

Waxy Oil 탈납에 있어서 용제희석의 영향

김 주 항

한전유화공업주식회사
(1987. 9. 22 접수)

The effect of dilution solvent ratio on dewaxing of waxy oils

Ju Hang Kim

Han Jun Petrochemical Mfg, Co., Ltd.
(received September 22, 1987)

요 약

탈납공정에 있어서 중요한자인 용제혼합비, 용제희석비 및 냉각온도에 대해 연구하였다. 용제로서 MEK와 toluene을 사용한 결과 혼합용제비로서는 저점도유 48:52, 고점도유 45:55가 이상적이었고, 용제희석비는 저점도유의 경우 1:2.8배로서 5회분할, 고점도유의 경우 1:3.5로 2회분할 첨가량이 가장 좋았으며 냉각온도는 영하 26°C로 탈납에 요구되는 시간은 오일의 종류에 따라 차이가 있음을 알았다.

ABSTRACT

The effect of dilution solvent ratio, and the mixing ratio of MEK and toluene on the solvent dewaxing process has been studied. The results of this study are Summarized as follows;

1. The best mixing ratio of solvent of MEK process and Toluene when in case of light and medium Waxy oils, which has low viscosity was 48:52, and when in case of heavy waxy oil, which has high viscosity was 45:55.
2. The best dilution solvent ratio when in case of low viscosity oils, was 1:2.8 against waxy oils after annexing 5 times divided as well as, when in case of high viscosity oil was 1:3.5 after annexing 2 times divided.
3. The chilling temperature was 26°C and the required dewaxing time depends on the viscosity of waxy oils.

I 서 론

석유계용활제를 사용한 것은 문고상으로 볼때 1833년 Hilolreth가 최초였다.¹⁾

그후 석유정제 기술이 발달하여 1869년 Everest는 수증기중유와 갈압중유를 병행하여 유분의 분해를 방지한 양질의 용활유를 제조하기에 이르렀다.²⁾

용활유는 점성 뿐만이 아니라 저온에서 충분한 유동성을 갖는것이 필수적이므로 이같은 석유계용활유를 제조하기 위해서는 우선 파라핀제 원유로부터 갈압중유를 생산하여 이에 전차유를 선택되게 되는데 이에 왁스(Wax)이라고 하는 물질이 상당량 내포되어 있을 뿐만이 아니라 용활유와 유사한 비중점을 갖고있어 증류에 의한 물리가 불가능하다. 따라서 별도의 탈납공정(Dewaxing process)을 거친다. 이러한 탈납공정으로 노조탄탈납법^{3, 4)}, 프로판탈납법^{5, 6)}, Di-Me탈납법⁷⁾, 비헥산탈납법⁸⁾, MEK탈납법^{9, 10)} 및 MEK탈납법을 개량한 Dilehill공법^{12, 13)} 등이 개발되어 있다.

최근에 이르러서는 용제탈납법^{14, 15)}이 아날로 매를 이용한 수소화탈납법^{16, 24)}도 개발되고 있다.

이와같은 수소화탈납법에는 용제용 질백에 관계없이 전기전연유나 유압작동유 제조 등에 탈납 목적을 필요로 하는 B.P법^{16, 18, 20, 21)}, 광범위한 용활유종에 대응할 수 있는 탈납모노지의 MLDW법^{17, 18, 20, 22)}, 낮은 방점의 냉동기 용활유나 저유동점 디젤유를 제조하기 위한 목적의 탈납법으로 MDDW법^{18, 19, 24)}이 있으나 아직은 pilot plant에서의 생산에 불과하다.

본 연구에서는 보다 효율적이고 경제적인 탈납공정을 얻기 위하여 지금까지 많이 사용되고 있는 MEK에 Toluene을 혼합한 혼합용제법에 대하여 연구하였다.

먼저 원유유종에 따라 적절한 용제의 비와 부가제 용매의 용제 희석비가 탈납공정의 효율에 큰 영향을 미칠 것으로 기대된다. 단독으로 MEK만을 사용할 경우 탈납효과는 양호하지만 반면에 Waxy oil에 대한 용해도가 낮기 때문에 과량의 MEK가 필요하게 되며 때로는 이과량도에 있어서 2가지 액상(two liquid phase)으로 분리되어 진다. 따라서 용매화수 공정에 있어서

에너지 소비량이 많게 되어 비경제적이므로 용매의 량을 줄이고 Waxy oil에 대한 용해도를 증가시키는 등의 목적 변화 시도를 위해 Toluene, Benzene 등다 보조용제를 사용한다.²⁷⁾ 그러나 MEK 혼합공정에서 Toluene량이 많게 되면 Waxy oil에 대한 용해도는 증가하나 탈납불량이 저하하게 된다. 한편 Toluene량을 적게 혼합하면 탈납불량을 증가하나 Waxy oil에 희석용제비가 많게 되므로 적절한 용합용액 및 희석용제비가 필요하다. 본 실험에서는 residue.오일을 혼합용제하여 ASTM 중유공진을 구하고 이에 준하여 조성이 다른 3가지 종류의 Waxy oil을 얻어 탈납시험의 시료로 사용하였다.

본 실험에서는 residue.오일을 혼합용제하여 ASTM 중유공진을 구하고 이에 준하여 조성이 다른 3가지 종류의 Waxy oil을 얻어 탈납시험의 시료로 사용하였다.

용제의 배합 즉 MEK외 (Methyl Ethyl Ketone) Toluene의 혼합비와 용제의 희석비를 변화시키기 위하여 용제를 첨가한 시료를 약 21°C에서 70분동안 정격하고 Waxy oil 중의 Wax분은 저온 건조시켜 지가 평행상태를 유지한 후 건조시켜 분리하고 현미경을 사용하여 Wax의 건조상태를 관찰하였으며 탈납유의 유동성을 측정하여 용제의 혼합비와 용제희석비의 영향을 조사하였다.

II. 실험

1. 실험장치 및 시료

본 연구에 사용된 탈납장치의 개략도는 Fig. 1과 같다. 이 장치를 중간층에 테라리아이스를 넣어 저온유지를 하였으며 온도조절을 위해 유리원타가 부착된 차켄(φ650mm, L250mm) 외부에 공기를 통과시켰다. 그리고 차켄내에 열전대를 삽입하여 디지털온도계에 연결하여 수시로 온도를 측정하여 일정하게 유지시켰다. 혼합용액 및 용제희석을 위한 냉각수는 일본 Tanaka사 Model-Auto. No. ASTM97, JIS K2269 및 KS M2016의 유동점 측정용에 만족할 수 있도록 찬 Coling bath packing.으로도 및 때때로 수레온을 사용하였다.

왁스(Wax)분 방기력과 부동점측정 및도의 보조 장치로 이외에 저온저온 3°C를 유지할 수 있도록 한 방기조와 길이 180mm의 붓을 갖는 19/25 분의 stopper이다. 유리원타층의 용제를 제거하기 위한 흡입 압력차는 100mmHg로 유지하였다.

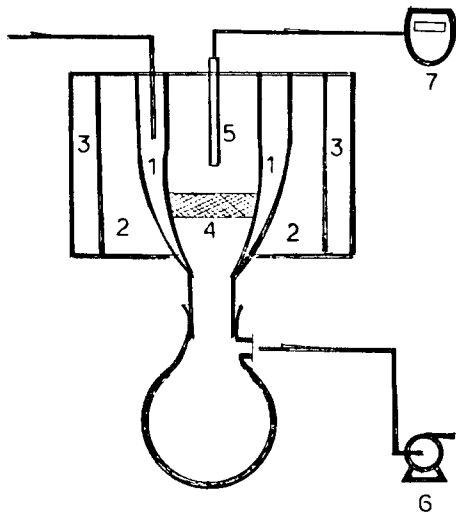
본 실험에 사용된 실험유종은 Table. 1과 같은

Oriente Ecuador residuum oil과 Oman Export lashed residue oil을 ASTM 1160의한 감압증류 장치로 감압증류 하여 Table.3 과 같은 성질을 가진 3 가지 성분의 Waxy oil을 얻어 시료로 하였으며 용제로서는 Table.2 와 같은 성상의 수입품인 MEK와 국내 (주)유공 제품인 Toluene을 사용하였다.

2. 실험방법

(1) 시료 Waxy oil의 조제

감압증류는 ASTM 1160에 의한 증류시험장치를 제작조립하여 콘덴서에 진공펌프를 연결하여 감압시켰고 N₂를 통과시켜 장치내의 압력을 일정하게 유지하였다. 그리고 Wax의 응고를 방지하기 위해 40~60℃의 항온조의 물을 순환펌프로 순환시켜 주었다.



- (1) Air inlet line
- (2) Dry ice
- (3) Insulation
- (4) Glass filter
- (5) Thermocouple
- (6) Vacuum suction (Vacuum pump)
- (7) Digital thermometer

Fig.1 Schematic diagram of dewaxing apparatus

Table1. Physical properties for residue oils

Test item	Crude Source	
	Oriente Ecuador	Oman Export Oman
Range (°F)	620*	1.000*
Yield (Vol %)	51.5	16.03
Gravity (°API)	17.0	14.2
Sulfur (Wt %)	1.66	1.92
Viscosity (Cst)		
@ 104. °F	649	-
@ 212. °F (SSF)	34.1	-
@ 210. °F	-	196.0

Table 2. Specification of solvents

<u>Toluene</u>	
Spec. Gr., 20/20°C (in air)	0.867
Fraction (110-111°C)	min. 97.5 v/v %
Water	0.1%
Non-volatile matter	0.001%
Acidity or alkalinity	to pass test
Thiophene	to pass test
Substances darkened by H ₂ SO ₄	to pass test
Sulfur compounds	to pass test
<u>MEK</u>	
Spec. Gr., 20/20°C (in air)	0.805
Distillation range, °C	1.5° incl. 79.6°
Acidity, wt%, max.	0.03
Water, wt, wt%, max.	0.1
Non-volatile matter, wt%, max.	0.001

모든 증류시험은 10mmHg에서 시행하였으며 감압장치수기(receiver)를 Fig.2와 같은 fractional receiver를 부착 코오크를 조절함으로써 3 가지 군의 함납유를 분리하였다.

(2) 탈납공정

용제혼합물은 우선 MEK 50:Toluene 50으로한 용제를 선택하였고 함납유에 대한 희석비는 2.5 배로 하여 변수값을 찾기 위해 Toluene비와 용제 희석비를 조절하였다. 함납유에 대한 탈납과정을 취함에는 다섯 가지 단계인 혼합 예열 예냉 (결정 생성단계) 탈납진공여과 탈납유의 용제희석과정을 거쳐 진행하였다.

Light나 Medium 함납유의 경우는 1 차적으로 40℃에서 1 : 1로 용제와 충분히 혼합 희석한 후 냉각수조에서 천천히 냉각하여 15℃가 된 후

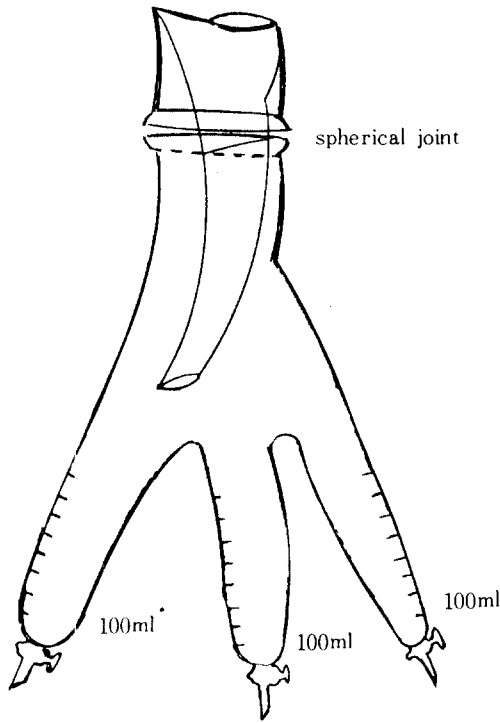


Fig.2 Fractional receiver

같은 온도를 갖는 용제로서 합납공정유에 대해 25%의 량을 회석하였으며 -2.5°C 에서 25%를, -10°C 에서 25%, 그리고 최종적으로 -20°C 에서 잔량의 용제를 회석하는 5단계의 과정을 거쳐 -21°C 에서 탈납하였다.

또한 회석과정을 비교하기 위해 3단계 회석과정을 갖는 별도의 시험을 실시하였다.

이는 40°C 에서 1:1로 회석하고 -2.5°C 까지 냉각시킨 후 같은 온도를 갖는 용제로 합납유 공정유에 대해 50%의 량을 회석하였으며 최종적으로 -20°C 에서 잔량의 용제를 회석하여 -21°C 까지 냉각하고 Wax의 결정을 생성시켜 Fig. 1과 같은 장치를 통해 여과한 후 즉시 고체 Wax의 결정구조를 촬영하였다.

그리고 탈납된 용액에 있어서는 질소로 stripping을 하면서 용제를 회수하였고 용제가 회수된 탈납유에 있어서는 물성을 검토하고 Ketone percent, Wax yield 및 적정 유통점을 구하므로써 용제의 혼합비와 회석비를 고찰하였다.

한편 heavy 합납유에 대하여서는 저점성유와는 달리 1차적으로 65°C 에서 합납유대 용매를 1:2로 하여 혼합회석한 후 -18°C 까지 냉각조에서 급냉하여 같은 온도로 유지된 잔량의 용제를 회석하는 2단계의 용제회석 과정을 거쳐 최종적으로 -21°C 까지 냉각하고 Wax의 결정을 생성시켜 탈납하였다.

그리고 여과시 -21°C 의 용제혼합물을 분사시킨 후 즉시 침전물의 결정구조를 촬영하였다. 최종적으로 탈납된 용액에 대한 실험은 Light나 Medium 합납유 경우와 같다.

합납유나 탈납유의 물성 측정으로 비중은 KS M2002-86(원유 및 석유제품 비중시험 방법) 4항 비중시험 방법 중 비중계법으로 실시하였고, 동점성은 KS M2014-85(원유 및 석유제품의 동점성시험방법 및 석유제품 점도지수 계산법), 3항 동점성 시험방법으로 하고, 동점성시험기중 점도계는 개량오스워드형인 케논-켄스케 점도계를 사용하였다. 유동점은 KS M2016-80(원유 및 석유제품의 유동점 및 석유제품의 단점시험 방법) 3항 유동점시험방법으로 실시하였다. 반응시험은 KS M2012-82(석유제품 반응시험방법) 2항 지시약 적정법으로 실시했다. 인화점은 KS M2010-83(원유 및 석유제품 인화점 시험방법) 4항 4.5의 클리블랜드 개방식 인화점 시험방법으로 실시하였다. 아닐린점은 KS M2053-85(석유제품의 아닐린점 및 혼합아닐린점 시험방법) 4항 시험방법으로 실시했다. 굴절율은 KS M005(화학제품의 굴절율 측정방법)으로 실시하였다. 케논의 정량은 TEXACO-97법에 따랐으며, wax 및 오일함량의 분석은 日本大協石株式会社, 大協試 416-68에 따랐다.

또한 결정으로 굳어진 Wax의 구조를 조사하기 위하여 현미경 촬영을 실시하였다. 사용한 현미경은 일본 Olympus사 Model MG이며 이때 대물렌즈 M10X, 접안렌즈 P7X, Exposure 1/10로 필름은 흑색을 사용하였다.

III. 결과 및 고찰

1. 진공증류에 의한 시료유 제조

Topping후 생성된 잔사유(residue oil)로부터 윤활유와 같은 고비점유분을 쉽게 얻고, 상압증

류시 발생하는 cracking에 의해 품질저하와 수율방지를 위하여 감압증류를 실시하여 유출분의 용량% 증류온도 사이에 관계를 나타내는 증류곡선 즉 ASTM증류곡선을 얻어 Fig.3에 나타내었다.

이렇게 하여 분리해 낸 유출유의 물성은 Table. 3과 같으며 cut number가 증가할 수록 모든 물성은 큰값을 나타내었다.

또한 Table. 3의 물성분석 가운데 점도를 읽으면 SAE(Society of Automotive Engineering)의 점도범위를 알수 있었다.

그리고 cut No. 2 이하는 저비점 저점성 유분으로서 굴절율 인화점에 비추어 불때 함유 되어있는 Wax의 결정 크기는 큰것으로 예측되었다. 고비점 고점성을 갖는 cut No. 3는 결정의 크기가 작은 microcrystalline wax가 많은 것으로 예측되었다. 이밖에 유출유의 외관을 검사하여 본 결과 cut No. 1인 light waxy oil의 경우는 ASTM color가 초기에는 1.5로 cut No. 2인 medium Waxy oil은 2.0으로, cut No. 3인 heavy Waxy oil에 있어서는 5.0으로 나타났다가 공기와 접촉하므로써 75시간 이후 부터는 담황색(淡黄色)에서 농녹색(濃絶色)으로 변화였다. 또한 Table.3에서 보는바와 같이 유동점이 상당히 높은 점으로 미루어 보아 Wax분도 많은 것으로 예측되어 비교적 paraffine기 임이 증명 되었으며 본 원료유는 탈납조건의 시료유로서 만족하다고 판명되었다.

2. 탈납결과

(1) MEK와 Toluene 용제혼합비의 영향

혼합용제를 사용하는 경우는 미리 원료유에 대한 특성을 검토하여 용제의 조성을 검토할 필요가 있다.

MEK-Toluene 혼합용제중 본 연구에서는 Fig 4에 Toluene비에 따른 slack Wax의 수율과 유동점 관계를 도시 하였다. 여기서 용제의 영향에 대해 살펴보면 MEK와 Toluene의 혼합비에 따라 탈납유의 유동점은 크게 영향을 받고 있다는

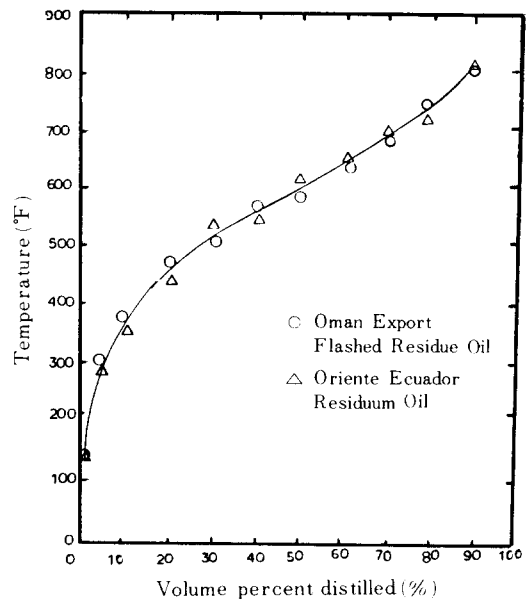


Fig.3 ASTM Distillation Curve of Residue Oils

Table 3. Physical properties for Vacuum side each Cut of the Waxy oils

Test item	Cut NO.	1	2	3
	Base	Light	Medium	Heavy
Spec. Gr (15/4°C)		0.8891	0.9088	0.9159
Flash point (Coc, °C)		168	224	250
Pour point (°C)		15	35	40
Viscosity (cst)				
@ 40°C		12.05	-	-
@ 100°C		2.80	7.80	11.25
Aniline point (°C)		75.5	88.5	89.0
Reaction		neutral	neutral	neutral
Refractive index.		1.4959	1.5104	1.5142

점을 알 수 있다.

Fig. 4 에서 보는바와 같이 Toluene비가 적을 수록 유동점은 떨어지고,반면에 slack Wax의 수율은 Toluene비가 개략 50%를 기점으로 증가하고 있다. 이러한 현상은 MEK와 같은 Ketone류는 Wax를 용해시키지 않고 또 저온에서 오일도 잘 녹이지 않는다는 점을 알 수 있다. 그러나 Toluene은 오일 뿐만이 아니라 Wax도 상당량 녹일 수 있으므로 이 두 개의 용제를 적당량 혼합하므로써 탄납온도에서 오일을 잘 용해 시키면서 Wax는 용해시키지 않는 혼합용제를 만들 수가 있었다.

Fig. 4 에서의 도표를 분석하여 보면 탄납오일의 유동점은 비교적 저점성유인 light 및 medium오일의 경우에는 용제의 혼합비가 MEK : Toluene이 48 : 52일때 Table. 3의 유출유 유동점에 비하여 30°C ~ 50°C 정도 하강하였다.

또한 heavy분에 있어서는 용제의 혼합비가 MEK : Toluene이 45 : 55일때 대략 -52.5°C가 하강하였음을 알 수 있다.

그러나 유동점 하강의 측면에서 본다면 Toluene비가 20%선까지 적정임을 알 수 있고, 반면에 slack Wax의 수율은 Toluene비가 40%까지 혼합하여야 만이 적정점으로 판명되고 있다. 이는 slack Wax의 수율과 유동점 하강의 상관관계로서 MEK탄납법의 경우 MEK비율이 높으면 탄납효과는 좋지만 oil Separation이 일어난다. 반복 실험을 수행한 결과 용제의 희석비율과 Wax의 결정성구조 등에 따라 점성유의 경우엔 Toluene비가 52%, 고점성유인 경우는 Toluene 비가 55%의 가장 이상적인 용제희석비를 구할 수 있었다.

(2) MEK-Toluene혼합용제의 용제희석비의 영향

탄납과정에 있어서 용제의 영향은 이미 살펴본 바와같이 MEK와 Toluene의 적당량 혼합비에 따라 탄납유의 유동점에 큰 영향을 준다.

그러나 Waxy oil에 대해 첨가할 용제량은 탄납온도에서 여과상의 Wax Cake를 통하여 흐르는 용액의 점성이 어떠한 Waxy 오일에 대해서도 거의 일정하게 조절되어야 한다.

용제탄납 조작에 있어서 Wax분 석출후의 모액(mother liquor)의 점성을 적절하게 유지시키

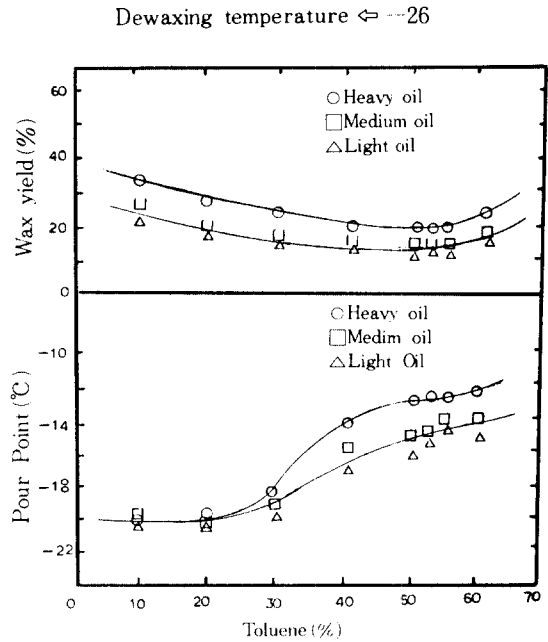


Fig. 4 Pour point & Wax yield vs. Toluene percent under dewaxing Condition

는 것이 바람직하다.

이와 동시에 여과가 용이한 결정을 생성시켜야 하므로 적절한 용제비를 유지하는 것이 대단히 중요하다.

본 실험 결과로서 용제희석비에 따른 wax의 수율과 유동점 변화를 Fig. 5에 나타내었다.

이때 용제의 혼합비는 앞의 실험결과를 토대로 저점성유인 light나 medium, Waxy oil인 경우는 MEK : Toluene의 비가 48 : 52로, 고점성유인 heavy waxy oil의 경우는 MEK : Toluene의 비가 45 : 55로 하였다.

Fig. 5의 도표를 분석하여 보면 저점성유인 light나 medium waxy oil 및 고점성유인 heavy waxy oil에 이르기까지 용제비가 증가할수록 slack wax의 수율은 감소하였다.

반면에 유동점변화는 저점성유인 light나 medium waxy 오일에 있어서 용제희석비가 4.5배 이상인 경우는 수평내지 상승의 경향이 있다. 또한 고점성유인 heavy waxy oil의 경우도 저점도유와 같은 현상을 나타내고 있다.

이와같은 경향은 앞의 실험결과에서 light나 medium waxy oil 및 heavy waxy oil의 각기 다른

유동점 강하의 정도로 비추어 보아 저점성의 경우는 wax의 결정이 크므로 여과율은 좋게 되지만 slack wax 중에 유분이 많아 되어 탈납유의 수율이 감소하게 되고, 고점성유인 경우는 microcrystalline wax가 많이 함유되어 있어 결정도 크게하고 여과율을 좋게 하기 위해서는 대량의 용제가 필요하다는 것을 나타내주고 있다.

그러나 용매회수 공정에서 에너지 소비량을 줄이기 위한 가장 적절한 용제회석비를 구하기 위해서는 용제 혼합방법을 비롯하여 냉각온도의 영향 및 wax의 결정구조등을 고려하여 희망 유동점을 구하여야 한다.

이에 따라 Fig. 5를 분석하여 볼때 가장 이상적인 용제회석비는 저점성유인 경우는 2.8배로서 이때의 유동점은 -15°C 였고 wax의 수율은 15.5%를 선회하였다. 그리고 고점성유인 경우는 3.5배로서 유동점은 -12.5°C 였고 wax의 수율은 18%였다.

또한 MEK 탈납법에 있어서는 wax 결정중의 유분의 흡장(吸藏)을 피하기 위해 혼합용제를 분할 첨가하고 있다.

본 실험에서는 저점성유인 light나 medium waxy oil의 경우 혼합용제를 3회와 5회로 분할첨가 하였으나 그결과 3회 분할 첨가한 경우가 ax의 수율이 5회 분할 첨가 보다 약 3~5%가 증가하였고 유동점 하강에는 5회 분할 첨가 방법과 대등하였다.

이같은 현상은 원료유의 성상에 약간의 차이점이 있는데 기인한다고 판단된다.

본 실험에서는 저점성유인 light나 medium waxy oil의 경우에 있어서는 혼합용제를 5회분할 첨가하였고 고점성유인 heavy wax oil인 경우는 2회로 분할회석 시켜줌으로서 Table. 4와 같이 탈납유의 희망 유동점을 얻을 수 있었다.

(3) 냉각온도의 영향

용제탈납법에 있어서 MEK량을 증가하면 유동점이 탈납온도 보다 낮아지고 MEK량을 감소시키면 반대현상이 일어나기 때문에 보통용제 혼합비를 1 : 1로 하여 운전을 하여 탈납온도와 유동점을 동일하게 하는것이 상례로 되어있다.

그러나 본 연구에서는 MEK량이 적으므로 인하여 복적하는 탈납유의 유동점 보다도 낮은 온도까지 waxy oil을 냉각해서 wax분을 제거하여

Mixingratio of solvent(MEK;Toluene)

Light & Medium Waxy oils → 48 : 52

Heavy Waxy oil ← 15 : 55

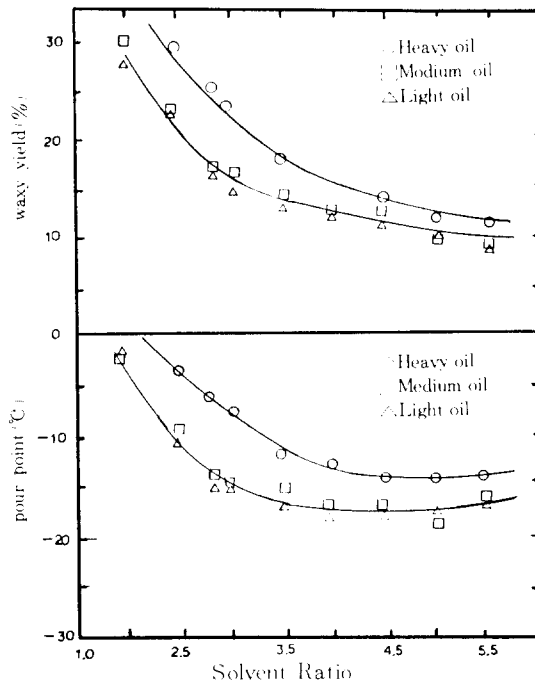


Fig. 5 Wax yield and pour point vs. Solvent Ratio

야만 했다. 이러한 탈납온도차는 사용하고 있는 탈납용제의 종류 및 조성에 따라 달라지고, 또한 waxy oil의 점성에 따라 다르다.

Waxy oil의 종류에 따라 냉각 실험을 실시하여 본 결과 Table. 4와 같이 용제회석비에 관계없이 탈납 최종온도를 공히 영하 26°C 에서 실시하여야만 Wax의 결정구조를 촬영할 수 있었다.

이들의 Wax 결정구조를 현미경 사진으로 촬영한 것이 Fig. 6, Fig. 7 및 Fig. 8에 나타나 있다.

실험조건이나 실제운전 조건에 있어 wax cake가 얇을수록 초기에는 여과가 잘된다. 그러나 실제 작업공정에서는 rotary type enclosed continuous filter에 의해 운전되고 있으므로 wax cake을 여포로부터 분리함에는 gas blow에 의해 처리되고 있다. 만약 wax cake이 너무 얇게

되면 분리가 어려우며 너무 두꺼우면 여과속도가 늦어지게 되어 처리용량이 적게된다. 이같은 점을 보완하기 위하여 가장 이상적인 wax cake의 두께는 보통 1/8~1/4 inch가 적합한 것으로 밝혀져 있다.

본 시험 결과로서는 light waxy oil의 경우 여과상태는 -26°C 에서 탈납 진공여과를 하여 약 5분 정도 경과한후에 거의 유분이 제거된 cake상을 얻을 수 있었으며, Fig. 6의 사진에 의하면 wax cake의 모양은 매우 좋은 구조의 결정을 나타내므로 탈납 효과가 대체로 순수하다는 것을 입증해준다.

그리고 medium waxy 오일의 경우에도 Fig. 7의 사진에서 보는 바와같이 최적의 wax crystalline이 light oil만큼 크기가 선명하게 나타나지는 못하였으나 주로 plate type으로 구름모양을 갖추고 있다.

그러나 heavy waxy oil의 경우에는 저점성유인 light나 medium waxy oil과는 달리 여과시간이 10분 경과된후 거의 유분과 분리 되었으며 wax의 결정구조는 선명치는 못하나 micro plate와 sponge 상을 보여 주고 있다.

이와같은 구조는 Fig. 8과 같으며 결정의 형태는 결정의 크기가 작은 거의 무정형 결정인 wax로 되어 있음을 알 수가 있었다.

이러한 결과는 wax가 적당한 크기로 성장되지 않은것으로 판단되어 저점성유와 같은 용제탈납 조건으로 실험을 실시하여 본 결과, wax의 결정

구조는 선명하게 나타나지 않았으며 waxy oil의 종류에 따라 용제의 조성, 용제의 희석율 및 냉각온도의 영향이 생성하는 wax의 결정상태에 매우 중요한 영향을 갖고 있음을 알았다.

IV. 결 론

Waxy oil에 있어서 용제탈납 공정의 최적조건을 알아보기 위하여 용제혼합비, 용제희석비 및 냉각온도의 영향에 대하여 고찰하였다.

원료유로서는 Oriente Ecuador Residuum oil과 Oman Export Residue Oil을 사용하여 감압증류를 실시비점 범위에 따라 물성이 다른 3가

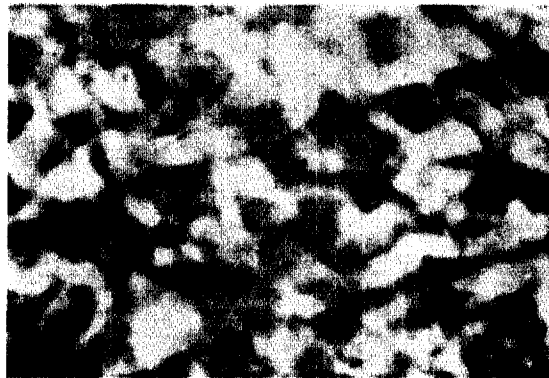


Fig.7 Photograph of Wax Crystalline for Medium Waxy oil. Magnification x 280

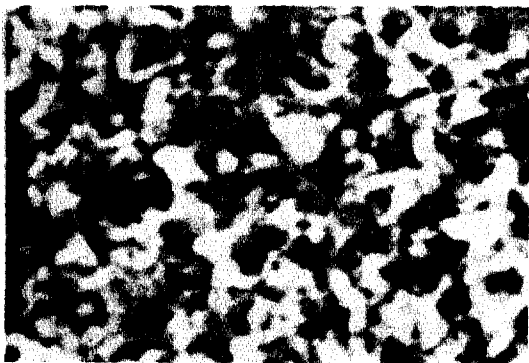


Fig 6 Photograph of Wax Crystalline for Light Waxy oil. Magnification x 280



Fig.8 Photograph of Wax Crystalline for Heavy Wax oil. Magnification x 280

Table 4. Physical properties for operating Conditions

Grade \ Base	Light	Medium	Heavy
Waxy oil;			
Spec. Gr., (15/4, °C)	0.8891	0.9088	0.9159
Flash point (CoC, °C)	168	224	250
Pour point (°C)	15	35	40
Viscosity (cst)			
@ 40, °C	12.05	-	-
@ 100, °C	2.80	7.80	11.25
Ratio;			
Solvent to oil	2.8 : 1	2.8 : 1	3.5 : 1
Filtering;			
Temperature (°C)	-26	-26	-26
Dewaxed oil ;			
Yield (°C)	85.0	83.5	82.0
Spec. Gr (15/4, °C)	0.9017	0.9225	0.9296
Flash point (CoC, °C)	156	220	246
Pour point (°C)	-15.0	-15.0	-12.5
Viscosity (Cst)			
@ 40, °C	13.25	-	-
@ 100, °C	2.85	8.30	14.50
Ketone (%)	0.001	0.001	0.002
Wax;			
Yield (%)	15.0	16.5	18.0
Oil (%)	10.5	12.5	16.0
Ketone (%)	0	0	0.001

지 성분의 유출유를 얻어 시료로 하였고, 용제로서는 MEK와 Toluene 을 사용하여 시험한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. MEK와 Toluene 혼합용제비로서는 저점도유인 light와 medium waxy oil은 48 : 52, 고점성유인 heavy waxy oil의 경우는 45 : 55가 가장 이상적이었다.

2. 용제희석비는 저점성의 경우 Wax oil에 대해 1 : 2.8배로 5 회 분할첨가 할 경우가 가장 탈납효과가 좋았고, 고점성유는 1 : 3.5로 2 회 첨가할 경우가 가장 이상적이었다.

3. 탈납을 위한 냉각온도는 -26°C였으며 이 온도에서 탈납에 요구되는 시간은 oil의 종류에 따라 차이가 있었다. 이때 탈납하여 얻어진 wax를 현미경 촬영한 결과 점성의 차이에 따라 결정구조가 다른것을 확인하였다.

참 고 문 헌

- 堀口 博;潤滑油とワックス, 三共出版株式会社, pp. 1 ~ 2 (1972)
- 石油使覧;日本石油株式会社, pp.209~216 (1972)
- 日本石油学会;石油精製プロセス, 幸書房, pp.347~360 (1974)
- Ureadewaxing; Hydrocarbon processing, 59 (9), p 199, Sep (1974)
- Moser, F.; petrotech, 9th World Petroleum Congress, 5, p 243 (1975)
- Propane dewaxing; Hydrocarbon processing, 51 (9), p 196, Sep (1972)
- De-Me Solvent dewaxing and waxdeoilng, Hydrocarbon processing, 53 (9), p 169, Sep (1974)
- 長尾 哲哉;水素化脱ロウ基油の特性と商品へ

- の適用(上), 潤滑通信, 225, p 12, Dec (1985)
9. 井上章;潤滑油の製造法, 潤滑, 23(6), p 408 (1978)
 10. 世良力;潤滑油精製一脱ろろー, 石油学会誌, 20(12), p 1132 (1977)
 11. 日本石油学会編;プロセスハンドブック, L, A (1975)
 12. Gudelis, D. A., etal.; The oil and gas Journal, 71(33), p 101 (1973)
 13. Eagen, J. F., etal.; petrotech, 9th World Petroleum Congress, 5. p 347 (1975)
 14. 藤田稔;潤滑油の基材・鉸油, 18(12), p 925 (1973)
 15. Solvent dewaxing; Hydrocarbon processing, 53(9), p 188, Sep(1974)
 16. 羅允浩; Dewaxing 技術의 最近의 發展된 技術内容紹介, 技術士, 15(3), p 33, Sep (1982)
 17. 姜龍植;潤滑油製造技術의 革新, 潤滑管理, 14(1), p 14 (1987)
 18. 金京林;潤滑油脱蜡工程, 潤滑管理, 13(4), p 22 (1986)
 19. Ireland, H. R., etal.; Italian refiner hydrodewaxes gas oil, The oil and gas Journal, p 82, June (1979)
 20. 和泉謙三 外;潤滑基油の品質動向, Petrotech, 9(10), p 878 (1986)
 21. Bennett, R. N., etal.; New process produces low pour oils, The oil and gas Journal, 73(1), p 69, Jan(1975)
 22. Smith, K. W., etal.; A new process for Dewaxing Lube base stocks, API processing, 59, p 151 (1980)
 23. Weinstable, H., etal.; catalytic Dewaxing of middle Distillates, OAEW-DGMK Annual Meeting, oct 4~6 (1976)
 24. 庄内広光;流動点降下プロセス—BP法—, Petrotech, 2(9), p 805 (1979)