

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-263263

(P2009-263263A)

(43) 公開日 平成21年11月12日(2009.11.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C07B 31/00 (2006.01)	C07B 31/00	4G066
B01J 19/24 (2006.01)	B01J 19/24	A 4G075
C01B 3/00 (2006.01)	C01B 3/00	B 4G140
B01J 23/50 (2006.01)	B01J 23/50	Z 4G169
C07C 5/02 (2006.01)	C07C 5/02	4H006

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-113099 (P2008-113099)
 (22) 出願日 平成20年4月23日 (2008.4.23)

(71) 出願人 000183646
 出光興産株式会社
 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
 (74) 代理人 110000637
 特許業務法人樹之下知的財産事務所
 (72) 発明者 上村 秀人
 千葉県市原市姉崎海岸2-4番地4
 (72) 発明者 高木 史明
 千葉県市原市姉崎海岸2-4番地4
 (72) 発明者 白神 善隆
 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
 (72) 発明者 伊藤 直次
 栃木県宇都宮市若草2-1-12若草第2
 住宅1-7
 Fターム(参考) 4G066 AA02B CA38 EA20

最終頁に続く

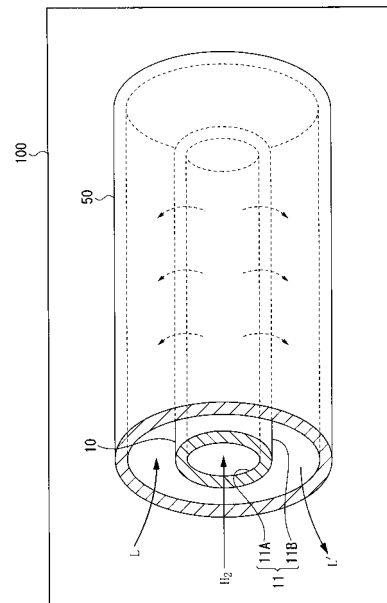
(54) 【発明の名称】 有機化合物の還元方法および還元処理装置

(57) 【要約】

【課題】連続処理が可能な有機化合物の還元再生方法およびそのための還元処理装置を提供する。

【解決手段】還元処理装置100は、水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により壁面11が形成された反応器10を有し、前記壁面11は、水素ガスと接触する内壁面11Aと、有機化合物Lが接触する外壁面11Bとを備える。反応器10の内壁面11Aに連続的に水素ガスを供給することにより、外壁面11Bで連続的に有機化合物Lが還元される。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

水素吸蔵金属を用いた有機化合物の還元方法であって、
前記水素吸蔵金属は、パラジウム合金であり、
前記パラジウム合金により隔壁が形成された反応器を用いて、
前記反応器に連続的に水素ガスを供給することにより、前記隔壁の表面で連続的に有機化合物の還元反応を行うことを特徴とする有機化合物の還元方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の有機化合物の還元方法において、
前記有機化合物が潤滑油であることを特徴とする有機化合物の還元方法。

10

【請求項 3】

請求項 2 に記載の有機化合物の還元方法において、
前記潤滑油における基油中の硫黄分が潤滑油基油基準で 50 質量 ppm 以下、窒素分が潤滑油基油基準で 50 質量 ppm 以下であることを特徴とする有機化合物の還元方法。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれか一項に記載の有機化合物の還元方法において、
前記有機化合物には、酸化防止剤が含まれることを特徴とする有機化合物の還元方法。

【請求項 5】

有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、
水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁が形成され、連続的に前記隔壁に水素が供給される反応器を備え、
前記反応器は、内部に水素ガスの流入が可能な有底の隔壁構造を有するとともに、
前記隔壁は、水素ガスと接触する内壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する外壁面とを備えていることを特徴とする還元処理装置。

20

【請求項 6】

有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、
水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁が形成され、連続的に前記隔壁に水素が供給される反応器を備え、
前記反応器は、水素ガスが内部を通過できる隔壁部材からなり、
前記隔壁部材は、水素ガスと接触する内壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する外壁面とを備えていることを特徴とする還元処理装置。

30

【請求項 7】

有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、
水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁が形成され、連続的に前記隔壁に水素が供給される反応器を備え、
前記反応器は、有機化合物が内部を通過する隔壁部材からなり、
前記隔壁部材は、水素ガスと接触する外壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する内壁面とを備えていることを特徴とする還元処理装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

40

【0001】

本発明は、水素吸蔵金属を用いた有機化合物の還元方法およびそのための還元処理装置に関する。

【背景技術】**【0002】**

従来より、有機化合物の水素化反応（還元反応）は、種々の分野で利用されてきた。例えば、石油のクラッキング反応では、重質油を水素化することによりガソリンや灯油が得られる。また、不飽和炭化水素を対応する飽和炭化水素に転化する反応にも水素化反応が利用されている。その他、食用油、潤滑油等の使用により発生する廃油の処理法としても水素化反応が検討されている。

50

安全かつ高効率で水素化反応を行なう方法としては、パラジウムやパラジウム合金のような高い水素吸蔵能力を有する金属を用いて水素を保持させ、この水素吸蔵金属を有機化合物と接触させる方法が知られている。水素吸蔵金属中の水素は活性化されて強い反応性を示し、水素吸蔵金属自体が水素供給源および有機化合物の水素化触媒として機能する。

【0003】

しかしこのような水素吸蔵金属を使用する水素化反応では、金属中に吸蔵できる水素量に限界があるため、反応の進行に従って吸蔵水素が枯渇し、それ以上の反応が進行しなくなる。すなわち、いわゆるバッチ式の反応となってしまうため、実験室規模では問題ないが、工業的規模では連続的な操業が不可能であり、極めて非効率であるという問題があった。

【0004】

上記の問題点を解決するために、陽極及び水素吸蔵材料から成るしきり板状の陰極を有する水電解槽の前記陰極の前記陽極との反対面に有機化合物を接触させながら電解を行ない、前記陰極で発生する活性水素を吸蔵し、かつ該陰極の陽極との反対面側に透過させた活性水素により前記有機化合物の水素化を行なう方法および水電解槽が提案されている（特許文献1参照）。また、食塩を有する水を電気分解して得られた強アルカリ性還元水を食用油の廃油等に加えて、化学反応によって、天然グリセリンまで還元する方法が提案されている（特許文献2参照）。

【0005】

【特許文献1】特開平9-184086号公報（段落番号0016、図1）

【特許文献2】特開2002-114992号公報（段落番号0015、図1）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、特許文献1記載の技術では、しきり板状の陰極と有機化合物との有効な接触面積を大きくとることができないので、有機化合物の水素化の効率が、いまだ不十分であるという問題がある。また、特許文献2記載の技術では、食塩水を混ぜるために、再度、再生した廃油から分離しなければならず、連続的に処理することができないという問題がある。

また、油に添加された酸化防止剤の機能を維持するためには、酸化防止剤を追加して添加しなければならないが、添加量にも限界があるため、酸化防止剤の機能を保持させる方法も要望されている。

【0007】

そこで、本発明の目的は、連続処理が可能で、酸化防止剤の機能を保持させることができる有機化合物の還元方法および還元処理装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記目的を達するために、本発明の有機化合物の還元方法は、水素吸蔵金属を用いた有機化合物の還元方法であって、前記水素吸蔵金属は、パラジウム合金であり、前記パラジウム合金により隔壁が形成された反応器を用いて、前記反応器に連続的に水素ガスを供給することにより、前記隔壁の表面で連続的に有機化合物の還元反応を行うことを特徴とする。

【0009】

ここで、有機化合物としては、例えば、二重結合または三重結合を有する脂肪族または芳香族不飽和炭化水素が挙げられる。具体的には、エチレン、プロピレン、1-オクテンや2-オクテン、アセチレン、スチレン、キノン等が挙げられる。これらは、対応する飽和炭化水素に還元され、該還元反応によりそれぞれエタン、プロパン、n-オクテン、エタン、エチルベンゼン、ヒドロキノンが生成する。また、パラフィン等の長鎖炭化水素の結合を水素化により切断し2種類以上の短鎖炭化水素を生成させること（クラッキング）も可能である。この他に、ベンズアルデヒドの水素化によるベンジルアルコールの生成や

10

20

30

40

50

ニトロベンゼンの水素化によるニトロソベンゼンやアニリンの生成に本発明を適用することもできる。処理される有機化合物は、液状である必要はなく、ガス状であっても固体であってもよい。ガス状の場合は加圧ガスをそのまま、または加圧して反応器にガスを通じれば良い。また、固体の場合には、溶媒に懸濁し接触させても良い。

さらに、本発明における有機化合物としては、潤滑油も好適に挙げられる。潤滑油としては、タービン油、油圧油、圧縮機油、ギヤ油、軸受油、熱媒体油、金属加工油、エンジン油、流体継手のような動力伝達媒体等、使用中のものや、使用後のものをすべて含むものである。

【0010】

このような本発明によれば、水素吸蔵金属に吸蔵された水素は、有機化合物（例えば酸化の進んだ潤滑油）と接触した場合にのみ消耗して有機化合物の還元が行なわれる。そして、水素ガスが連続的に反応器に供給されることにより水素吸蔵金属が連続的に水素を吸蔵するので、消耗した分の水素を補って、常に最大吸蔵量に近い量の水素が吸蔵された状態となる。そして、有機化合物が反応器に連続的に供給されることにより、有機化合物の連続的な還元処理が可能となる。

10

【0011】

また、水素吸蔵金属としては、パラジウム合金が用いられるので、水素の透過能が極めて高く、しかも還元反応に対する触媒活性があるため、還元触媒として優れている。特に、パラジウム・銀合金を用いると、水素の吸蔵および金属中の水素透過に伴うパラジウム金属の脆化を効果的に抑制することができ、反応器の変形・変質がほとんど生じないので、長期間の連続還元が可能となる。なお、パラジウム合金の表面にパラジウムブラック表面処理（塩化パラジウムによる表面処理）を行うと、還元触媒としての活性が向上するので好ましい。

20

【0012】

本発明では、水素を外部から供給するので、従来の電気分解法と比べ、水素供給量の調整が容易となる。また、電気分解法の場合、水の液体範囲である0～100が限界であるが、本発明にはそのような制限はなく、およそ-10～600の範囲で還元処理が可能である。さらに、電気分解法では、発生する副生ガス(酸素)の処理が問題となるが、本発明ではそのような必要はない。

【0013】

本発明においては、用いる水素ガスとしては、必ずしも純度の高いガスである必要はなく、水素ガス分圧が0.01atm以上である混合ガスであれば、十分使用可能である。例えば、化学工場や製油所からの廃ガスを用いてもよい。

30

本発明における前記有機化合物が潤滑油であると、酸化された潤滑油が容易に還元され、新油に近い状態となるので好ましい。また、潤滑油を還元の対象とする場合、鉱油でも合成油でもよいが、潤滑油基油中の硫黄分は、潤滑油基油基準で50質量ppm以下、窒素分が潤滑油基油基準で50質量ppm以下であることが還元反応への悪影響を避ける点で好ましい。

【0014】

本発明では、前記有機化合物には、酸化防止剤が含まれることが好ましい。

40

ここで、酸化防止剤としては、例えば、フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤などに代表されるラジカル反応停止剤、硫黄およびリンを含んでなる過酸化分解剤などが挙げられる。

この発明によれば、有機化合物に酸化防止剤が含まれているので、例えば、酸化防止剤が有機化合物（酸化された潤滑油等）を還元して酸化防止剤酸化物となっても、上述の還元反応により容易に元の酸化防止剤に再生される。そして再生された酸化防止剤は再び有機化合物を還元できるようになる。すなわち、反応機構上、酸化防止剤を介した、酸化還元サイクルが形成される。それ故、例えば、連続使用される潤滑油に適用した場合に、半永久的な使用が可能となる。

【0015】

50

本発明の還元処理装置は、有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁が形成され、連続的に前記隔壁に水素が供給される反応器を備え、前記反応器は、内部に水素ガスの流入が可能な有底の隔壁構造を有するとともに、前記隔壁は、水素ガスと接触する内壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する外壁面とを備えていることを特徴とする。

【0016】

本発明の還元処理装置によれば、水素吸蔵金属に吸蔵された水素は、潤滑油等の有機化合物と接触した場合にのみ消耗して有機化合物の還元が行なわれる。そして、水素ガスが連続的に反応器に供給されることにより水素吸蔵金属が連続的に水素を吸蔵するので、消耗した分の水素を補って、常に最大吸蔵量に近い量の水素が吸蔵された状態となる。そして、有機化合物が反応器に連続的に供給されることにより、有機化合物の連続的な還元処理が可能となる。

10

また、この発明によれば、反応器が、水素ガスと接触する内壁面と、有機化合物が接触する外壁面とを備えているので、この反応器を所定の有機化合物、例えば酸化劣化の進んだ潤滑油槽に挿入するだけで、還元処理装置を構成することができる。すなわち、還元処理装置全体をコンパクトにすることが可能となる。

さらに、本発明では、反応器の材質としてパラジウム合金を用いているので、上述したように水素脆性に対して耐久性があり、反応器の管厚みを薄くできる。従って、反応器をコンパクトにすることが可能となる。特に、パラジウム・銀合金を用いた場合、管厚みは、0.05~1mmの範囲で設定することができる。なお、管厚みをあまり厚くすると、管壁内部における水素の移動に対して抵抗が大きくなるので1mm以下とすることが好ましい。

20

【0017】

本発明の還元処理装置は、有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁(壁面)が形成され、連続的に前記隔壁(壁面)に水素が供給される反応器を備え、前記反応器は、水素ガスが内部を通過できる隔壁部材からなり、前記隔壁部材は、水素ガスと接触する内壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する外壁面とを備えていることを特徴とする。

【0018】

本発明の還元処理装置によれば、反応器として、水素ガスが内部を通過できる隔壁部材からなり、前記隔壁部材は、水素ガスと接触する内壁面を備えているので、水素ガスの流通が容易であり、隔壁部材への水素の供給速度を高めることが可能となる。それ故、還元反応をより迅速に行うことが可能となる。さらに、水素ガス濃度が低くても還元反応を円滑に行うことができる。

30

特に、反応器の隔壁部材が管状構造であると、管の長さを調節することにより有機化合物と接触する面積を調節することが容易となる。例えば、水素濃度の低い排ガスを利用する場合などはかなり長くする必要があるが、この発明によれば、管状部材を多数平行に並べるか、あるいは、螺旋状にするなど種々の配置を取ることが可能である。

【0019】

本発明の還元処理装置は、有機化合物の還元処理を連続的に行う有機化合物の還元処理装置であって、水素吸蔵金属としてのパラジウム合金により隔壁が形成され、連続的に前記隔壁に水素が供給される反応器を備え、前記反応器は、有機化合物が内部を通過する隔壁部材からなり、前記隔壁部材は、水素ガスと接触する外壁面と、有機化合物が接触して還元反応が進行する内壁面とを備えていることを特徴とする。

40

【0020】

本発明の還元処理装置によれば、反応器として、潤滑油等の有機化合物が内部を通過できる隔壁部材からなるので、有機化合物の流通が容易であり、還元反応を円滑に行うことができる。

特に、上述の隔壁部材が管状構造の場合、例えば、工場内など各所で生成した酸化劣化物をパイプラインにより繋いで還元処理装置に導入することができ、結果として還元処理

50

装置を有効に活用することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0021】

以下、本発明の実施形態を図面に基づいて詳細に説明する。本実施形態における有機化合物は潤滑油である。

〔第1実施形態〕

(還元処理装置の構成)

図1に、本発明の第1実施形態に係る還元処理装置100を概念的に示す。

還元処理装置100は、その内部に反応器10を備えている。反応器10は、内部に水素ガスの流入が可能な有底の管状であり、その壁面11は、水素吸蔵金属であるパラジウム・銀合金により形成されている。この反応器10は、還元対象である潤滑油L、L'が流入および流出可能な有底円筒状の液体槽50の内部に挿入されている。潤滑油Lは、酸化の進んだいわゆる劣化潤滑油であり、潤滑油L'は、還元反応により再生された再生潤滑油である。また、反応器10の壁面11は、水素ガスと接触する内壁面11Aと、潤滑油Lが接触して還元反応が進行する外壁面11Bとを備えている。

10

【0022】

なお、潤滑油としては、タービン油、油圧油、金属加工油、エンジン油、潤滑油等の使用中のものや、使用後のものでもよい。また、鉱油であっても合成油であってもよい。用いる水素ガスとしては、必ずしも純度の高いガスである必要はなく、水素ガス分圧が0.01atm以上である混合ガスであれば、十分使用可能である。例えば、化学工場や製油所からの廃ガスを用いてもよい。

20

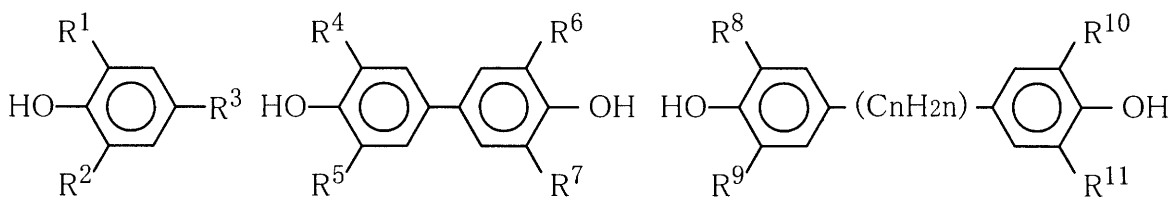
【0023】

前記劣化潤滑油Lには、酸化防止剤が含まれている。酸化防止剤としては、フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤などに代表されるラジカル反応停止剤、硫黄およびリンを含んでなる過氧化物分解剤が使用できる。

フェノール系酸化防止剤やアミン系酸化防止剤としては、下記式(1)~(6)に示すものが好適に使用できる。

【0024】

【化1】

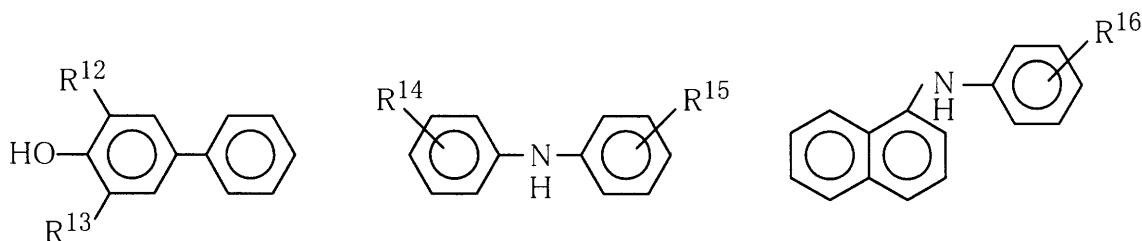


(1)

(2)

(3)

30



(4)

(5)

(6)

40

式中、 $R^1 \sim R^{16}$ は、各々独立して水素原子、炭素数1~24の直鎖アルキル基または分岐アルキル基、あるいは、式 $-(C_nH_{2n})-OCOR$ (ここで、 n は1~8の整数、 R は直鎖アルキル基または分岐アルキル基)で示される置換基である。

50

【 0 0 2 5 】

(還元処理装置 1 0 0 の作用)

図 1 に示すように、酸化の進んだ劣化潤滑油 L は、液体槽 5 0 に流入すると、反応器 1 0 の外壁面 1 1 B に接触する。一方、水素吸蔵金属としてのパラジウム・銀合金からなる反応器 1 0 には、外部から水素ガスが連続的に供給されており、反応器 1 0 の内壁面 1 1 A に一旦吸着した水素分子は外壁面 1 1 B に浸透していく。そして、外壁面 1 1 B の表面で、活性化された水素により劣化潤滑油 L の還元反応が進行し、還元された潤滑油 L ' が液体槽 5 0 から流出していく。ここで、液体槽 5 0 の中に、例えばフェノール系酸化防止剤の酸化型(キノン構造体)が液体中に存在する場合には、優先的に、キノン構造体の還元反応が起こり、当初のフェノール系酸化防止剤が再生する。そして、再生したフェノール系酸化防止剤は、劣化潤滑油 L を還元して再生潤滑油 L ' とする。

10

【 0 0 2 6 】

上述の実施形態によれば、以下のような効果を奏する。

(1) 水素吸蔵金属であるパラジウム・銀合金に吸蔵され活性化された水素は、劣化潤滑油 L の還元反応に供され消費される。すなわち、活性化水素により劣化潤滑油 L は、還元されて、新油に近い再生潤滑油 L ' となる。そして、水素ガスが連続的に反応器 1 0 に供給されることによりパラジウム・銀合金が連続的に水素を吸蔵するので、消費された分の水素を補って、常に最大吸蔵量に近い量の水素がパラジウム・銀合金に吸蔵された状態となる。そして、劣化潤滑油 L が反応器 1 0 に連続的に供給されることにより、再生潤滑油 L ' への連続的な還元処理が可能となる。

20

【 0 0 2 7 】

(2) 反応器 1 0 は、水素ガスの流入が可能な有底の管状であるとともに、水素ガスと接触する内壁面 1 1 A と、潤滑油 L が接触する外壁面 1 1 B とを備えている。それ故、反応器 1 0 を、液体槽 5 0 に挿入するだけで、還元処理装置 1 0 0 を構成することができる。すなわち、還元処理装置 1 0 0 全体をコンパクトにすることが可能となる。

【 0 0 2 8 】

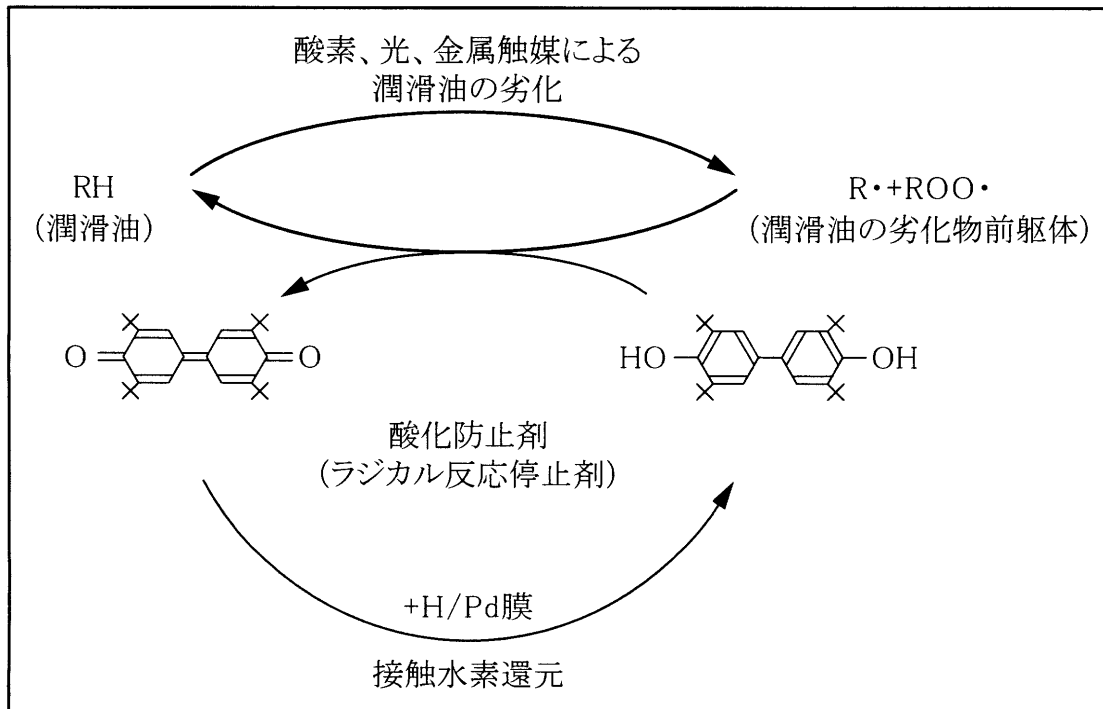
(3) また、上述のようにして劣化潤滑油の還元が行われることにより、酸化防止剤による酸化劣化抑制の負荷が軽減され、酸化防止剤の機能が従来よりも長時間持続される。さらに、フェノール系酸化防止剤のようなラジカル反応停止剤として機能する酸化防止剤が添加されていた場合、酸化劣化した酸化防止剤自体も還元され、機能が回復する。例えば、前記した酸化防止剤を含有する潤滑油を、還元処理装置 1 0 0 を通して循環させることにより、酸化された潤滑油の再生が可能となり、実質的に潤滑油の半永久的な使用も可能となる。

30

以下に、この酸化 - 還元サイクルを模式的に示す。

【 0 0 2 9 】

【化 2】



10

20

【0030】

(4) 水素吸蔵金属として、パラジウム・銀合金を用いているので、水素の透過能が極めて高く、内壁面11Aから外壁面11Bへの水素移動が速やかに起こる。また、パラジウム・銀合金は、還元反応に対する触媒活性が非常に高い。それ故、劣化潤滑油Lの還元が効率的に進む。さらに、パラジウム・銀合金は、水素脆性に対する抵抗力が強く、水素による変質が少ないので、反応器10の物理的構造が長期間に渡って変化しない。

【0031】

(5) 本実施形態では、水素を外部から供給することで、従来の電気分解法と比べ、水素供給量の調整が容易となる。また、電気分解法の場合、水の液体範囲である0~100が限界であるが、本実施形態にはそのような制限はなく、およそ-10~600の範囲で還元処理が可能である。さらに、電気分解法では、発生する副生ガス(酸素)の処理が問題となるが、本実施形態ではそのような必要はない。

30

【0032】

〔第2実施形態〕

本発明の第2実施形態は、第1実施形態における反応器10(図1)を、図2、3に示すような構造の反応器20、30に代えたものである。すなわち、反応器20、30は、いずれも水素ガスが内部を通過する管状部材であり、水素ガスと接触する内壁面21A、31Aと、劣化潤滑油Lが接触して還元反応が進行する外壁面21B、31Bとを備えている。ここで、反応器20、30は、劣化潤滑油Lおよび再生潤滑油L'が流入および流出可能な円筒状の液体槽60、70の中に配設されている。また、液体槽60、70も反応器20、30と同様の環状構造である。なお、反応器30は、液体槽70の中で折り畳み構造を取っている。

40

劣化潤滑油Lは、反応器20、30の入口61、71から流入し、反応器20、30の外壁面21B、31Bで還元された後、再生潤滑油L'となって出口62、72から流出する。

【0033】

前記した実施形態によれば、第1実施形態における効果(1)、(3)、(4)および(5)に加えて、以下のような効果を示す。

(6) 反応器20、30が管状であるとともに内部を水素ガスが通過できる構造であるの

50

で、管の長さを調節することにより有機化合物と接触する面積を調節することが容易となる。例えば、水素濃度の低い排ガスを利用する場合などはかなり反応器を長くする必要はあるが、反応器 20、30 を用いる場合には、単に長さを長く取ればよい。

(7) 特に、反応器 30 においては、液体槽 70 の中で折りたたみ構造を取っているので、液体槽 70 をコンパクトにでき、結果として還元処理装置全体をコンパクトにできる。

【0034】

なお、本発明は前記実施形態に限定されるものではなく、本発明の目的を達成できる範囲での変形、改良は、本発明に含まれるものである。

例えば、前記各実施形態では、反応器 10、20、30 は、断面円形の管状部材であったが、これに限られず、断面形状が三角形、四角形状、五角形状等の多角形状でもよく、楕円形状等の形状でもよい。

第 2 実施形態では、2 つの構成例を図示したが (図 2、3)、管状部材を多数平行に並べるか、あるいは、螺旋状にするなど種々の配置を取ることにも可能である。

第 2 実施形態の図 2、3 では、水素ガス (H_2) と潤滑油 L、L' は同方向に流れているが、対向流としてもよい。

さらに、第 2 実施形態において、水素ガスと潤滑油 L、L' は逆でもよい。すなわち、反応器 20、30 の内部に潤滑油 L、L' を流し、反応器 20、30 の外側に水素ガスを流してもよい。

その他、本発明を実施する際の具体的な構造および形状等は、本発明の目的を達成できる範囲内で他の構造等としてもよい。

【実施例】

【0035】

以下、実施例および比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明する。なお、本発明は実施例の内容に限定されるものではない。

〔実施例 1〕

図 4 に、第 1 実施形態における還元処理装置 100 を具体化して示す。本実施例における還元処理装置 100 は、反応器 10 と、反応器 10 が内部に挿入された液体槽 50 と、潤滑油 L、L' を貯蔵する貯蔵槽 150 と、劣化潤滑油 L を貯蔵槽 150 から液体槽 50 に送るための配管 151 と、液体槽 50 から再生潤滑油 L' を再び貯蔵槽 150 に戻すための配管 152 と、水素ガス (純度 99.9 質量%) が充填された水素ポンペ 160 と、水素ガスを、反応器 10 に送るための配管 161 と、配管 161 内のガス圧を調節するためのリークバルブ 162 とを含んで構成される。なお、第 1 実施形態で説明した内容は省略する。

【0036】

この還元処理装置 100 を使用して、酸化 (劣化) 後の潤滑油の還元反応を行った。その際の条件は以下の通りである。

1) 反応器 10 (還元触媒 (水素透過触媒))

パラジウム 77 質量% / 銀 23 質量% からなる合金製で、有底の環状構造である。

(内径 9.5 mm、外径: 11.5 mm、長さ 200 mm)

2) 潤滑油の循環流量

450 mL/h

3) 潤滑油の処方

鉱油 (150 ニュートラル油): 99 質量%

酸化防止剤 (4,4-dihydroxy-3,3,5,5-tetra-tert-butylbiphenyl): 1 質量%

4) 水素ガス

純水素ガス (純度 99.9 質量%) を水素ポンペ 160 より供給した。

5) 水素ガスの流量とガス圧

流量: 1 L/h

ガス圧: 0.11 MPa

6) 潤滑油の還元方法

酸化触媒である鉄板と銅版を貯蔵槽 150 内の潤滑油に浸漬し、その後、上記の条件で潤滑油を連続的に反応器 10 に送って還元処理 (60) を行い、処理後の潤滑油を貯蔵槽 150 内に戻し循環させた。貯蔵槽内の潤滑油は 100 に保ち、720 時間循環を行った後の潤滑油を試料油とした。

【0037】

〔実施例 2〕

実施例 1 における反応器の管表面にパラジウムブラック表面処理 (塩化パラジウムによる表面処理) を行った以外は、実施例 1 と同じ条件で潤滑油の劣化、ならびに還元再生処理を行った。

【0038】

〔比較例 1〕

実施例 1 において、水素ガスを反応器に供給しない以外は、実施例 1 と同じ条件で潤滑油の劣化、ならびに還元再生処理を行った。

【0039】

〔比較例 2〕

実施例 1 において、反応器の材質として、パラジウム・銀合金の代わりに純パラジウム (純度 99.9 質量%) を使用する以外は、実施例 1 と同じ条件で潤滑油の劣化、ならびに還元再生処理を行った。

【0040】

〔還元再生レベルの評価方法〕

上記した各実施例、比較例により得られた試料油を、潤滑油の酸化防止能評価試験であるロータリーポンペ酸化試験 (JIS K 2514) により評価した。評価基準としては、封入酸素圧が、初期封入圧より 175 kPa 減少するまでの時間 (IP 値) を用いた。また、還元再生処理前後の反応器 (還元触媒 (水素透過触媒) であるパラジウム管) の外観観察も行った。評価結果を表 1 に示す。なお、参考例として新油の IP 値も併せて示す。

【0041】

【表 1】

評価項目	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2	参考例
IP 値 (min)	160	175	90	157	179
還元触媒外観	変形・変質なし	変形・変質なし	変形・変質なし	変形・変質あり	—

【0042】

〔評価結果〕

表 1 の結果より、実施例 1、2 とともに、720 時間の還元再生処理を行った後の試料油は、いずれも新油と IP 値があまり変わらず、劣化潤滑油が新油なみに再生されていることがわかる。また、反応器も変形・変質が認められない。一方、比較例 1 は、水素ガスを反応器 10 に供給しないので、潤滑油の酸化 (劣化) が激しい。また、比較例 2 は、還元触媒として純パラジウムを用いた例であるが、反応器の変形・変質が認められる。なお、参考までに、比較例 2 において、上記再生処理試験後の反応器の写真を図 5、6 に示す。

従って、本発明によれば、簡便な装置により、長期間にわたって潤滑油を連続使用できることがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0043】

本発明は、同一の潤滑油を循環供給するような長期間使用する潤滑システムに利用できる。例えば、エンジンなどの内燃機関、流体継手やオートマチックトランスミッションに代表されるトルク伝達装置、すべり軸受、転がり軸受、流体軸受、コンプレッサーなどの圧縮装置、チェーン、歯車、油圧、真空ポンプ、時計部品、ハードディスク、航空機や人工衛星等の航空宇宙機器、モータ機器、切削、プレス、鍛造などの金属加工、熱処理用、

10

20

30

40

50

熱媒体用、冷却用、およびダンパー等の緩衝材用をはじめ各種の潤滑システムに好適である。

【図面の簡単な説明】

【0044】

【図1】本発明の実施形態に係る還元処理装置を示す概略図。

【図2】本発明の実施形態における反応器を示す概略図。

【図3】本発明の実施形態における反応器を示す概略図。

【図4】本発明の実施例における還元処理装置を示す図。

【図5】本発明の実施例における再生処理後の反応器（比較例2）を示す写真。

【図6】図5の拡大写真。

10

【符号の説明】

【0045】

10、20、30...反応器

11...壁面

11A、21A、31A...内壁面

11B、21B、31B...外壁面

50、60、70...液体槽

61...入口

62...出口

100...還元処理装置

150...貯蔵槽

151、152、161...配管

160...水素ポンプ

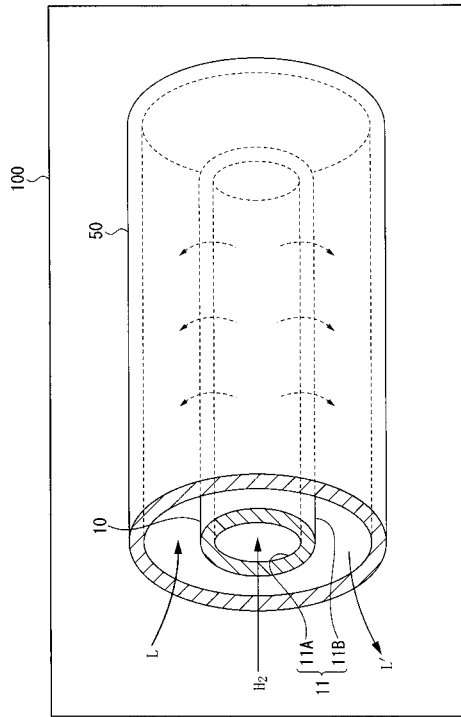
162...リークバルブ

L...（劣化）潤滑油

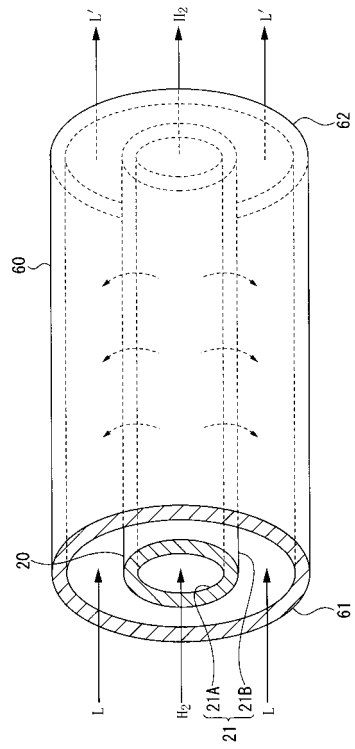
L'...（再生）潤滑油

20

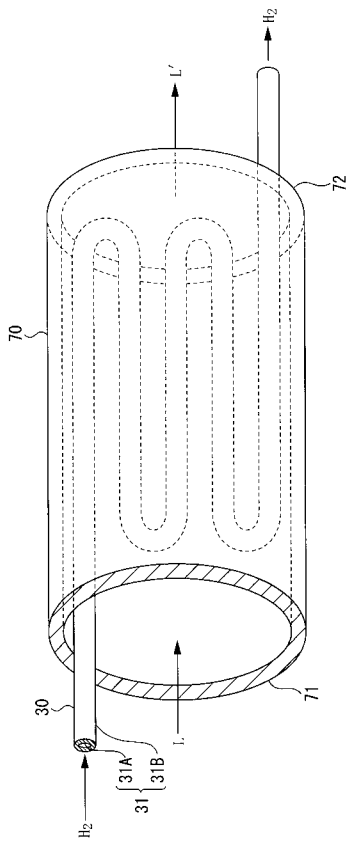
【 図 1 】



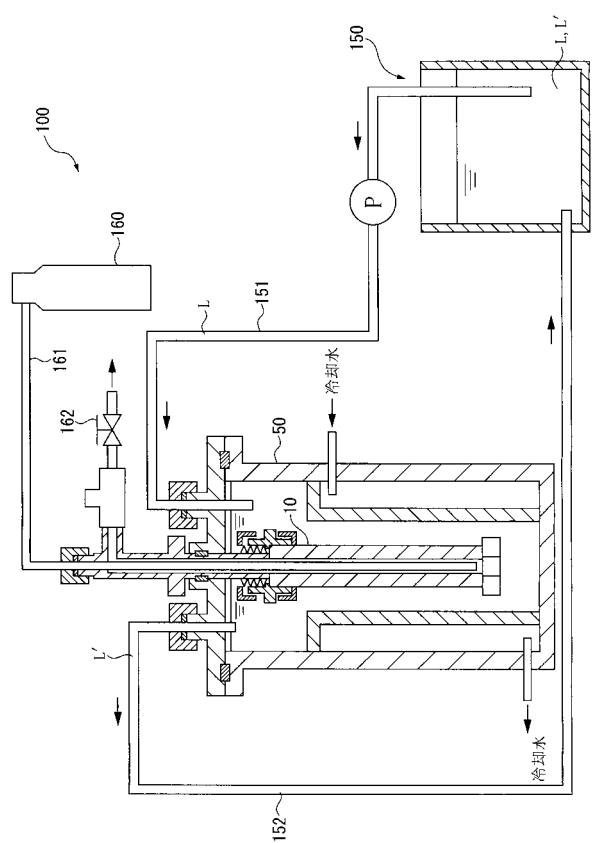
【 図 2 】



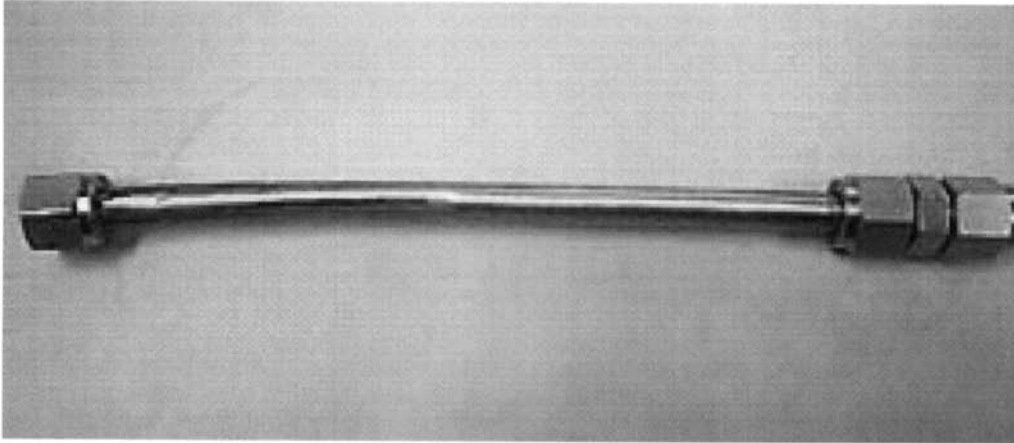
【 図 3 】



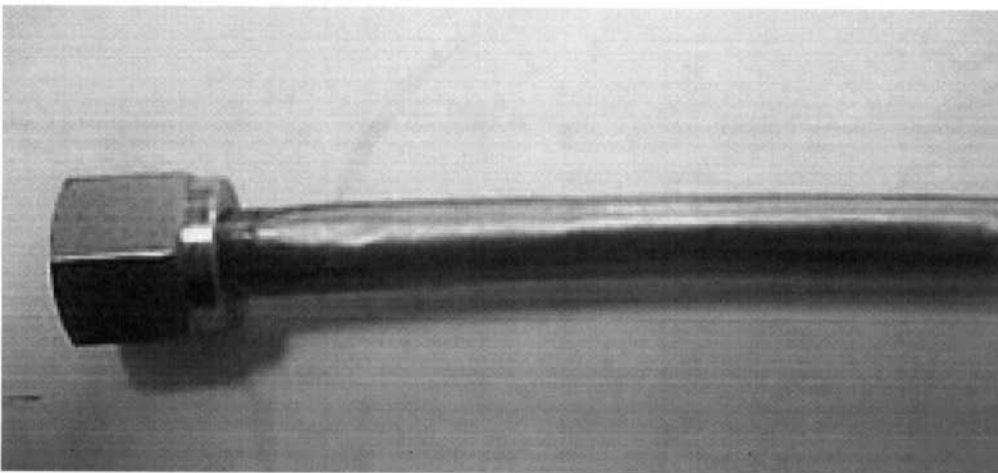
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 0 7 C	9/22	(2006.01)	C 0 7 C 9/22	4 H 0 3 9
B 0 1 J	20/02	(2006.01)	B 0 1 J 20/02	4 H 1 0 4
C 0 7 B	61/00	(2006.01)	C 0 7 B 61/00	
C 1 0 M	175/00	(2006.01)	C 1 0 M 175/00	
C 1 0 N	60/02	(2006.01)	C 1 0 N 60:02	

Fターム(参考) 4G075 AA13 BA06 BD14 CA02 CA54 CA62 DA02 EB27 FB02 FC20
 4G140 AA43
 4G169 AA03 BB02A BB02B BC32B BC72A BC72B CB02 CC02 CC04 CC05
 CC40 EA06 EB14X
 4H006 AA02 AC11 BA25 BD83 BE20
 4H039 CA19 CB10 CF10
 4H104 JA12