

(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.C1.

F 1

C 10G 73/02	(2006.01)	C 10G 73/02
C 10G 73/44	(2006.01)	C 10G 73/44
C 10M 101/00	(2006.01)	C 10M 101/00

請求項の数 13 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願平10-376449  
 (22) 出願日 平成10年12月3日(1998.12.3)  
 (65) 公開番号 特開平11-269470  
 (43) 公開日 平成11年10月5日(1999.10.5)  
 審査請求日 平成17年11月24日(2005.11.24)  
 (31) 優先権主張番号 97/10868  
 (32) 優先日 平成9年12月3日(1997.12.3)  
 (33) 優先権主張国 南アフリカ(ZA)  
 (31) 優先権主張番号 98/9528  
 (32) 優先日 平成10年10月19日(1998.10.19)  
 (33) 優先権主張国 南アフリカ(ZA)

(73) 特許権者 500159211  
 サソール テクノロジー(プロプライエタリー)リミテッド  
 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  
 (74) 代理人 100066692  
 弁理士 浅村 畏  
 (74) 代理人 100072040  
 弁理士 浅村 肇  
 (74) 代理人 100088926  
 弁理士 長沼 晉夫  
 (74) 代理人 100116975  
 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。

10

## 【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200~2000:1m<sub>n</sub><sup>3</sup>、および液空間速度('LHSV')0.2~2h<sup>-1</sup>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】

20

含口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 - トロップシユワックス対石油を基剤とした含口ウ油の容量比が 5 : 95 ~ 50 : 50 である、フィッシャー - トロップシユワックスと石油を基剤とした含口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口ウ生成物を回収し；そして、脱口ウ段階において当該含口ウ生成物を脱口ウして、潤滑剤基油として用いるのに適した脱口ウ生成物を得ることを特徴とする、上記方法。

【請求項 6】

含口ウ生成物の脱口ウが、含口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（「D i / M e」）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】

D i / M e 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、含口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】

含口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】

脱口ウが、液体形態での含口ウ生成物を D i / M e 溶媒と混合し；当該混合物を周囲温度以下の脱口ウ温度に冷却して、固体ワックス結晶を形成させ、且つ脱口ウ温度は脱口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、脱口ウ生成物としての脱口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、固体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 D i / M e 混合物で洗浄して、溶媒を含まない粗口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、回収した溶媒を脱口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、最初に用いた含口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】

脱口ウ温度が -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】

含口ウ生成物の製造法であって、供給原料中のフィッシャー - トロップシユワックス対石油を基剤とした含口ウ油の容量比が 5 : 95 ~ 50 : 50 である、フィッシャー - トロップシユワックス及び石油を基剤とした含口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口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口ウ生成物 (waxy product) の製造法、および含口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蜡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、含口ウ生成物の製造法であって、フィッシャー - トロップシユワックスと石油を基剤とした含口ウ油 (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口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

## 【0003】

「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 80 容量% が典型的には 550 の大気圧相当温度 (atmospheric equivalent temperature) (「AET」) 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 ASTM D 2887 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。

## 【0004】

## 【表 1】

フィッシャー - トロップシュワックス (ASTM D 2887 による蒸留のシミュレーション)

留去率 (容量)	℃
初期沸点	430
10	510
30	570
50	610

10

20

## 【0005】

「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 (lube crudes)」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 ASTM D 2887 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。

## 【0006】

## 【表 2】

30

石油を基剤とした蒸留物 (ASTM D 2887による蒸留の  
 シミュレーション)

留去率 (容量)	°C
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口ウ油の容量比は、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200~2000:1m<sub>n</sub><sup>3</sup>、および液体空間速度(liquid hourly space velocity)('LHSV')0.2~2h<sup>-1</sup>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口ウ生成物の回収は、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口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%
C <sub>1</sub> ~C <sub>4</sub>	1~3
C <sub>5</sub> ~C <sub>6</sub>	4~6
C <sub>7</sub> ~C <sub>15</sub>	20~30
C <sub>15</sub> ~C <sub>28</sub>	35~40
C <sub>28</sub> ~C <sub>40</sub>	15~25
C <sub>&gt;40</sub>	5~15

40

## 【0011】

従って、ボトム画分、すなわちC<sub>4</sub>画分は、含口ウ生成物である。

## 【0012】

次に、蒸留段階からのボトム画分または含口ウ生成物を、脱蠅段階で脱蠅、例えば溶媒脱蠅に付し、脱蠅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、含口ウ生成物の処理法であって、脱蛹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口ウ生成物を脱蛹して、潤滑剤基油として用いるのに適した脱蛹生成物を得ることを特徴とする方法が提供される。

【0014】

脱蛹は、含口ウ生成物の溶媒脱蛹を含んでなることができる。

【0015】

潤滑油供給原料、例えば含口ウ油、含口ウラフィネート（r a f f i n a t e）、含口ウ水素化分解装置残渣、及び相当する蒸留物画分の脱蛹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（「M E K / T」）及びジクロロ-エテン／塩化メチレン（「D i / M e」）である。このM E K / TまたはD i / M eは、含口ウ生成物の脱蛹に用いることができるが、M E K / Tが好ましい。10

【0016】

M E K / T溶媒中のジクロロエテン対塩化メチレンの質量比は、4 0 : 6 0 ~ 6 0 : 4 0であり、例えば約5 0 : 5 0である。含口ウ生成物対溶媒の質量比は、1 : 2 ~ 1 : 1 2であり、好ましくは1 : 3 ~ 1 : 1 0である。

【0017】

脱蛹は、液体形態での含口ウ生成物をM E K / T溶媒と混合し、この混合物を周囲温度以下の脱蛹温度に冷却し、固形ワックス結晶を形成させ、且つ脱蛹温度は脱蛹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、脱蛹生成物としての脱蛹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ができる。分離段階は、特に少なくとも1個のフィルター、例えば回転フィルターを有するフィルター段階を含んでなり、従って母液または主濾液がフィルターを通過し、固形ワックス結晶がフィルター上にワックスケーキとして留まるようにすることができる。この方法は、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M E K / T混合物で洗浄し、溶媒を含まない粗蛹と使用済み溶媒を得ることを含むことができる。この方法は、洗浄段階及び主濾液から使用済み溶媒を回収し、回収した溶媒を脱蛹段階で再循環または再使用することを含むことができる。使用済み溶媒の回収は、多段階蒸留及びストリッピングによって行うことができる。20

【0018】

洗浄段階において、十分な洗浄溶媒を用いて、最初に用いた含口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】

脱蛹温度は-5 ~ -3 2 でよく、例えば-1 2 ~ -2 7 である。前記のように設定された脱蛹温度は、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、対応する脱蛹温度は-1 8 の流動点を得るのに要する脱蛹温度より高い。

【0020】

このようにして得られた脱蛹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（「V I」）が1 4 5以上であり、これは超高粘度指数（「S H V I」）潤滑剤基油として用いるのに適していることを見いたした。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、含口ウ生成物まで、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、脱蛹生成物まで敷衍される。

【0022】

本発明の第三の態様によれば、前記のような脱蛹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口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蛹された含口ウ生成50

物を含んでなる潤滑剤基油が提供される。

【0024】

従って、潤滑剤基油のV.Iは、145以上であることができる。

【0025】

本発明を、一例として、脱蠣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・ダイアグラムについて、及び以下の非制限的な例について説明する。

【0026】

図面において、参考番号10は通例は、脱蠣生成物を生成するための本発明による工程を示す。

【0027】

工程10は、常圧原油蒸留塔を含んでなる常圧蒸留段階14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16は、段階14から真空蒸留塔を含んでなる真空蒸留段階18へと通じている。真空ガス油または含口ウ油フローライン20は、真空蒸留段階18から通じている。

10

【0028】

合成ガスフローライン22は、フィッシャー・トロップシュ反応段階24へと通じている。段階24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26は、段階24から少なくとも1個の蒸留塔を含んでなる蒸留段階28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30は、蒸留段階28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32へと通じている。フローライン20は、フローライン30へと通じている。

20

【0029】

炭化水素生成物ライン34は、ハイドロクラッキング段階32から少なくとも1個の蒸留塔を含んでなる蒸留段階36へと通じている。水素化分解装置残渣フローライン38は、蒸留段階36から脱蠣段階40へと通じている。脱蠣生成物抜き取りライン42は、段階40から通じている。

【0030】

工程10には、本発明につい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12が常圧蒸留段階14に入る前に、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14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。

30

【0031】

使用においては、常圧蒸留段階14及び真空蒸留段階18を通常のやり方で操作して石油を基剤とした含口ウ油を得て、これをフローライン20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24及び蒸留段階28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30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口ウ油を5:95~20:80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32に供給する。ハイドロクラッキング段階32は、典型的には温度が380~400の範囲、水素分圧100~150バール(g)、水素液体比750:1~1500:1m<sub>n</sub><sup>3</sup>、およびLHSV0.5~1h<sup>-1</sup>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34に沿って蒸留段階36へ抜き取る。

40

【0032】

蒸留段階36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、すなわち含口ウ生成物を得て、これをフローライン38に沿って抜き取る。典型的には、蒸留段階36は、5~10ミリバール(a)の真空下で操作するSu

50

l z e r (商標) パッキングを有する内径が 40 mm のカラム (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口ウ生成物は、脱蛹段階またはユニット 40 へと移動する。脱蛹段階 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、生成する脱蛹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蛹温度まで冷却する。冷却中に形成した固体ワックス結晶を、例えば回転フィルター中で、脱蛹油、すなわち脱蛹生成物と使用済み溶媒とを含んでなる主滤液から分離する。フィルター上のフィルターケーキを、質量比が 50 : 50 の M E K / T を含んでなる洗浄溶媒で洗浄する。使用済み溶媒を、洗浄済みの固体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ピングによって分離する。十分な洗浄溶媒を用いて、含口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。脱蛹温度は、-12 ~ 27 である。脱蛹生成物を、フローライン 42 に沿って抜き取る。

【0034】

本出願人は、意外なことには、工程 10 から得た脱蛹生成物を粘度指数 (「V I」) が 145 以上の超高粘度指数 (「S H V I」) 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、溶媒抽出及び脱蛹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 V I 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 V I 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口ウ油をハイドロクラッキングすると、V I 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 S H V I 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、含口ウ油をハイドロ処理して V I が 120 ~ 135 の範囲の基油を生成するのに用いられてきた。

【0035】

従って、工程 10 から得た脱蛹ワックスは、S H V I 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 V I 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 V I 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。

【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してきた。しかし、本出願人は、意外なことには、石油を基剤とした含口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蛹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、V I 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 S H V I 基油性の炭化水素に転換することを示している。

【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、含口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へ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

10

20

20

30

40

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からも明らかのように、「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、脱蠅生成物は、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 <sub>n</sub> <sup>3</sup>
LHSV	0.75 h <sup>-1</sup>

【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気的に加熱した。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				10
70°Cでの密度	(kg/m <sup>3</sup> )	739.7	798.9	798.5
100°Cでの動粘度	(mm <sup>2</sup> /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)				20
初期沸点 シミュレーション	(°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】

溶媒脱蠅は、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（M E K / T）と混合した後、混合物を生成する脱蠅生成物または潤滑剤基油の所望な流動点に相当する脱蠅温度まで冷却した。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ピ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蠅油を生成した。回収した溶媒は、脱蠅段階に再循環した。

## 【0050】

## 脱蠅条件

供給物：溶媒 1 : 7 k g / k g  
 供給物：洗浄溶媒 1 : 2 k g / k g  
 脱蠅温度 - 2 6

## 【0051】

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。

## 【0052】

## 【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-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	
脱蠅した水素化分解生成物				
70 °Cでの密度 (kg/m³)	796.5	797.0	797.8	
40 °Cでの動粘度 (mm²/s)	21.34	24.76	23.52	
100 °Cでの動粘度 (mm²/s)	4,608	5,195	4,988	
V I	135.4	146.3	143.1	
流動点 (°C)	-15	-15	-15	
收率 (重量 %)	82.6	68.5	72.9	

## 【0053】

前記のように、様々な商業上利用可能な炭化水素残渣の收率構造 (yield structure) 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ープログラムを用いた。

## 【0054】

表 6 は、コンピュータープログラムによって決定されるように、「純粹な」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。

## 【0055】

## 【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

## 【0056】

本発明によって生成させることができるS H V I 基油を、表7にまとめる。

## 【0057】

## 【表7】

## S H V I 基油特性

	試料A	試料B	試料C
基本等級H C 4			
40℃での動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	17.16	16.04	16.4
100℃での動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	3.97	3.8	3.85
V I	130.6	130.5	129.8
流動点 (℃)	-15	-15	-15
Noack揮発性 (G C) (重量%)	15.5	15.5	15.5
収率 (重量%)	60	50	50
基本等級H C 6			
40℃での動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	31.35	32.36	32.68
100℃での動粘度 (mm <sup>2</sup> /s)	5.97	6.3	6.3
V I	138.8	149	146.6
流動点 (℃)	-15	-15	-15
Noack揮発性 (G C) (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

## 【0058】

典型的には、2種類のS H V I 基油が生成する。

\* H C 4 100 での動粘度

4 mm<sup>2</sup> / s

10

20

30

40

50

\* H C 6 100 での動粘度

6 mm<sup>2</sup> / s

## 【0059】

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、VI がかなり高い (> 145)。前例においては、相当する n - パラフィンは含ロウ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 VI 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 SHVI 基油は、含ロウ油だけから生成した水素化分解した基油より VI が大きい (10 ~ 25 ポイント) ことを見いたしました。

## 【図面の簡単な説明】

【図 1】脱蠅生成物を生成するための本発明の工程の流れ図。

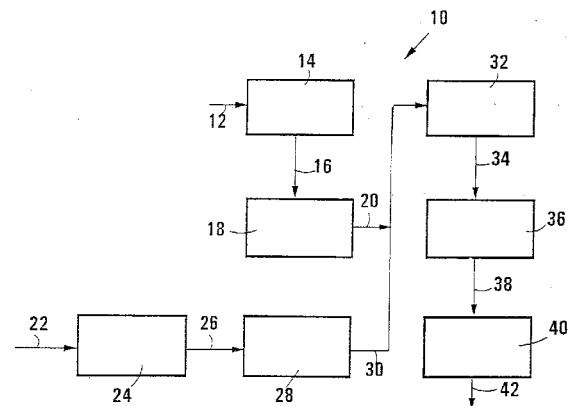
10

## 【符号の説明】

- 10. 本発明の工程
- 12. 原油フローライン
- 14. 常圧蒸留段階
- 16. 常圧残渣フローライン
- 18. 真空蒸留段階
- 20. 真空ガス油または含ロウ油フローライン
- 22. 合成ガスフローライン
- 24. フィッシャー - トロップシュ反応段階
- 26. 炭化水素フローライン
- 28, 36. 蒸留段階
- 30, 34, 38. フローライン
- 32. 水素化分解段階
- 40. 脱蠅段階

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 56  
(72)発明者 アドリー バン ツイル ピッサー  
南アフリカ国 サソルブルグ, バン ワウ ストリート 43  
(72)発明者 ゴドリーブ ゲルハルドウス スヴィーガーズ  
南アフリカ国 セッジフィールド, ブレショエンダーストリート 71

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