

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4344826号
(P4344826)

(45) 発行日 平成21年10月14日(2009.10.14)

(24) 登録日 平成21年7月24日(2009.7.24)

(51) Int.Cl.		F I
C 1 O G 67/06	(2006.01)	C 1 O G 67/06
C 1 O G 25/00	(2006.01)	C 1 O G 25/00
C 1 O G 45/58	(2006.01)	C 1 O G 45/58
C 1 O G 47/00	(2006.01)	C 1 O G 47/00

請求項の数 4 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2004-514632 (P2004-514632)	(73) 特許権者	390023685 シェル・インターナショナル・リサーチ ・マーチャツピイ・ベー・ウイ SHELL INTERNATIONAL E RESEARCH MAATSCHA PPIJ BESLOTEN VENNO OTSHAP オランダ国 2596 ハーエル, ザ・ハー グ, カレル・ヴァン・ピラントラー ン 30
(86) (22) 出願日	平成15年5月7日(2003.5.7)	(74) 復代理人	100125553 弁理士 小川 孝文
(65) 公表番号	特表2005-536578 (P2005-536578A)	(74) 代理人	100064355 弁理士 川原田 一穂
(43) 公表日	平成17年12月2日(2005.12.2)		
(86) 国際出願番号	PCT/EP2003/004853		
(87) 国際公開番号	W02004/000975		
(87) 国際公開日	平成15年12月31日(2003.12.31)		
審査請求日	平成18年4月18日(2006.4.18)		
(31) 優先権主張番号	02291563.1		
(32) 優先日	平成14年6月24日(2002.6.24)		
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薬用及び工業用ホワイトオイルの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フィッシャー・トロプシュ誘導パラフィン系蒸留物塔底生成物を不均質吸着剤と接触させる、該塔底生成物からの薬用又は工業用ホワイトオイルの製造方法であって、該塔底生成物は、

(a) 原料中の炭素原子数が60以上の化合物と炭素原子数30以上の化合物との重量比が少なくとも0.2で、かつ原料中の化合物の30重量%以上は、炭素原子数30以上の化合物であるフィッシャー・トロプシュ誘導原料を水素化分解/水素化異性化する工程、

(b) 工程(a)の生成物を、複数の低沸点フラクションの中の1つ以上の蒸留物フラクションと、基油前駆体フラクションと、基油前駆体フラクションのT90重量%沸点範囲が350~550であるような重質フラクションとに分離する工程、

(c) 工程(b)で得られた基油前駆体フラクションに対し流動点低下工程を行う工程、及び

(d) 工程(c)の生成物を蒸留することにより、重質塔底蒸留物フラクションを単離する工程、

により得られる該方法。

【請求項 2】

前記吸着剤が、活性炭である請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

100での動粘度が8.5cStを超えるフィッシャー・トロプシュ誘導薬用ホワイ

トオイルが得られる請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記フィッシャー・トロプシュ誘導薬用ホワイトオイルは、非環式イソパラフィンの含有量が 80 ~ 98 重量%であり、セイボルト色度が + 30 より大で、また ASTM D 269 で測定した、FDA 178 3620 (' c) による 280 ~ 289 nm スペクトルバンドでの紫外線吸着スペクトル値が 0 . 70 未満、290 ~ 299 nm スペクトルバンドでは 0 . 60 未満、300 ~ 329 nm スペクトルバンドでは 0 . 40 未満、330 ~ 380 nm スペクトルバンドでは 0 . 09 未満である請求項 3 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、フィッシャー・トロプシュ誘導薬用及び工業用ホワイトオイルの製造方法に向けたものである。この薬用ホワイトオイルの 100 での動粘度は、8 . 5 c S t を超える。

【背景技術】

【0002】

出願人は、比較的重質のフィッシャー・トロプシュ合成生成物から同時に、高粘度等級を含む各種の基油等級を製造できる新しい方法を開発した。このようなフィッシャー・トロプシュ合成生成物は、例えば WO - A - 9934917 に記載の方法により得られる。

【0003】

20

この新しい方法は、前記原料を水素化処理する工程、及び好ましくは引き続き流動点低下工程を行う工程を含む。このような方法は、例えば EP - A - 776959 の実施例 3 に、異なる原料について記載されている。更に重質の供給原料を用いて得られたフラクションは、次に減圧蒸留により、100 での動粘度が 8 . 5 c S t 以上の重質基油等級と、100 での動粘度が 2 ~ 7 c S t の範囲の 1 つ以上の基油等級とに分離できる。重質基油等級は、工業用ホワイトオイルと同等か又は近似する特性を有し、蒸留の塔底生成物として高収率で得られる。

【0004】

フィッシャー・トロプシュ法は、極めて純粋な出発原料で開始する上、芳香族の色調を有する化合物は、通常、殆ど形成されないので、フィッシャー・トロプシュ合成生成物から製品を製造する場合、色調の問題は、容易には予測されない。しかし、出願人は、この重質塔底蒸留フラクションが少なくとも実験室設備では、僅かに黄色を帯びていることを見出した。この色調のため、基油は、直接、薬用ホワイトオイルとして利用できない。

30

【0005】

工業用及び薬用ホワイトオイルは、無色という特徴がある。工業用ホワイトオイルは、セイボルト色度 (ASTM D - 156) が + 20 より大である。薬用ホワイトオイルは、セイボルト色度が + 25 より大で、更に特に + 30 に等しい。他の薬用及び工業用ホワイトオイルの規格は、例えば FDA 178 . 3620 (b) 及び FDA 178 . 3620 (' c) による異なる UV スペクトル範囲での UV 吸着率 (a d s o r b a n c e) がそれぞれ低いことである。食品用の薬用ホワイトオイルは、更に 100 での動粘度が 8 . 5 c S t を超え、また 5 重量% 沸点が 391 を超える必要がある。

40

【特許文献 1】 WO - A - 9934917

【特許文献 2】 EP - A - 776959

【特許文献 3】 WO - A - 9934917

【特許文献 4】 AU - A - 698392

【特許文献 5】 EP - B - 668342

【特許文献 6】 WO - A - 0014179

【特許文献 7】 EP - A - 532118

【特許文献 8】 US - A - 4859311

【特許文献 9】 WO - A - 9718278

50

【特許文献10】US - A - 5 0 5 3 3 7 3

【特許文献11】US - A - 5 2 5 2 5 2 7

【特許文献12】US - A - 4 5 7 4 0 4 3

【特許文献13】US - A - 5 1 5 7 1 9 1

【特許文献14】WO - A - 0 0 2 9 5 1 1

【特許文献15】EP - B - 8 3 2 1 7 1

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

出願人は、工業用又は薬用ホワイトオイルのいずれの所要規格にも適合しない重質塔底フラクションを単に不均質吸着剤と接触させるだけで、薬用又は工業用ホワイトオイルが得られることを見い出した。

【課題を解決するための手段】

【0007】

したがって、本発明は、フィッシャー・トロプシュ誘導パラフィン系蒸留物塔底生成物を不均質吸着剤と接触させる、該塔底生成物からの薬用又は工業用ホワイトオイルの製造方法に向けたものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

好適な不均質吸着剤の例は、活性炭、ゼオライト、例えば天然ホウジャサイト、又はフェリエライト (ferrierite)、ZSM-5、ホウジャサイト、モルデナイトのような合成材料、シリカ粉、シリカゲル、酸化アルミニウム及び各種粘土、例えばアタパルガス (Attapulgius) 粘土 (含水マグネシウム-アルミニウムシリケート)、ポロセル (Porocel) 粘土である。好ましい吸着剤は、活性炭である。

【0009】

一般に活性炭は、炭素の微結晶性非グラファイト形態で、表面積が大きいいため、内部多孔性を発達させるよう処理したものである。特に好適であることが見い出された活性炭は、表面積 (N₂、BET法) が 500 ~ 1500 m²/g、好ましくは 900 ~ 1400 m²/g の範囲で、Hg 細孔容積が 0.1 ~ 1.0 ml/g、好ましくは 0.2 ~ 0.8 ml/g の範囲のものである。“Hg 細孔容積” という表現は、水銀細孔測定法 (porosimetry) で測定した細孔容積のことである。非常に良好な結果は、更に微孔サイズ分布が 0.2 ~ 2 nm、平均 0.5 ~ 1 nm で、細孔サイズ分布 (水銀細孔測定法) が 1 ~ 10,000 nm、好ましくは 1 ~ 5,000 nm の範囲で、また窒素細孔測定法で測定した合計細孔容積が 0.4 ~ 1.5 ml/g、好ましくは 0.5 ~ 1.3 ml/g の範囲である活性炭で得られた。他の好ましい物性としては、見掛けの高密度 0.25 ~ 0.55 g/ml、粒度 0.4 ~ 3.5 nm、好ましくは 0.5 ~ 1.5 nm、及び塊破碎 (bulk crushing) 強度 0.8 MPa 以上、好ましくは 1.0 MPa 以上がある。好適な市販の活性炭としては、Chemviron 型、Chemviron F-400 (FILTRASORB 400)、DARCO GCL 8*30 及び DARCO GCL 12*40 (FILTRASORB 及び DARCO は商標) が挙げられる。

【0010】

本発明方法で使用される活性炭は、好ましくは乾燥活性炭である。これは、活性炭中の水分が、活性炭の全重量に対し 2 重量% 未満、好ましくは 1 重量% 未満、更に好ましくは 0.5 重量% 未満でなければならないことを意味し、また通常、活性炭は、本発明方法に利用する前に、まず乾燥しなければならないことを意味する。乾燥は、当該技術分野で公知の方法により現場外 (ex situ) でも現場でも実施できる。好適な乾燥法の例は、活性炭を窒素雰囲気中、100 ~ 500 の範囲の温度で 1 ~ 48 時間乾燥するというものである。活性炭の固定床を利用する場合、活性炭を現場で乾燥する、即ち、活性炭を床に詰めした後、乾燥することが好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 1 】

塔底生成物を活性炭と接触させる条件（温度、圧力、空間速度）は、基油品質をなお向上させるには、広範囲内で変化させてよい。この点、20～300、好ましくは30～200、更に好ましくは40～150の範囲の温度が好適であることが見いだされた。本発明方法での操作圧力は、特に重要ではなく、1～200バール、好ましくは1～100バール、最も好ましくは1～20バールの範囲であってよい。好適な重量の時間当り空間速度は、0.2～25kg/l/hr、好ましくは0.5～10kg/l/hr、更に好ましくは1～5kg/l/hrの範囲であることが見いだされた。本発明方法は、添加水素の不存在下で好適に行われる。

【 0 0 1 2 】

高収率の薬用ホワイトオイルは、次の方法で達成できる。

- (a) 原料中の炭素原子数が60以上の化合物と炭素原子数30以上の化合物との重量比が少なくとも0.2で、かつ原料中の化合物の30重量%以上は、炭素原子数30以上の化合物であるフィッシャー・トロプシュ誘導原料を水素化分解/水素化異性化する工程、
 (b) 工程(a)の生成物を、複数の低沸点フラクションの中の1つ以上の蒸留物フラクションと広範囲の基油前駆体フラクションとに分離する工程、
 (c) 工程(b)で得られた広範囲の基油前駆体フラクションに対し流動点低下工程を行う工程、
 (d) 工程(c)の生成物を蒸留することにより、重質塔底蒸留物フラクションを単離する工程、及び
 (e) 前記塔底蒸留物フラクションを不均質吸着剤と接触させる工程、
 により薬用又は工業用ホワイトオイルを製造する方法。

【 0 0 1 3 】

工程(a)で使用される比較的重質のフィッシャー・トロプシュ誘導原料は、炭素原子数30以上の化合物を30重量%以上、好ましくは50重量%以上、更に好ましくは55重量%以上含有する。更に、フィッシャー・トロプシュ誘導原料中の炭素原子数が60以上の化合物と炭素原子数30以上の化合物との重量比は、少なくとも0.2、好ましくは少なくとも0.4、更に好ましくは少なくとも0.55である。フィッシャー・トロプシュ誘導原料は、ASF-値(Ander son - Sch ul z - Fl or y連鎖成長ファクター)が少なくとも0.925、好ましくは少なくとも0.935、更に好ましくは少なくとも0.945、なお更に好ましくは少なくとも0.955のC₂₀+フラクションから誘導することが好ましい。

【 0 0 1 4 】

フィッシャー・トロプシュ誘導原料の初期沸点は、400以下の範囲でよいが、好ましくは200未満である。少なくとも、炭素原子数が4以下の化合物及びその範囲の沸点を有する化合物は、工程(a)のフィッシャー・トロプシュ誘導原料としてフィッシャー・トロプシュ合成生成物を使用する前に、この合成生成物から分離することが好ましい。以上、詳細に説明したフィッシャー・トロプシュ誘導原料は、大部分、本発明で定義したような水素化転化工程を行っていないフィッシャー・トロプシュ合成生成物からなる。このフィッシャー・トロプシュ生成物以外の他のフラクションも、フィッシャー・トロプシュ誘導原料の一部であってよい。可能な他のフラクションは、好適には工程(b)で得られる、いずれの高沸点フラクションであってよい。

【 0 0 1 5 】

このようなフィッシャー・トロプシュ誘導原料は、好適には、フィッシャー・トロプシュ法で得られる比較的重質のフィッシャー・トロプシュ生成物である。全てのフィッシャー・トロプシュ法がこのような重質生成物を生成するのではない。好適なフィッシャー・トロプシュ法の一例は、WO-A-9934917及びAU-A-698392に記載されている。これらの方法は、前述のようなフィッシャー・トロプシュ生成物を生成する。

【 0 0 1 6 】

フィッシャー・トロプシュ誘導原料及び得られる蠟状ラフィネート生成物は、硫黄含有

10

20

30

40

50

化合物及び窒素含有化合物を含まないか、又は殆ど含まない。これは、殆ど不純物を含まない合成ガスを使用するフィッシャー・トロプシュ反応による生成物では普通のことである。硫黄及び窒素の水準は、一般に現在、硫黄については5 ppm、窒素については1 ppmの検出限界未満である。

【0017】

フィッシャー・トロプシュ生成物には、フィッシャー・トロプシュ反応の反応生成物に存在する酸素化物、飽和物及びオレフィン系化合物を除去するため、マイルドな水素化処理工程を任意に行ってよい。このような水素化処理は、EP-B-668342に記載されている。水素化処理工程のマイルド性は、該工程での転化率が好ましくは20重量%未満、更に好ましくは10重量%未満として表現される。ここで転化率は、沸点が370

10

【0018】

工程(a)の水素化分解/水素化異性化反応は、水素及び触媒の存在下で行うことが好ましい。触媒は、この反応に好適な当業者に公知の触媒から選択できる。工程(a)用の触媒は、通常、酸性官能価及び水素化/脱水素化官能価を有する。好ましい酸性官能価は、耐火性金属酸化物担体である。好適な担体材料としては、シリカ、アルミナ、シリカ-アルミナ、ジルコニア、チタニア及びそれらの混合物が挙げられる。本発明方法で使用される触媒に含まれる好ましい担体材料は、シリカ、アルミナ及びシリカ-アルミナである

20

【0019】

好ましい水素化/脱水素化官能価は、ニッケル、コバルト、鉄、パラジウム及び白金のような第VII族金属である。好ましくは第VII族貴金属群であり、更に好ましくは白金である。触媒は、このような更に好ましい貴金属水素化/脱水素化活性成分を担体材料100重量部当たり0.005~5重量部、好ましくは0.02~2重量部の量、含有してよい。水素化転化段階で使用される特に好ましい触媒は、白金を担体材料100重量部当たり0.05~2重量部、更に好ましくは0.1~1重量部の範囲の量、含有する。触媒の強度を高めるため、触媒は、バインダーも含有してよい。バインダーは、非酸性であってよい。その例は、粘土及び当業者に公知の他のバインダーである。

30

【0020】

工程(a)では、原料は、触媒の存在下、高温、高圧下で水素と接触する。温度は、通常、175~380、好ましくは250を超え、更に好ましくは300~370の範囲である。圧力は、通常、10~250バール、好ましくは20~80バールの範囲である。水素は、ガスの時間当たり空間速度100~10000 Nl/l/hr、好ましくは500~5000 Nl/l/hrで供給してよい。炭化水素原料は、重量の時間当たり空間速度0.1~5 kg/l/hr、好ましくは0.5 kg/l/hrを超え、更に好ましくは2 kg/l/hr未満で供給してよい。水素対炭化水素原料比は、100~5000 Nl/kg、好ましくは250~2500 Nl/kgの範囲であってよい。

40

【0021】

工程(a)において、沸点370を超える原料が1回通過当り反応して沸点370未満のフラクションを生成する際の該原料に対する重量%として定義した転化率は、少なくとも20重量%、好ましくは少なくとも25重量%であるが、好ましくは80重量%以下、更に好ましくは65重量%以下である。前記定義で使用される原料は、工程(a)に供給する合計の炭化水素原料であり、したがって工程(b)で得られるような高沸点フラクションの任意の再循環も含む。

50

【 0 0 2 2 】

工程 (b) では、工程 (a) の生成物は、1 つ以上の蒸留物フラクション、基油前駆体フラクション、好ましくは T 1 0 重量% 沸点範囲 3 0 0 ~ 4 5 0 の基油前駆体フラクションに分離することが好ましい。得られる薬用又は工業用ホワイトオイルの粘度を調節するため、工程 (a) の生成物から重質フラクションを分離してもよい。重質フラクションを除去しなければ、ホワイトオイルの 1 0 0 での動粘度は、十分 1 5 c S t を超える。工程 (a) の流出流から重質フラクションを分離する際の量及び留分境界点を調節することにより、1 0 0 での動粘度が 6 c S t ~ 2 5 c S t 以上の範囲の薬用又は工業用ホワイトオイルを得ることができる。

【 0 0 2 3 】

重質フラクションを分離すれば、基油前駆体フラクションの T 9 0 重量% 沸点範囲は、3 5 0 ~ 5 5 0 であることが好ましい。分離は、ほぼ大気圧条件、好ましくは 1 . 2 ~ 2 バラでの第一蒸留により行うことが好ましく、ここでガス油生成物、及びナフサフラクションやケロシンフラクションのような低沸点フラクションは、工程 (a) の生成物である高沸点フラクションと分離される。前述のように工程 (a) の生成物から高沸点フラクションを取り出したら、この高沸点フラクション、好適にはその中の 9 5 重量% 以上が 3 7 0 を超える沸点を有する高沸点フラクションは、更に真空蒸留工程で分離して、真空ガス油フラクション、基油前駆体フラクション及び任意の高沸点フラクションが得られる。真空蒸留は、好適には 0 . 0 0 1 ~ 0 . 0 5 バラの圧力で行う。

【 0 0 2 4 】

工程 (c) では、工程 (b) で得られた基油前駆体フラクションに対し、流動点低下処理を行う。流動点低下処理とは、処理工程ごとに、基油の流動点が 1 0 より大きく、好ましくは 2 0 より大きく、更に好ましくは 2 5 より大きく下がる工程であることが判る。流動点低下処理は、いわゆる接触脱蠟法により行うことが好ましい。

【 0 0 2 5 】

接触脱蠟法は、触媒及び水素の存在下で基油前駆体フラクションを前述のように低下させるいかなる方法でも実施できる。好適な脱蠟触媒は、モレキュラーシーブ及び任意に第 V I I I 族金属のような水素化機能を有する金属を組合せた不均質触媒である。モレキュラーシーブ、更に好適には中間気孔度のゼオライトは、接触脱蠟条件下で基油前駆体フラクションの流動点低下に良好な触媒能力を示した。中間気孔度ゼオライトの細孔径は、好ましくは 0 . 3 5 ~ 0 . 8 n m である。好適な中間気孔度ゼオライトは、モルデナイト、Z S M - 5、Z S M - 1 2、Z S M - 2 2、Z S M - 2 3、S S Z - 3 2、Z S M - 3 5 及び Z S M - 4 8 である。他の好ましいモレキュラーシーブは、シリカ - アルミナホスフェート (S A P O) 材料であり、この中、S A P O - 1 1 は、例えば U S - A - 4 8 5 9 3 1 1 に記載されるように、最も好ましい。Z S M - 5 は、第 V I I I 族金属の不存在下で H Z S M - 5 の形態で任意に使用してよい。好適な第 V I I I 族金属は、ニッケル、コバルト、白金及びパラジウムである。可能な組合わせの例は、N i / Z S M - 5、P t / Z S M - 2 3、P d / Z S M - 2 3、P t / Z S M - 4 8 及び P t / S A P O - 1 1 である。好適なモレキュラーシーブ及び脱蠟条件の更なる詳細及び例は、W O - A - 9 7 1 8 2 7 8、U S - A - 5 0 5 3 3 7 3、U S - A - 5 2 5 2 5 2 7 及び U S - A - 4 5 7 4 0 4 3 に記載されている。

【 0 0 2 6 】

脱蠟触媒は、好適にはバインダーも含有する。バインダーは、合成または天然産の (無機) 物質、例えば粘土、シリカおよび / または金属酸化物であってよい。天然産の粘土としては、例えばモンモリロナイトおよびカオリン属がある。バインダーは多孔質バインダー材料、例えば耐火性酸化物、例えばアルミナ、シリカ - アルミナ、シリカ - マグネシア、シリカ - ジルコニア、シリカ - トリア (酸化トリウム)、シリカ - ベリリア (酸化ベリリウム)、シリカ - チタニアや三元組成物、例えばシリカ - アルミナ - トリア、シリカ - アルミナ - ジルコニア、シリカ - アルミナ - マグネシアおよびシリカ - マグネシア - ジルコニアがある。本質的にアルミナを含まない低酸性度の耐火性酸化物バインダー材料を使

10

20

30

40

50

用することが更に好ましい。これらバインダー材料の例としては、シリカ、ジルコニア、二酸化チタン、二酸化ゲルマニウム、ボリアおよび前述のようなこれら2種以上の混合物がある。最も好ましいバインダーはシリカである。

【0027】

好ましい種類の脱蠟触媒は、前述のような中間ゼオライト微結晶及び本質的にアルミニウムを含まない低酸性度耐火性酸化物を含む。このアルミノシリケートゼオライト微結晶の表面は、表面脱アルミ化処理により変性したものである。好ましい脱アルミ化処理は、例えばUS - A - 5 1 5 7 1 9 1又はWO - A - 0 0 2 9 5 1 1に記載されるように、バインダー及びゼオライトの押出物をフィルオロシリケート塩の水溶液と接触させることによる。前述のような好適な脱蠟触媒の例は、例えばWO - A - 0 0 2 9 5 1 1及びEP - B - 8 3 2 1 7 1に記載されるようなシリカ結合脱アルミ化Pt / ZSM - 5、シリカ結合脱アルミ化Pt / ZSM - 2 3、シリカ結合脱アルミ化Pt / ZSM - 1 2、シリカ結合脱アルミ化Pt / ZSM - 2 2である。

10

【0028】

接触的脱蠟条件は当該技術分野で公知であり、通常、200～500、好適には250～400の操作温度、10～200バール、好ましくは40～70バールの水素圧、1時間当り触媒1リットル当りオイル0.1～10kg (kg / l / hr)、好適には0.2～5kg / l / hr、更に好適には0.5～3kg / l / hrの範囲の重量の時間当り空間速度 (WHSV)、及びオイル1リットル当り水素100～2,000リットルの範囲の水素対オイル比である。接触脱蠟工程では、温度を40～70バールで315～375に変化させることにより、好適には-10～-60に変化する種々の流動点規格を有する基油を製造することが可能である。

20

【0029】

工程(d)では、工程(d)の脱蠟流出流は、任意に幾つかの低沸点化合物をフラッシュ除去した後、1種以上の低粘度基油生成物及び重質蒸留物塔底生成物に分離される。この塔底生成物は、工程(e)において、前述のような不均質吸着剤と接触する。この塔底蒸留物フラクションは、例えば工業用ホワイトオイルの規格に適合する可能性がある。したがって、本発明は、前述の方法に従ってフィッシャー・トロプシュ誘導工業用ホワイトオイルを不均質吸着剤と接触させることにより、この工業用ホワイトオイルの品質を向上する方法にも向けたものである。

30

【0030】

本発明は、更に100での動粘度が8.5cStを超え、非環式イソパラフィンの含有量が80～98重量%であり、セイボルト色度が+30より大で、またASTM D2269で測定した、FDA 178.3620 ('c)による280～289nmスペクトルバンドでの紫外線吸着スペクトル値が0.70未満、290～299nmスペクトルバンドでは0.60未満、300～329nmスペクトルバンドでは0.40未満、330～380nmスペクトルバンドでは0.09未満である薬用ホワイトオイルにも向けたものである。

この薬用ホワイトオイルは、可塑剤又は離型用プロセスオイルとしても使用できる。このような離型剤は、食品包装用にも使用できるという利点がある。

40

本発明を以下の非限定的実施例により説明する。

【実施例1】

【0031】

実施例1

前記フィッシャー・トロプシュ誘導原料について説明したように、工程(a)～(d)を行うことにより得られた、第1表に示す特性を有する塔底蒸留物フラクション(原料1)を用いて、薬用ホワイトオイルを製造した。工程(a)で使用したフィッシャー・トロプシュ誘導原料は、WO - A - 9 9 3 4 9 1 7の実施例IIIの触媒を用いて、実施例VIIで得られたフィッシャー・トロプシュ生成物のC₅～C₇₅₀+フラクションである。この原料は、C₃₀+生成物を約60重量%含有する。C₆₀+ / C₃₀+の比は、

50

約 0.55 である。

【 0 0 3 2 】

【 表 1 】

第 1 表

	原料 1	原料 2
100℃での動粘度	7.532	11.11
密度(d20/4)	824.5	831.2
5重量%沸点Pt ℃	470	479
流動点 ℃	-9	-45
セイボルト色度 (ASTM D156)	-4	
ASTM色調 (ASTM D1500)		L3.0

10

【 0 0 3 3 】

塔底蒸留物フラクションを 85 、 1 g / g . h (約 0 . 4 リットル / リットル . h) の速度で、約 100 時間、“ Chemviron ” 木炭型 F - 400 の乾燥粗粒子床に逆流方式で連続的に通した。

UV 吸着値及びセイボルト色度を第 2 表に示す。第 2 表の結果から、薬用ホワイトオイルは、フィッシャー・トロプシュ誘導塔底蒸留物フラクションから得られることが判る。本実施例の前記蒸留塔底生成物は、工業用ホワイトオイル規格に殆ど適合していた。したがって、本実施例は、フィッシャー・トロプシュ誘導工業用ホワイトオイルが、このように簡単な吸着法により薬用ホワイトオイルに転化できることも示している。

20

【 実施例 2 】

【 0 0 3 4 】

ここでは、原料 2 を用いた他は、実施例 1 を繰り返した。原料 2 は、原料 1 と同様の方法で得られた。接触脱蠟は、塔底フラクション原料 2 の場合、更に低い流動点を得られるように、高い温度で行った。

【 0 0 3 5 】

【 表 2 】

性能→	第 2 表					セイボルト色調
	UV 範囲 280-289 nm	290-299 nm	300-329 nm	330-380 nm	330-380 nm	
フラクション: 工業用ホワイトオイル規格*	4	3.3	2.3	0.8	> +20	
(最大値)					+30	
薬用ホワイトオイル規格**	0.70	0.60	0.40	0.09		
(最大値)						
原料 1	1.11	1.65	2.89	0.9	-4	
原料 2	5.0	4.6	5.0	5.4	際まで セイボルト 値用できず	
実施例 1 で得られたオイル	0.14	0.10	0.03	0.01	+30	
実施例 2 で得られたオイル	0.12	0.10	0.06	0.02	+25	

30

40

* ASTM 2269 で測定した FDA 178.3620 (b) による。

50

** ASTM 2269で測定したFDA 178.3620(c')による。

フロントページの続き

(72)発明者 ジルベール・ロベール・ベルナル・ジェルメーヌ
フランス国 F - 7 6 6 5 0 プティ クロヌ ルート デパルトメンタル ナンバー 3

審査官 澤村 茂実

(56)参考文献 米国特許第 4 7 8 6 4 0 2 (U S , A)
特開平 9 - 5 0 7 0 9 2 (J P , A)
特開昭 5 2 - 1 3 2 0 0 7 (J P , A)
特表 2 0 0 1 - 5 2 7 1 2 0 (J P , A)
特表 2 0 0 2 - 5 2 7 5 3 0 (J P , A)
特表 2 0 0 2 - 5 0 0 0 9 5 (J P , A)

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