

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第5116669号
(P5116669)

(45) 発行日 平成25年1月9日 (2013.1.9)

(24) 登録日 平成24年10月26日 (2012.10.26)

(51) Int.Cl.

F I

C 1 O G 9/00 (2006.01)

C 1 O B 53/00 (2006.01)

G O 1 N 33/42 (2006.01)

G O 1 N 33/22 (2006.01)

C 1 O G 9/00

C 1 O B 53/00

G O 1 N 33/42

G O 1 N 33/22

A

請求項の数 10 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2008-517577 (P2008-517577)	(73) 特許権者	597142701
(86) (22) 出願日	平成18年6月13日 (2006.6.13)		ビービー オイル インターナショナル
(65) 公表番号	特表2008-546883 (P2008-546883A)		リミテッド
(43) 公表日	平成20年12月25日 (2008.12.25)		B P O I L I N T E R N A T I O N A L
(86) 国際出願番号	PCT/GB2006/002164		L L I M I T E D
(87) 国際公開番号	W02006/136788		イギリス国、ティーダブリュー 1 6 7 ビービー、ミドルセックス、サンバリー オンテムズ、チャートシー ロード
(87) 国際公開日	平成18年12月28日 (2006.12.28)	(74) 代理人	100064012
審査請求日	平成21年2月16日 (2009.2.16)		弁理士 浜田 治雄
(31) 優先権主張番号	05253891.5	(72) 発明者	ホッジス, マイケル, グレアム
(32) 優先日	平成17年6月23日 (2005.6.23)		イギリス国、ジーユー5 Oエスエイ、サリー、ウォナーシュ、バーネット レーン、ノーズリー
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		
前置審査			
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 石油精製用原料のコークスおよび瀝青の品質の評価方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複数の石油精製用原料のコークスおよび / または瀝青の生産量および品質を評価する方法であって：

- (i) 複数の石油精製用原料を供給することと、
- (i i) 加熱装置上に前記複数の石油精製用原料の各々のサンプルを配置することと、
- (i i i) それぞれの加熱装置を使用して、減圧下で各々のサンプルを 3 0 0 から 4 2 0 の範囲内で加熱する間にサンプルの減量を測定することと、
- (i v) (a) 生成される減圧残油の瀝青の品質を測定し、および / または、
- (b) (i) 加熱装置を使用して、減圧残油を 4 5 0 から 6 0 0 の範囲内で加熱する間にサンプルの減量を測定することと、
- (i i) 生成された生成物のコークスの品質を測定することからなること

を特徴とする複数の石油精製用原料のコークスおよび / または瀝青の生産量および品質を評価する方法。

【請求項 2】

石油精製用原料は、原油、合成原油、バイオ成分、ビスブレーカータール、溶剤脱アスファルトピッチ、大気圧残留物、減圧残油、燃料油、F C C デカントオイル、および一つまたはそれ以上の前記成分の混合物から選択されることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

複数の石油精製用原料が少なくとも 20 種類の石油精製用原料、例えば少なくとも 50 種類の石油精製用原料から成ることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

加熱装置が光学装置またはマイクロ発振器であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

ステップ (i i i) において生成される減圧残油が、一つまたはそれ以上のその他の残留物と混合されてからステップ (i v) に移行することを特徴する請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項 6】

ステップ (i i i) において生成される減圧残油が減圧残油と混合されてから、ステップ (i v) (a) において瀝青の品質を測定することを特徴とする請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

ステップ (i i i) において生成される減圧残油が、減圧残油、溶剤脱アスファルトピッチあるいはビスブレーカータールと混合されてから、ステップ (i v) (b) において加熱されてコークスの品質を測定することを特徴とする請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

ステップ (i i i) において生成される減圧残油のアスファルテンの安定性が測定されてから、ステップ (i v) (b) において加熱されてコークスの品質を測定することを特徴とする請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 9】

ステップ (i v) (b) (i i) におけるコークス化の間に発生するガス状成分および / または液状成分そのものを分析することを特徴とする請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

コークス化の間に発生する全部または一部の液状成分を、分離し、再循環し、ステップ (i i i) において生じる減圧残油に追加できることを特徴とする請求項 9 に記載の方法。

30

【発明の詳細な説明】**【発明の詳細な説明】****【0001】**

本発明は、ハイスループット実験を使用して複数の石油精製用原料のコークスおよび / または瀝青の品質を評価する方法に関する。

【0002】

近年、多くのハイスループット実験技術が開発されており、触媒物質やその他の物質を合成および検査する能力は大幅に増加し、実用的な品質を有するに至っている。概してこの種の技術においては、装置および方法論に重点が置かれてきた。それには、ロボットおよびコンピュータの使用を増強して実験計画を行ったり触媒や物質の生成および検査を自動化したりすることにより、試験結果を比較的小型のサンプルで簡単に再現可能にすることが含まれる。例えば、相当な努力が生成法や検査装置の発展に費やされた結果、例えば米国特許第 5, 776, 359 号明細書に記載されるような多種の物質および物質の特性や、例えば米国特許第 5, 959, 297 号明細書、米国特許第 6, 063, 633 号明細書および米国特許第 6, 306, 658 号明細書に記載されるような重要な化学反応が発見された。

40

【0003】

ハイスループット技術は、一般的に既存プロセスのための新規の触媒および物質を発見することに重点が置かれてきた。現在では、ハイスループット方法論は発展し、石油精製用原料のスクリーニングに適用されてコークスおよび / または瀝青の品質を評価すること

50

ができる。

【 0 0 0 4 】

瀝青（アスファルトとしても知られる）は非晶質の粘着性物質であり、原油の精製処理から生成することができる。瀝青は多数の用途、例えば道路建設や屋根ふき材等、を有する。瀝青は多くの異なる品質、例えば剛性および粘性のような品質を有することができ、これらの品質は処理される原油の種類や、その生成中のさまざまな処理ステップに強く依拠することがある。従来の瀝青の品質測定方法は、ブリティッシュスタンダード（B.S.）2000の「石油およびその製品に対する検査の方法」、特に、例えば、第49部「瀝青および瀝青質の材料の浸透」、第58部「瀝青の軟化点」および第72部「削減瀝青の粘性」に記載されている。

10

【 0 0 0 5 】

コークスは原油の残留カーボンから生成され、一般的にはディレード・コークス工程の減圧残油の分解によって生じる。その他の種類のコークス、例えば流体コークスまたは柔軟コークス等にも適用できる。熱工程により減圧残油が分解されて、より柔軟な生成物および石油コークスとなる。ディレード・コークスにおいて生成されるコークス（生コークス、但し石油コークスまたは生石油コークスとも呼ばれている）はか焼されてか焼石油コークスを生成することができ、その品質により数々の処理過程に使用できる。例えば、アルミニウム産業用のカーボン陽極およびアーク炉または二酸化チタン製造のための黒鉛電極の生成等である。コークスは多くの異なる品質を有することができ、それは生成されるコークス構造やその内部の不純物に依存する。また、これらの品質は処理される原油の種類や、その生成過程のさまざまな処理ステップに強く依拠することがある。

20

【 0 0 0 6 】

このように、原油の潜在的価値は、瀝青および／またはコークス、並びにコークス化工程すなわち精製中に生産されるあらゆる液体の品質および生産量に依拠する。典型的な石油精製では、多くの異なる石油精製用原料、例えば多くの異なる原油が処理される。石油精製用原料はまた、通常は利用できる原料を混合するため、原料の瀝青またはコークスの品質を予測することは非常に困難である。一般的には、以前の操業経験に基づき数々の仮定がなされる。しかしながら、通常は、これらは近似の予測を提供することしかできない。

【 0 0 0 7 】

本発明は、石油精製用原料のコークスおよび／または瀝青の生産量および品質をハイスループット手段で評価しようとするものである。

30

【 0 0 0 8 】

このように、本発明によれば、複数の石油精製用原料のコークスおよび／または瀝青の生産量および品質を評価するためのプロセスが供給されており、前記方法は：

（i）複数の石油精製用原料を供給することと、

（ii）加熱装置上に前記複数の石油精製用原料の各々のサンプルを配置することと、

（iii）それぞれの加熱装置を使用して、減圧下で各々のサンプルを300 から420 の範囲内で加熱する間にサンプルの減量を測定することと、

（iv）（a）生成される減圧残油の瀝青の品質を測定し、および／または、

（b）（i）加熱装置を使用して、減圧残油を450 から600 の範囲内で加熱する間にサンプルの減量を測定することと、

（ii）生成された生成物のコークスの品質を測定することからなることを特徴とする方法である。

40

【 0 0 0 9 】

本発明は複数の石油精製用原料のコークスおよび／または瀝青の品質を評価するための方法を提供し、従って、石油精製用原料の潜在的価値をその使用前に評価することができ、購入前であっても評価することが可能である。また、本発明により原料の混合物が迅速に評価され、原料互換性（又は潜在的な非互換性）から潜在的な相乗効果が測定される。例えば、二種類あるいはそれ以上の石油精製用原料、例えば二種類の原油、または原油および

50

合成原油等を異なる比率で迅速に混合し、複数の潜在的石油精製用原料を生成して、本発明における評価を行うことができる。この場合、好適には、適切な液体処理ロボットを使用して混合が行われる。

【0010】

一般的には、複数の石油精製用原料は少なくとも20種類の石油精製用原料、例えば少なくとも50種類の石油精製用原料からなる。

【0011】

ステップ(i)の石油精製用原料は、適切な石油精製用原料であれば何でもよい。例えば、原油、合成原油、バイオ成分、ピスプレーカータール、溶剤脱アスファルトピッチ、大気圧残留物、減圧残油、燃料油、FCCデカントオイル、および一つまたはそれ以上の原油の混合物、もしくは一つまたはそれ以上の合成原油と一つまたはそれ以上の原油の混合物のような一つまたはそれ以上の前記成分の混合物を含む。

10

【0012】

加熱装置は、適切な装置であれば何でもよく、それを活用して所望の温度までサンプルを加熱する間に同時にサンプルの減量を測定することができる。

【0013】

適切な加熱装置には、光学装置またはマイクロ発振器、例えば米国特許第5,661,233号明細書に記載されているクォーツマイクロ発振器、もしくはTGA測定のために使用されるマイクロ熱バランスが含まれる。

【0014】

好適には、装置は使い捨てである。

20

【0015】

減量を、石油精製用原料の中のその他の構成成分と比較して、瀝青および/またはコークスの相対量(生産量)を測定することが可能となるのは、以下に更に記載するとおりである。

【0016】

本発明の方法のステップ(iii)において、各々のサンプルを減圧下で300 から420 の範囲内で加熱する間に、サンプルの減量を測定する。減圧下で300 から420 の範囲内で加熱すると、サンプルから低沸点成分が発生することにより高沸点成分(減圧残油)が残る。すなわち、それが低沸点成分と関連する測定される減量である。

30

【0017】

「減圧下」とは大気圧以下の圧力を意味し、概して大気圧以下から1 mbar (およそ1 bar)までの圧力を意味する。

【0018】

各々のサンプルは同じ温度まで加熱することができ、またはサンプルは各々異なる温度まで加熱してもよい。

【0019】

好適には、各々のサンプルは減圧下で320 から400 の範囲内で加熱される。

【0020】

サンプルは当初は大気圧にて、その後減圧下にて加熱されてもよい。それは評価される原料に依拠し、従来石油精製に適用される大気圧蒸留および減圧蒸留の方法と同様である。

40

【0021】

その他の成分、例えば蒸気等もまた混合することができ、あるいは別の方法でステップ(iii)における加熱前または加熱中に供給されてもよい。

【0022】

好適な実施例において、減圧下で300 から420 の範囲内で加熱する間にステップ(iii)のサンプルの減量の測定をした後に生成される減圧残油は、一つまたはそれ以上のその他の残留物と混合してから任意の次のステップに移ってもよい。前記ステップもまた、従来石油精製に適用されていた混合方法と同様である。

50

【 0 0 2 3 】

例えば、減圧残油の瀝青の品質が測定される場合（ステップ（i v）（a））、ステップ（i i i）において生成される減圧残油は、一つまたはそれ以上の更なる減圧残油（更に以下で記載されるような吹込減圧残油を含む）と混合してからその後に瀝青の品質測定を行ってもよい。

【 0 0 2 4 】

同様に、減圧残油のコークスの品質が測定される場合（ステップ（i v）（b））、ステップ（i i i）において生成される減圧残油は、一つまたはそれ以上の更なる残留物、例えば減圧残油、溶剤脱アスファルトピッチもしくはビスプレーカータールと混合してからその後に加熱およびコークスの品質測定を行ってもよい。

10

【 0 0 2 5 】

同様に、ステップ（i i i）において石油精製用原料を最初に大気圧で加熱してから減圧下で加熱する場合、大気圧での加熱後に生成される残留物（大気圧残留物）は、一つまたはそれ以上のその他の残留物、例えば一つまたはそれ以上の更なる大気圧残留物と混合してから後に減圧下で加熱してもよい。

【 0 0 2 6 】

本発明の方法のステップ（i v）において、ステップ（i i i）で生成された減圧残油の瀝青の品質が測定され、および／または減圧残油は更に加熱され、コークスの品質が測定される。

【 0 0 2 7 】

ここで使用されるように、減圧残油のその後の測定および／または処理を引用するときには、減圧残油を一つまたはそれ以上の更なる残留物と混合してから前記の処理を行うことを含むのは前述のとおりである。本発明の方法のステップ（i v）（a）において、得られた減圧残油の瀝青の品質が測定される。

20

【 0 0 2 8 】

多くの技術を使用して、瀝青の品質に関する情報を提供することができる。適切な解析手法には、例えば、NMRおよびその他の分光器の技術が含まれるが、好適な技術はNIRおよびFTIRである。瀝青の品質はまた、レオロジー的手法またはその他の技術を使用して測定することもでき、それらの技術は瀝青の品質に対する従来の経験的検査と相互に関連する。レオロジー的またはその他の物理的品質測定のための適切なハイスループット技術には、例えば、国際公開第03/021232号パンフレット、国際公開第03/019150号パンフレット、米国特許出願公開第2003/141613号明細書および米国特許出願公開第2004/123650号明細書に記載されている技術が含まれる。

30

【 0 0 2 9 】

測定は、減圧残油それ自体の測定（すなわち更なる処理をせずに）、例えば、減圧残油の硫黄含有量および／または粘性の分析を含んでもよい。減圧残油の硫黄含有量は、例えば、あらゆる適切な技術によって測定できる。好適な技術はレーザー誘起破壊分光法（LIBS）である。

【 0 0 3 0 】

代替的に、または追加的に、測定は追加処理、例えば減圧残油の「吹込」の後に行われる減圧残油の測定を含んでもよい。

40

【 0 0 3 1 】

瀝青原料の「吹込」は当業者にとって周知であり、空気中での瀝青原料（本発明の減圧残油）の加熱を含み、概して大気流の下で、および概して250 から350 、例えば280 から300 の範囲内で行われる。この吹込により瀝青の品質はより硬く、更にもろいものに変化する。瀝青の品質は、生成物の処理前や処理中に何度測定されてもよい。例えば、前記のとおり減圧残油の測定を吹込前に行った後、再び吹込後に行うことができ、および／または生成物の吹込後に徐々に厳しい条件下（例えば高温など）で瀝青の品質を繰り返し測定することができる。

50

【 0 0 3 2 】

加えて、従来の瀝青生成物に関して、一部の減圧残油は、「吹き込まれ」てもよく、「吹き込まれない」一部の減圧残油と共に逆混合して混合瀝青原料を供給してもよい。このように、本発明の方法において、瀝青の品質は「非吹込」減圧残油、「吹込」減圧残油（吹込の様々な厳格条件を満たした後に選択的に）、もしくは「吹込」または「非吹込」減圧残油の一部分の混合物に基づいて測定されてもよい。

【 0 0 3 3 】

これにより、吹込状態が最適な瀝青の品質を得て測定することが可能となる。

【 0 0 3 4 】

瀝青の品質を測定するために用いる解析手法（または技術）は、好適には自動化されており、例えば、適切なロボットまたはロボット・ワークステーションによって実行される。

10

【 0 0 3 5 】

瀝青の品質測定は、本発明の方法のステップ（ i i i ）において生成される全部または一部の減圧残油に基づいて行われる。このように、例えば、一つまたはそれ以上の部分の減圧残油を使用して、瀝青の品質を測定してもよい。また、減圧残油の残留物を更に処理してコークスの品質を測定してもよいのは、後述するとおりである。

【 0 0 3 6 】

本発明のステップ（ i v ）（ b ）の第二態様において、コークス生産量および品質が測定される。これは、減圧残油を更に 4 5 0 から 6 0 0 の範囲に加熱し、生成された製品のコークスの品質を測定することによって達成される。

20

【 0 0 3 7 】

最も好適な実施例において、ステップ（ i i i ）において生成される減圧残油のアスファルテンの安定性が測定され、その後に加熱されてステップ（ i v ）（ b ）においてコークスの品質が測定される。石油精製用原料の減圧残油のアスファルテンの安定性は、減圧残油から生成されるコークスの品質と関連することが判明している。

【 0 0 3 8 】

それゆえに、減圧残油のアスファルテンの安定性の測定は、ステップ（ i v ）（ b ）（ i i i ）で測定されるときに生成されるコークスの品質情報を強化することができる。

【 0 0 3 9 】

アスファルテンは石油精製用原料の極性成分であり、一般的に芳香族化合物に可溶であり、パラフィン化合物、例えば n - アルカンには不溶である。従って、芳香族化合物に対するパラフィン化合物の比率が変化する場合、例えば、非互換の原油が混合される場合、アスファルテンは溶液から分離して沈殿し、装置が汚れてしまうという問題が生じ得る。

30

【 0 0 4 0 】

このことが生じる傾向は、アスファルテンの安定性として公知である。

【 0 0 4 1 】

コークスの品質は、アスファルテンの安定性の測定から測定することができる。測定には、アスファルテンの安定性の測定をコークスの品質と相互に関連させる適切なモデル、例えばコークスの品質およびアスファルテンの安定性の事前測定値に基づくモデルを使用する。

40

【 0 0 4 2 】

原油のアスファルテンの安定性測定は、一般的に周知であり、例えば、A S T M D 7 0 6 0 - 0 4 「残油および重油の最大凝集率および解膠力の測定のための標準検査方法（光学検出方法）」に記載されている。

【 0 0 4 3 】

原油のアスファルテンの安定性測定のためのその他の工業的方法もまた公知であり、例えば、キシレン当量または（シェル）「P」値の測定が含まれる。

【 0 0 4 4 】

アスファルテンの安定性測定のための（2つ以上の炭化水素液体の混合物のための）更

50

なる方法は、国際公開第2004/061450号パンフレットに記載されている。

【0045】

本発明に用いられる減圧残油のアスファルテンの安定性の好適な測定は、減圧残油の臨界溶解力であり、国際公開第2004/061450号パンフレットに記載されている。

【0046】

減圧残油の溶解力とは、飽和時までの芳香族化合物の相対比率の作用である。

【0047】

減圧残油の臨界溶解力とは、アスファルテンが減圧残油から分離して沈殿する溶解力である。

【0048】

パラフィン炭化水素が減圧残油に加えられていくと、混合物の溶解力は減少する。混合物の溶解力が残余物の臨界溶解力より低いときに、沈殿が発生する。パラフィン化合物は沈殿が発生する前に加えられなければならないが、その量が多いほど減圧残油の臨界溶解力は減少し、減圧残油の安定性が増加する。

【0049】

このように、臨界溶解力は、アスファルテンの沈殿が開始するまでの、パラフィン炭化水素の減圧残油への増加加算により測定できる。

【0050】

代替的に、減圧残油の一部をパラフィン炭化水素と異なる容量および配合で混合させて、それぞれを振動混合させるようにしてもよい。アスファルテンの安定性は、それぞれの混合物内の沈殿の開始によって測定される。使用される減圧残油の一部は、本発明の方法のステップ(iii)において、単一のサンプルから得られる単一の減圧残油の一部であってもよい。代替的に、複数の同一のサンプルをステップ(iii)における同一の方法で加熱して、複数の同一の減圧残油を提供してもよく、それぞれはパラフィン炭化水素と異なる容量あるいは配合で混合される。

【0051】

使用するパラフィン炭化水素は、好適にはn-ヘプタンである。

【0052】

その他の化合物、例えばトルエンおよびキシレンをパラフィン炭化水素に加えてもよい。

【0053】

減圧残油の臨界溶解力は、減圧残油が石油精製コークス中に「ショット」コークスを生成する性質と関連することが発見されている。特に、臨界溶解力が減少すればするほど、減圧残油が石油精製コークス中で処理されるときにショットコークスが生成される傾向は減少する。「ショット」コークスは小さい、球形粒子の形をしたコークスである。但し、より大きい分子を生成することもでき、および/または分子は凝集することができる。「ショット」コークスが、ディレード・コークスにおいて重要な操作上の問題を引き起こす可能性がある。

【0054】

好適には、アスファルテン安定性は自動化された方法、例えば、ロボット・ワークステーション等の方法で測定される。パラフィン炭化水素の追加時における沈殿の開始は、あらゆる適切な技術により測定することができるが、これは自動化された方法で行われることが好ましい。例えば、NIRまたはIRのような分光器技術を使用し、放射線透過の変化を測定するのがよい。凝集の自動測定は、例えばフィンランドのMeasurement Systems LimitedのPORLAアナライザにより実行することができる。

【0055】

更なる実施例において、まず石油精製用原料が大気圧中で加熱され、その後ステップ(iii)において減圧下にて加熱される場合、大気圧での加熱後に生成される残留物(大気圧残留物)のアスファルテンの安定性は、選択的に、前記のように一つまたはそれ以上

10

20

30

40

50

の残留物と混合された後に、測定されてからその後減圧下において加熱されてもよい。

【0056】

更なる実施例において、ステップ(iii)の減圧残油の硫黄含有量を測定することができるのは、瀝青の品質測定として前述したとおりであり、例えばレーザー誘起破壊分光法(LIBS)を使用することにより測定される。

【0057】

ステップ(iv)(b)(i)における450 から600 の範囲内での加熱により、減圧残油中のコークスが「生」コークスを生成する。

【0058】

前述のように、ステップ(iv)(b)において減圧残油のコークスの品質が測定される場合、ステップ(iii)において生成される減圧残油を、一つまたはそれ以上の更なる残留物、例えば、減圧残油、溶剤脱アスファルトピッチまたはビスブレーカータールと混合してもよく、混合後に加熱およびコークスの品質の測定が行われる。

10

【0059】

加熱およびコークスの品質の測定の前に、減圧残油を更なる成分と混合させてもよい。更なる成分には、精練におけるその他の処理装置から生じるその他の炭化水素を含んでもよい。例えば、流動接触分解(FCC)方法により生じるデカンタ油もしくはライトサイクルオイル、あるいはコークス化それ自体から再循環する炭化水素、例えば重液あるいは蒸留液のようなものであり、更に後述する。更なる成分として、蒸気、水素、窒素および/または硫化水素のような非炭化水素成分を含むこともできる。例えば、水素を追加することにより、コークス化ステップにおける生成物の生産量や品質を変化させることができる。

20

【0060】

コークス化の間、減圧残油の成分のクラッキングが生じ、それにより気体生成物または液体生成物が生成されて(その液体生成物は室温において液状である。但し、クラッキングの温度以下の沸点を有する)、前記のように測定されるのはこれらの成分と関連する減量である。好適な実施例において、これらの気体成分および/または液体成分自体が分析される。例えば、液体成分は冷却されて凝結し、次に適切な分析装置に移動する。その装置は例えば、微量分析法あるいは分光法による装置であり、硫黄および/または窒素含有量を測定する。あるいは、マイクロ・クロマトグラフィ装置(例えばマイクロ・ガスクロマトグラフィ、マイクロ2Dガスクロマトグラフィ)であり、オレフィンおよび芳香族含有量を測定する。液体生成物のこの種の蒸留もまた、測定することができる。ガス成分もまた収集して分析することができ、マイクロ・ガスクロマトグラフィ(マイクロ-GC)のような適切なガス分析器に直接移動させてもよい。

30

【0061】

コークス化の間に発生する液体成分、例えば超重液や蒸留液等の全部または一部を分離させて再循環することができ、ステップ(iii)において生じる減圧残油に、および前記アスファルテンの安定性の検査を受けるおよび/または上記ステップ(iv)(b)(i)において加熱される混合物に(例えば振動混合によって)追加されてもよい。本発明の本実施例は、コークス再循環を想定する。

40

【0062】

ステップ(iv)(b)(i)の加熱は単一のステップで実行可能であり、あるいは、減圧残油は、次第により高い温度への一連のステップにおいて加熱されてもよい(部分的コークス化ステップ)。一連の部分的コークス化ステップが行われる場合、アスファルテン安定性検査およびあらゆるその他の所望の試験も、部分的コークス化サンプルに適用することができる。

【0063】

サンプルはステップ(iv)(b)(i)において、大気圧あるいは減圧下、あるいはそれらの組合せにおいて加熱できる。加熱率を制御することも可能である。

【0064】

50

ステップ (i v) (b) (i i) において、生成された製品のコークスの品質が測定される。測定は、ステップ (i v) (b) (i) において生成される生コークスの測定自身 (すなわち更なる処理を有しない測定) からなることができ、および/または、更なる処理、例えば、生コークスをか焼し、か焼されたコークスを提供した後に生成される生成物の測定を含んでもよい。生コークスは、一般的には、空気中で少なくとも 1, 0 0 0、一般的には 1 2 0 0 から 1 3 5 0 の範囲で加熱することによりか焼することができる。か焼により、残留炭化水素および残留水分が除去されて、コークス構造の密度および物理的強度が増加する。

【 0 0 6 5 】

多くの技術を使用することにより、コークスの品質に関する情報提供が可能となる。コークスの品質は、少なくとも部分的に、存在する不純物によって測定されるが、測定するのに所望され得る典型的な不純物は、硫黄、ニッケル、バナジウム、ナトリウム、鉄、カルシウム、シリコンおよび窒素である。前記不純物の全てあるいはいくつかを測定する適切な技術には、X R F、L I B S あるいはその他の分光学的手段が含まれ、それらの手段により、存在する不純物の量を測定することができる。

10

【 0 0 6 6 】

コークスの品質は、生成されるコークスの物理的性質、例えば多孔性および振動嵩密度、揮発性物質 (V M) 含有量、硬度例えばハードグロブ粉砕性指数等、および構造に関して X 線回折により測定することもできる。

【 0 0 6 7 】

20

か焼後に、コークスはまた電気伝導性を有し、この性質を利用して生成物のコークスの品質を測定することもできる。品質を測定するために使用できるか焼コークスのその他の性質には、空気反応性および C O ₂ 反応性が含まれ、それは一般に硫黄含有量、ナトリウム含有量およびカルシウム含有量、金属含有量、熱膨張係数 (C T E) および磨滅係数、X 線回折による構造に依存する。

【 0 0 6 8 】

瀝青の品質およびコークスの品質は、別々の実験を行うことにより両方共測定することができる。代替的に、瀝青の品質およびコークスの品質は、同一の「実験」において両方共測定することができる。その実験は、最初に 3 0 0 から 4 2 0 の範囲内にてサンプルを加熱し、次に、生成される減圧残油の一部の瀝青の品質を測定し、その後、残留する減圧残油上のコークスの品質を測定するのは前記のとおりである。減圧残油のどちらか、または両方の部分はその他の残留物と混合することができ、その後、各々の次の処理が行われるのは前述のとおりである。

30

【 0 0 6 9 】

本発明は、石油精製用原料のコークスおよび/または瀝青、およびその混合物の生産量および品質の測定を可能にする。そして、混合を最適化して所望の生成物の生産量増加および品質向上の達成を可能にする。

【 0 0 7 0 】

本発明の好適な実施例において、一旦ステップ (i v) の分析 (複数の分析) が実行されると、適切な精製方法モデルを適用して石油精製用原料の効果が測定される。適切な精製モデルは当業者にとって公知であり、例えば、線形プログラム・モデル、すなわち原料および生成物を評価するモデルや、方法最適化モデル、すなわち原料の幅広い最適化および/またはリスクベースのモデルのような、石油精製用原料の方法の効果を評価するモデルを含んでもよい。

40

【 0 0 7 1 】

本発明の方法は、複数の石油精製用原料のコークスおよび/または瀝青の生産量および品質に関する大量のデータを作り出す。更なる実施例において、このデータを利用して方法の適切なモデルを開発、更新および/または検証してもよい。例えば、大量のデータは、方法モデルを構築可能にするパイロットプラント・パラメータの研究から生成されるよりも、広域なパラメータ集合を使用して迅速に生成される。そして、作り出される更なる

50

データを利用して、方法モデルの継続的な更新および改良を提供することができる（例えば、より広域なパラメータ空間のために）。

【 0 0 7 2 】

モデリングまたはその他の実験設計技術を使用して、複数の石油精製用原料のための一連の様々な方法の条件が作成されるが、一つまたはそれ以上の方法のモデルを開発、更新あるいは検証するために評価されることが望ましい。そして、本発明の方法を具体的に使用して、方法モデルのために必要とされるデータ、例えば規定の方法の条件の下で石油精製用原料から作られる生成物の生産量および品質等を作成する方法を評価することができる。

フロントページの続き

審査官 森 健一

- (56)参考文献 特表2004-538442(JP,A)
国際公開第2004/104139(WO,A1)
特開平01-124764(JP,A)
特開昭60-095353(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)
C10G 1/00-99/00