させ；そして、当該一連の水素化生成物から含ロウ生成物を回収することを特徴とする、上記方法。

【請求項 2】

供給原料中のフィッシャー - トロップシュワックス対石油を基剤とした含ロウ油の容量比が 5 : 95 ~ 20 : 80 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

供給原料のハイドロクラッキングが、温度 350 ~ 400、圧力 120 ~ 160 バール (g)、水素分圧 100 ~ 175 バール (g)、水素対液体比 200 ~ 2000 : 1 m_n^{-3} 、および液空間速度 (「LHSV」) 0.2 ~ 2 h^{-1} で、ハイドロクラッキング段階において行われる、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

生成した一連の水素化生成物からの含ロウ生成物の回収が、蒸留段階において一連の水素化生成物を蒸留して、ボトム画分として含ロウ生成物を得ることを含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

10

20

含ロウ生成物を製造し処理する方法であって、供給原料中のフィッシャー - トロップシュワックス対石油を基剤とした含ロウ油の容量比が 5 : 95 ~ 50 : 50 である、フィッシャー - トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ油を含む供給原料をハイドロクラッキングして、一連の水素化生成物を生成させ；当該一連の水素化生成物から含ロウ生成物を回収し；そして、脱ロウ段階において当該含ロウ生成物を脱ロウして、潤滑剤基油として用いるのに適した脱ロウ生成物を得ることを特徴とする、上記方法。

【請求項 6】

含ロウ生成物の脱ロウが、含ロウ生成物を溶媒としてのジクロロエテン / 塩化メチレン混合物 (「Di / Me」) と接触させることを含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

Di / Me 溶媒におけるジクロロエテン対塩化メチレンの質量比が、40 : 60 ~ 60 : 40 であり、含ロウ生成物対溶媒の質量比が 1 : 2 ~ 1 : 12 である、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

含ロウ生成物対溶媒の質量比が 1 : 3 ~ 1 : 10 である、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

脱ロウが、液体形態での含ロウ生成物を Di / Me 溶媒と混合し；当該混合物を周囲温度以下の脱ロウ温度に冷却して、固形ワックス結晶を形成させ、且つ脱ロウ温度は脱ロウ生成物または潤滑剤基油に必要な流動点によって変化し；濾過段階において、脱ロウ生成物としての脱ロウ油と使用済み溶媒とを含む主濾液からワックス結晶を分離して、固形ワックス結晶がフィルター上でワックスケーキとして留まるようにし；そして、洗浄段階においてワックスケーキを洗浄溶媒としての新鮮な Di / Me 混合物で洗浄して、溶媒を含まない粗ロウと使用済み溶媒を得ることを含む、請求項 6 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

洗浄段階および主濾液からの使用済み溶媒を回収し、回収した溶媒を脱ロウ段階中で再循環させることを含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

洗浄段階において、十分な洗浄溶媒を用い、最初に用いた含ロウ生成物対洗浄溶媒の質量比が 1 : 1 ~ 1 : 2 である、請求項 9 または 10 に記載の方法。

【請求項 12】

脱ロウ温度が - 5 ~ - 32 である、請求項 9 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

含ロウ生成物の製造法であって、供給原料中のフィッシャー - トロップシュワックス対石油を基剤とした含ロウ油の容量比が 5 : 95 ~ 50 : 50 である、フィッシャー - トロップシュワックス及び石油を基剤とした含ロウ油を含む供給原料を供給し；当該供給原料をハイドロクラッキングして、一連の水素化生成物を生成させ；そして、当該一連の水素化生成物から含ロウ生成物を回収することから本質的になる、上記方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野及び発明が解決しようとする課題】

本発明は、潤滑剤基油の製造に関する。本発明は、詳細には潤滑剤基油の製造に適する含ロウ生成物 (waxy product) の製造法、および含ロウ生成物を処理して潤滑基油として用いるのに適する脱蠟生成物を製造する方法に関する。

【0002】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明の第一の態様によれば、含ロウ生成物の製造法であって、フィッシャー - トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ油 (waxy distillate) を含んでなる供給原料をハイドロ処理して、一連の水素化生成物を生成させ、一連の水素化生成物から含ロウ生成物を回収することを特徴とする方法が提供される。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 3 】

「フィッシャー - トロップシュワックス」とは、いわゆるフィッシャー - トロップシュ法によって得られるワックスを意味する。フィッシャー - トロップシュ法は、主として水素と一酸化炭素を含んでなる合成ガスの炭化水素への転換を含んでいる。この転換は、合成ガスをフィッシャー - トロップシュ触媒、通常は鉄またはコバルトを基剤とした触媒と、固定床またはスラリー床反応装置中で低温または高温のフィッシャー - トロップシュ操作条件下で接触させることによって行う。この方法で、様々な沸点範囲を有する炭化水素の混合物が得られる。次に、フィッシャー - トロップシュワックスを、例えば蒸留によってこの炭化水素混合物から回収する。フィッシャー - トロップシュワックスは、その約 8 0 容量%が典型的には 5 5 0 の大気圧相当温度 (a t m o s p h e r i c e q u i v a l e n t t e m p e r a t u r e) (「 A E T 」) より高い沸点を有する組成を有する。従って、例えばフィッシャー - トロップシュワックスは、表 1 に準じた A S T M D 2 8 8 7 のガスクロマトグラフィーによってシミュレーションされる蒸留範囲を有することができる。

10

【 0 0 0 4 】

【表 1】

フィッシャー - トロップシュワックス (A S T M D 2 8 8 7 に
よる蒸留のシミュレーション)

留去率 (容量)	℃
初期沸点	4 3 0
1 0	5 1 0
3 0	5 7 0
5 0	6 1 0

20

【 0 0 0 5 】

「石油を基剤とした含ロウ油」という用語は、当該技術分野で知られている。これは、例えば適当な原油を常圧および真空蒸留を用いて物理的に分離することによって得られる含ロウ油を意味する。適当な原油は、いわゆる「粗製潤滑油 (l u b e c r u d e s) 」である。典型的には、この原油は、中東原油、北海原油、またはアフリカ原油であることができる。従って、例えば、石油を基剤とした含ロウ油は、表 2 に準じた A S T M D 2 8 8 7 のガスクロマトグラフィーでシミュレーションされる蒸留範囲を有することができる。

30

【 0 0 0 6 】

【表 2】

石油を基剤とした蒸留物 (ASTM D2887による蒸留の
シミュレーション)

留去率 (容量)	℃
初期沸点	255
10	344
30	397
50	432
70	463
90	511
最終沸点	579

10

【0007】

供給原料中のフィッシャー - トロップシュワックス対石油を基剤とした含ロウ油の容量比は、5 : 95 ~ 50 : 50であり、好ましくは5 : 95 ~ 20 : 80である。

【0008】

ハイドロ処理は、ハイドロクラッキング段階での供給原料のハイドロクラッキングを含んでいる。ハイドロクラッキングは、温度300 から410、好ましくは350 ~ 400、圧力120 ~ 160バール (g)、水素分圧20 ~ 200バール (g)、好ましくは100 ~ 175バール (g)、水素対液体比200 ~ 2000 : 1 m_n³、および液空間速度 (liquid hourly space velocity) (「LHSV」) 0.2 ~ 2 h⁻¹で行うことができる。

20

【0009】

生成した一連の水素化生成物からの含ロウ生成物の回収は、蒸留段階における一連の水素化生成物を蒸留して、ボトム画分として含ロウ生成物を得ることを含むことがある。従って、典型的には、蒸留段階から得た生成物は、表3に準じることができる。

【0010】

30

【表3】

蒸留段階

炭素範囲	質量%
C1 ~ C4	1 ~ 3
C5 ~ C6	4 ~ 6
C7 ~ C15	20 ~ 30
C15 ~ C28	35 ~ 40
C28 ~ C40	15 ~ 25
C > 40	5 ~ 15

40

【0011】

従って、ボトム画分、すなわちC₄₀画分は、含ロウ生成物である。

【0012】

次に、蒸留段階からのボトム画分または含ロウ生成物を、脱蠟段階で脱蠟、例えば溶媒脱蠟に付し、脱蠟生成物を回収することができる。

【0013】

50

従って、本発明の第二の態様によれば、含ロウ生成物の処理法であって、脱蠟段階において本発明の第一の態様による方法から得た含ロウ生成物を脱蠟して、潤滑剤基油として用いるのに適した脱蠟生成物を得ることを特徴とする方法が提供される。

【0014】

脱蠟は、含ロウ生成物の溶媒脱蠟を含んでなることができる。

【0015】

潤滑油供給原料、例えば含ロウ油、含ロウラフィネート (r a f f i n a t e)、含ロウ水素化分解装置残渣、及び相当する蒸留物画分の脱蠟に好ましい溶媒の組み合わせは、メチルエチルケトン/トルエン (「MEK/T」) 及びジクロロ-エテン/塩化メチレン (「Di/Me」) である。このMEK/TまたはDi/Meは、含ロウ生成物の脱蠟に用

10

【0016】

MEK/T溶媒中でのジクロロエテン対塩化メチレンの質量比は、40:60~60:40であり、例えば約50:50である。含ロウ生成物対溶媒の質量比は、1:2~1:12であり、好ましくは1:3~1:10である。

【0017】

脱蠟は、液体形態での含ロウ生成物をMEK/T溶媒と混合し、この混合物を周囲温度以下の脱蠟温度に冷却し、固形ワックス結晶を形成させ、且つ脱蠟温度は脱蠟生成物または潤滑剤基油に必要な流動点によって変化し、分離段階において、脱蠟生成物としての脱蠟油と使用済み溶媒とを含んでなる母液からワックス結晶を分離することを含んでなること

20

【0018】

洗浄段階において、十分な洗浄溶媒を用いて、最初に用いた含ロウ生成物対洗浄溶媒の質量比が1:1~1:2となるようにすることができる。

30

【0019】

脱蠟温度は - 5 ~ - 32 でよく、例えば - 12 ~ - 27 である。前記のように設定された脱蠟温度は、生成するまたは対応する潤滑基油に必要な流動点によって変化する。例えば、流動点が - 9 の基油を生産するには、対応する脱蠟温度は - 18 の流動点を得るのに要する脱蠟温度より高い。

【0020】

このようにして得られた脱蠟生成物は潤滑剤基油として用いるのに適しており、出願人は、意外なことには、潤滑基油の粘度指数 (「VI」) が145以上であり、これは超高粘度指数 (「SHVI」) 潤滑剤基油として用いるのに適していることを見いだした。

40

【0021】

本発明は、当然のことながら、本発明の第一の態様による方法によって生成されるときには、含ロウ生成物まで、また本発明の第二の態様による方法によって生成されるときには、脱蠟生成物まで敷衍される。

【0022】

本発明の第三の態様によれば、前記のような脱蠟生成物を含んでなる潤滑剤基油が提供される。

【0023】

本発明の第四の態様によれば、フィッシャー-トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ蒸留物を含んでなる供給原料のハイドロ処理により得られた脱蠟された含ロウ生成

50

物を含んでなる潤滑剤基油が提供される。

【 0 0 2 4 】

従って、潤滑剤基油の V I は、 1 4 5 以上であることができる。

【 0 0 2 5 】

本発明を、一例として、脱蠟生成物を生成するための本発明による方法の添付のフロー・ダイアグラムに関して、及び以下の非制限的な例に関して説明する。

【 0 0 2 6 】

図面において、参照番号 1 0 は通例は、脱蠟生成物を生成するための本発明による工程を示す。

【 0 0 2 7 】

工程 1 0 は、常圧原油蒸留塔を含んでなる常圧蒸留段階 1 4 へと導入する原油フローラインを含む。常圧残渣フローライン 1 6 は、段階 1 4 から真空蒸留塔を含んでなる真空蒸留段階 1 8 へと通じている。真空ガス油または含ロウ油フローライン 2 0 は、真空蒸留段階 1 8 から通じている。

【 0 0 2 8 】

合成ガスフローライン 2 2 は、フィッシャー・トロップシュ反応段階 2 4 へと通じている。段階 2 4 は、高温または低温で作動し且つ鉄を基剤としたまたはコバルトを基剤としたフィッシャー・トロップシュ触媒を用いる固定またはスラリー床のフィッシャー・トロップシュ反応装置を含んでなる。炭化水素フローライン 2 6 は、段階 2 4 から少なくとも 1 個の蒸留塔を含んでなる蒸留段階 2 8 へと通じている。フィッシャー・トロップシュワックスフローライン 3 0 は、蒸留段階 2 8 から水素化分解装置を含んでなるハイドロクラッキング段階 3 2 へと通じている。フローライン 2 0 は、フローライン 3 0 へと通じている。

【 0 0 2 9 】

炭化水素生成物ライン 3 4 は、ハイドロクラッキング段階 3 2 から少なくとも 1 個の蒸留塔を含んでなる蒸留段階 3 6 へと通じている。水素化分解装置残渣フローライン 3 8 は、蒸留段階 3 6 から脱蠟段階 4 0 へと通じている。脱蠟生成物抜き取りライン 4 2 は、段階 4 0 から通じている。

【 0 0 3 0 】

工程 1 0 には、本発明に関して唯一の最も重要なフローライン及び加工段階が示されていることが理解されるであろう。実施においては、補助反応段階及び追加フローラインが当然のことながら存在する。例えば、原油ライン 1 2 が常圧蒸留段階 1 4 へ入る前に、これは典型的には少なくとも 1 個の熱交換器段階、脱塩段階、及び炉を通過する。存在することができる追加フローラインは、常圧蒸留段階 1 4 からのケロシン、ディーゼル及び常圧ガス油抜き取りラインのようなフローラインである。

【 0 0 3 1 】

使用においては、常圧蒸留段階 1 4 及び真空蒸留段階 1 8 を通常のやり方で操作して石油を基剤とした含ロウ油を得て、これをフローライン 2 0 に沿って抜き取る。同様に、フィッシャー・トロップシュ反応段階 2 4 及び蒸留段階 2 8 を既知のやり方で操作して、フィッシャー・トロップシュワックスを得て、これをフローライン 3 0 に沿って抜き取る。フィッシャー・トロップシュワックス及び石油を基剤とした含ロウ油を 5 : 9 5 ~ 2 0 : 8 0 の容量比で混合して供給原料を生成させ、これをハイドロクラッキング段階 3 2 に供給する。ハイドロクラッキング段階 3 2 は、典型的には温度が 3 8 0 ~ 4 0 0 の範囲、水素分圧 1 0 0 ~ 1 5 0 バール (g)、水素液体比 7 5 0 : 1 ~ 1 5 0 0 : 1 m_n³、および L H S V 0 . 5 ~ 1 h⁻¹ で操作して、一連の水素化生成物を生成させ、これをフローライン 3 4 に沿って蒸留段階 3 6 へ抜き取る。

【 0 0 3 2 】

蒸留段階 3 6 において、一連の水素化生成物を蒸留に付し、とりわけ水素化分解装置残渣またはボトム画分、すなわち含ロウ生成物を得て、これをフローライン 3 8 に沿って抜き取る。典型的には、蒸留段階 3 6 は、 5 ~ 1 0 ミリバール (a) の真空下で操作する S u

10

20

30

40

50

lizer (商標) パッキングを有する内径が 40 mm のコラム (高さ約 650 mm) を含んでなる。

【0033】

水素化分解装置残渣または含ロウ生成物は、脱蠟段階またはユニット 40 へと移動する。脱蠟段階 40 において、この残渣をメチルエチルケトンとトルエンを 50 対 50 の質量比で含んでなる溶媒と、残渣対溶媒の質量比 1 : 3 ~ 1 : 10 で混合する。生成する混合物を、生成する脱蠟生成物または潤滑剤基油に必要な流動点によって変化する周囲温度以下の脱蠟温度まで冷却する。冷却中に形成した固形ワックス結晶を、例えば回転フィルター中で、脱蠟油、すなわち脱蠟生成物と使用済み溶媒とを含んでなる主濾液から分離する。フィルター上のフィルターケーキを、質量比が 50 : 50 の MEK / T を含んでなる洗浄溶媒で洗浄する。使用済み溶媒を、洗浄済みの固形ワックスケーキと脱漏した残渣とから、例えば多段階蒸留及びストリップングによって分離する。十分な洗浄溶媒を用いて、含ロウ生成物または新鮮な供給物対洗浄溶媒の質量比または比率が 1 対 1 から 1 : 2 となるようにする。脱蠟温度は、- 12 ~ 27 である。脱蠟生成物を、フローライン 42 に沿って抜き取る。

10

【0034】

本出願人は、意外なことには、工程 10 から得た脱蠟生成物を粘度指数 (「VI」) が 145 以上の超高粘度指数 (「SHVI」) 潤滑剤基油として用いることができることを見いだした。潤滑剤基油は、一般に蒸留、溶媒抽出及び脱蠟工程のような手法を用いて原油 (「粗製潤滑油」) を物理的に分離することによって生成する。得られた生成物は、通常は VI が約 95 ~ 105 の範囲の高粘度指数基油である。車産業用の多等級油の開発には、かなり高い VI を有する潤滑剤基油の生産が必要であった。原油を基剤とした含ロウ油をハイドロクラッキングすると、VI がかなり高い潤滑剤基油が得られた。1970 年代初頭以来、潤滑剤産業では、水素化分解装置残渣から生成した SHVI 基油が用いられている。ハイドロクラッキング、水素化及びヒドロ異性化が、含ロウ油をハイドロ処理して VI が 120 ~ 135 の範囲の基油を生成するのに用いられてきた。

20

【0035】

従って、工程 10 から得た脱蠟ワックスは、SHVI 潤滑剤基油として用いることができる。あらゆる潤滑油の VI は、40 での動粘度と 100 での動粘度との関数であることは周知である。従って、任意の潤滑油の VI を増加させることは、潤滑油をより広い温度範囲にわたって用いることができるという利点を有するので、きわめて望ましい。

30

【0036】

当業者には、高パラフィン性のフィッシャー - トロップシュワックスを通常の条件下で容易にクラッキングしてガソリンとすることが期待されてきた。しかし、本出願人は、意外なことには、石油を基剤とした含ロウ油に芳香族化合物が含まれていることによりフィッシャー - トロップシュワックス中のパラフィン成分がハイドロクラッキング触媒と相互作用することからシールドまたは保護されることを見いだした。

【0037】

本発明を、以下に記載する水素化分解装置供給物にフィッシャー - トロップシュワックスを添加してまたは添加することなく生成した脱蠟水素化分解装置残渣の分析データを用いることによって例示した。フィッシャー - トロップシュワックスを添加したときには、VI の 10 ~ 25 ポイントの増加により、ほとんどが n - パラフィン性のフィッシャー - トロップシュワックスが SHVI 基油性の炭化水素に転換することを示している。

40

【0038】

実物大の真空蒸留装置からの潤滑油蒸留物の分留に基づいたコンピュータープログラムを開発して、様々な商業的に利用可能な水素化分解装置残渣の収率構造 (yield structure) を比較した。コンピュータープログラムを用いる計算では、含ロウ油にフィッシャー - トロップシュワックスを添加すると、平均して 10 % のハイドロクラッキング生成物が未反応のままであり、真空残渣では、より低沸点炭化水素ヘクラッキングまたは異性化しないことを示していた。しかし、この真空残渣ワックスは、水素化分解装置

50

供給物へ再循環させることができる。これは、ワックスのより軽い生成物へのクラッキングにより高V I基油を生じるので、SHVI基油に要するもう一つの利点であり且つ所望な特徴である。従って、本出願人は、更に意外なことには、フィッシャー - トロップシュワックスと含ロウ油との組合せ供給原料から誘導される水素化分解装置残渣は、表3からも明らかなように、「純粋な」含ロウ油を基剤とした水素化分解装置残渣から生成した潤滑油より高沸点且つ高粘度の潤滑剤型炭化水素を含むことを見いだした。

【0039】

環状炭化水素は、完成した潤滑油の使用中に形成されることがある分解生成物の可溶化剤として用いられる。環状炭化水素を含まないフィッシャー - トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ油とのブレンドでは、フィッシャー - トロップシュワックスと石油を基剤とした含ロウ油との組合せにより生成する含ロウ油生成物中の環状炭化水素が不十分となることが予想された。しかし、意外なことには、脱蠟生成物は、完成した潤滑油の使用中に形成されることがある分解生成物の可溶化剤として用いるのに十分な環状炭化水素を含むことを見いだした。

10

【0040】

本発明を、下記の非制限的な例によって更に説明する。

【0041】

【実施例】

例 1

含ロウ油とブレンディングしたフィッシャー - トロップシュ法によって誘導したワックスを、ハイドロクラッキング工程装置でハイドロ処理した。ハイドロクラッキングは、ベンチ規模の反応装置で、下記の条件下で操作して行った。

20

反応温度	390 ~ 395
水素分圧	140 バール (g)
水素：液体比	1200 : 1 m _n ³
LHSV	0.75 h ⁻¹

【0042】

ハイドロクラッキング反応装置は、固定床反応装置であった。水素及び液体は、底部から上方に流した。反応装置に入ってくる液体供給物及び水素を、触媒床の下に置いたガラスビーズの層を通過させることによって予熱した。

30

【0043】

反応装置を、底部に予熱部と中央ゾーンに触媒部を有する3個の個別に制御されるゾーンで電氣的に加熱した。温度測定は、触媒床内部の5個の均等な間隔で置かれた熱伝対と予熱ゾーン内部の6番目の熱伝対とによって行った。

【0044】

触媒は、ジメチルジスルフィドを加えたC11~C13パラフィンを用いてイン・シチュで予備硫化して、硫黄含量を約2%とした。予備硫化中に、温度を、水素圧140バールで232℃まで徐々に上昇させた。温度を232℃の定温に更に2時間保持した後、315℃まで徐々に上昇させた。温度を315℃に2時間保持した後、供給物を加え、温度を約390℃の操作温度まで増加させた。

40

【0045】

フィッシャー - トロップシュワックスを加えないハイドロクラッキングした炭化水素、すなわち石油を基剤とした含ロウ油自身(試料A)と、フィッシャー - トロップシュワックスを添加したハイドロクラッキングした炭化水素(試料BおよびC)の分析結果を、表4にまとめる。

【0046】

【表4】

水素化分解した炭化水素の分析データ

	試料 A	試料 B	試料 C
供給原料			
含ロウ蒸留物 (容量%)	100	90	90
フィッシャー-トロップシュワックス (容量%)	0	10	10
反応装置温度 (°C)	390	390	394.5
水素化分解生成物			
70°Cでの密度 (kg/m ³)	739.7	798.9	798.5
100°Cでの動粘度 (mm ² /s)	4,569	-	-
引火点 (PM) (°C)	222	230	226
流動点 (°C)	36	45	48
ワックス (%)	17.4	31.5	27.1
蒸留の再現 (ASTM D2887)			
初期沸点 (°C)	379	376	373
2% (°C)	386	383	382
5% (°C)	392	390	389
10% (°C)	398	397	396
30% (°C)	417	422	420
50% (°C)	435	453	448
70% (°C)	459	507	494
90% (°C)	499	>635	616
95% (°C)	517		>635
98% (°C)	534		
最終沸点 (°C)	558		
Noack揮発性 (GLC) (重量%)	10.7	8.2	8.8

【0047】

これらの結果は、フィッシャー-トロップシュワックス10% (容量) を潤滑含ロウ油に添加することにより、相当するハイドロクラッキングした底部におけるワックス含量が増加することを明らかに示している。また、ハイドロクラッキングした炭化水素の蒸留のシミュレーションは、ブレンドした試料が、「純粋な」含ロウ油から生成される炭化水素には含まれていない沸点が635 を上回る炭化水素を生成することを示している。

【0048】

溶媒脱蠟は、下記のようにしてハイドロクラッキングした炭化水素でおこなった。

【0049】

液状の含ロウ生成物を溶媒 (MEK/T) と混合した後、混合物を生成する脱蠟生成物または潤滑剤基油の所望な流動点に相当する脱蠟温度まで冷却した。冷却中に形成された固

10

20

30

40

50

形ワックス結晶を回転フィルターで主濾液から分離し、フィルター上のワックスケーキを新鮮な D i / M e 溶媒、すなわち洗浄溶媒で洗浄した。溶媒含有ワックスと主濾液からの溶媒を多段階蒸留及びストリップング工程によって除去して、ワックスから溶媒を含まない粗ワックス及び濾液から脱蠟油を生成した。回収した溶媒は、脱蠟段階に再循環した。

【 0 0 5 0 】

脱蠟条件

供給物：溶媒 1 : 7 k g / k g

供給物：洗浄溶媒 1 : 2 k g / k g

脱蠟温度 - 2 6

【 0 0 5 1 】

脱漏したハイドロクラッキング生成物の分析データを、表 5 に示す。

【 0 0 5 2 】

【表 5】

溶媒脱漏した水素化分解生成物

	試料 A	試料 B	試料 C
水素化分解に対する供給原料			
含ロウ油 (%)	100	90	90
フィッシャーートロップシュワックス (%)	0	10	10
水素化分解反応装置温度 (°C)	390	390	394.5
脱蠟した水素化分解生成物			
7 0 °C での密度 (k g / m ³)	796.5	797.0	797.8
4 0 °C での動粘度 (mm ² / s)	21.34	24.76	23.52
1 0 0 °C での動粘度 (mm ² / s)	4,608	5,195	4,988
V I	135.4	146.3	143.1
流動点 (°C)	-15	-15	-15
収率 (重量%)	82.6	68.5	72.9

【 0 0 5 3 】

前記のように、様々な商業上利用可能な炭化水素残渣の収率構造 (y i e l d s t r u c t u r e) を比較するため、実物大の真空蒸留装置からの潤滑油蒸留物の分留を考慮したコンピュータプログラムを用いた。

【 0 0 5 4 】

表 6 は、コンピュータプログラムによって決定されるように、「純粋な」含ロウ油で生成した水素化分解装置残渣の蒸留物分布 (試料 A) と比較して、フィッシャー - トロップシュワックスを水素化分解装置供給物に添加することによる潤滑剤蒸留物分布 (試料 B および C) の変化を示している。

【 0 0 5 5 】

【表 6】

10

20

30

40

潤滑剤蒸留物分布

	試料 A	試料 B	試料 C
脱漏した水素化分解生成物			
画分 1	0	0	0
画分 2	27.8	27.2	27.2
画分 3	29.0	22.2	22.1
画分 4	28.1	20.9	21.1
画分 5	15.1	16.4	16.6
真空残渣	0	13.3	12.9

10

【0056】

本発明によって生成させることができるSHVI基油を、表7にまとめる。

【0057】

【表7】

SHVI基油特性

20

	試料 A	試料 B	試料 C
基本等級HC4			
40℃での動粘度 (mm ² /s)	17.16	16.04	16.4
100℃での動粘度 (mm ² /s)	3.97	3.8	3.85
VI	130.6	130.5	129.8
流動点 (℃)	-15	-15	-15
Noack揮発性 (GC) (重量%)	15.5	15.5	15.5
収率 (重量%)	60	50	50
基本等級HC6			
40℃での動粘度 (mm ² /s)	31.35	32.36	32.68
100℃での動粘度 (mm ² /s)	5.97	6.3	6.3
VI	138.8	149	146.6
流動点 (℃)	-15	-15	-15
Noack揮発性 (GC) (重量%)	6.5	6.5	6.5
収率 (重量%)	40	30	28
真空ガス油 収率 (重量%)		-	4
真空残渣 収率 (重量%)		20	18

30

40

【0058】

典型的には、2種類のSHVI基油が生成する。

* HC4 100 の動粘度 4 mm²/s

50

* H C 6 1 0 0 での動粘度 $6 \text{ mm}^2 / \text{s}$

【 0 0 5 9 】

これらの基油を、相当する水素化分解装置残渣の真空蒸留によって生成する。フィッシャー - トロップシュワックスの添加によって生成した H C 6 油は、V I がかなり高い (> 145)。前例においては、相当する n - パラフィンを含む口油混合物に添加されないので、生成した H C 4 基油についての V I には差は見られない。しかし、この供給物を水素化分解装置に組み合わせることによって生成した S H V I 基油は、含む口油だけから生成した水素化分解した基油より V I が大きい ($10 \sim 25$ ポイント) ことを見いだした。

【図面の簡単な説明】

【図 1】脱蠟生成物を生成するための本発明の工程の流れ図。

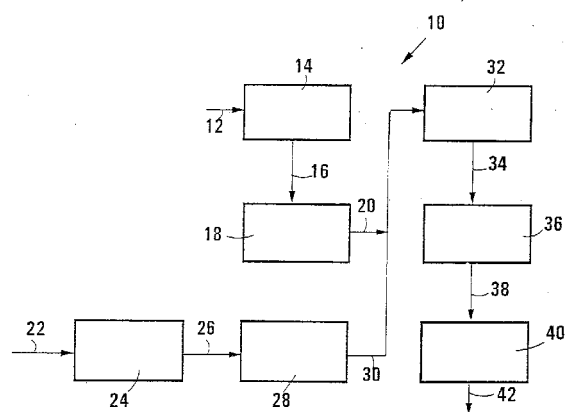
10

【符号の説明】

- 1 0 . 本発明の工程
- 1 2 . 原油フローライン
- 1 4 . 常圧蒸留段階
- 1 6 . 常圧残渣フローライン
- 1 8 . 真空蒸留段階
- 2 0 . 真空ガス油または含む口油フローライン
- 2 2 . 合成ガスフローライン
- 2 4 . フィッシャー - トロップシュ反応段階
- 2 6 . 炭化水素フローライン
- 2 8 , 3 6 . 蒸留段階
- 3 0 , 3 4 , 3 8 . フローライン
- 3 2 . 水素化分解段階
- 4 0 . 脱蠟段階

20

【図 1】



フロントページの続き

- (72)発明者 フェルディナンド リヒター
ドイツ連邦共和国 ハムブルグ, ドイシュテルン ツイーテ 5 6
- (72)発明者 アドリー バン ツイル ビッサー
南アフリカ国 サソルブルグ, バン ワウ ストリート 4 3
- (72)発明者 ゴドリーブ ゲルハルドウス スウィーガーズ
南アフリカ国 セッジフィールド, プレショエンダーストリート 7 1

審査官 山田 泰之

- (56)参考文献 特表2000-502135(JP,A)
特開平07-228876(JP,A)
特開昭49-017403(JP,A)
特表平10-511425(JP,A)
特開昭54-014404(JP,A)
特開昭60-177096(JP,A)
特開昭63-199289(JP,A)
特開平01-301789(JP,A)
特開平09-217079(JP,A)
新石油精製プロセス, 株式会社幸書房, 1984年, P372-374

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C10G 73/02
C10G 73/44
C10M 101/00