

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2012年10月26日(26.10.2012)



(10) 国際公開番号  
WO 2012/143972 A1

- (51) 国際特許分類:  
C10G 31/08 (2006.01) C10G 9/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/002297
- (22) 国際出願日: 2011年4月19日(19.04.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 日揮株式会社(JGC CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町2丁目2番地1号 Tokyo (JP). 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構(JAPAN OIL, GAS AND METALS NATIONAL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1050001 東京都港区虎ノ門2-10-1 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 粥川 智生(KAYUKAWA, Tomoki) [JP/JP]; 〒3111313 茨城県東茨城郡大洗町成田町2205日揮株式会社技術研究所内 Ibaraki (JP). 藤本 高義(FUJIMOTO,

Takayoshi) [JP/JP]; 〒3111313 茨城県東茨城郡大洗町成田町2205日揮株式会社技術研究所内 Ibaraki (JP). 井上 尚久(INOUE, Naohisa) [JP/JP]; 〒3111313 茨城県東茨城郡大洗町成田町2205日揮株式会社技術研究所内 Ibaraki (JP). 寺谷 彰悟(TERATANI, Shogo) [JP/JP]; 〒3111313 茨城県東茨城郡大洗町成田町2205日揮株式会社技術研究所内 Ibaraki (JP). 永松 茂樹(NAGAMATSU, Shigeki) [JP/JP]; 〒3111313 茨城県東茨城郡大洗町成田町2205日揮株式会社技術研究所内 Ibaraki (JP).

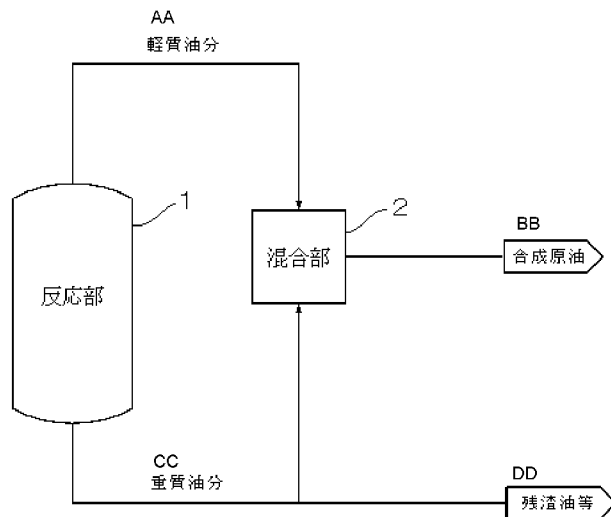
- (74) 代理人: 井上 俊夫(INOUE, Toshio); 〒2310058 神奈川県横浜市中区弥生町2丁目15番1号ストークタワー大通り公園Ⅲ 601号 Kanagawa (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS,

[続葉有]

(54) Title: REFORMATE PRODUCTION METHOD AND REFORMATE PRODUCTION APPARATUS

(54) 発明の名称: 改質油の製造方法、及び改質油製造装置

[図1]



(57) Abstract: [Problem] To provide a reformat production method and reformat production apparatus with which reformat can be obtained in high yields when producing reformat using supercritical water. [Solution] A reactor (1) is maintained at a temperature and pressure at or above the critical point of water, brings heavy oil and the supercritical water into contact, and while causing thermal cracking of said heavy oil to proceed, forms: a first phase from the heavy oil components obtained by thermal cracking of the heavy oil and supercritical water solubilized in said heavy oil components below; and a second phase from said supercritical water and light oil components extracted into said supercritical water above. A first mixed fluid is drawn out from said first phase from the lower part of said reaction unit so as to limit coke formation in said heavy oil components, while a second mixed fluid is drawn out from the second phase from the upper part of said reaction unit so as to limit gas formation from said light oil components. In a mixing unit (2), the heavy oil components of the first mixed fluid are mixed with the light oil components of the second mixed fluid to obtain the reformat.

(57) 要約:

[続葉有]

- 1 Reaction unit
- 2 Mixing unit
- AA Light oil components
- BB Synthetic crude oil
- CC Heavy oil components
- DD Residual oil, etc.

WO 2012/143972 A1



JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

【課題】超臨界水を利用して改質油を製造するにあたって、改質油を高得率で得られる改質油の製造方法及び改質油製造装置を提供する。【解決手段】反応器 1 は水の臨界点以上の温度、圧力に維持され、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油の熱分解を進行させつつ、この重質油が熱分解して得られた重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第 1 の相を下部に、前記超臨界水と、前記超臨界水中に抽出された軽質油分とからなる第 2 の相を上部に形成する。前記第 1 の相からは、前記重質油分におけるコークスの形成を抑えるように第 1 の混合流体が、前記反応部の下部から抜き出される一方、前記第 2 の相からは、前記軽質油分からのガス生成を抑えるように第 2 の混合流体が、前記反応部の上部から抜き出される。混合部 2 では、前記第 2 の混合流体の軽質油分に、前記第 1 の混合流体の重質油分を混合して改質油を得る。

## 明 細 書

**発明の名称**：改質油の製造方法、及び改質油製造装置

### 技術分野

[0001] 本発明は、超臨界水を利用して重質油から改質油を製造する技術に関する。

### 背景技術

[0002] 今後、中国やインドなどの発展途上国を中心に原油需要の高まりが予想される中、従来から利用されてきた軽質原油の生産はピークを迎えつつあり、これまではあまり利用されていなかった重質原油や超重質原油を利用する必要性が高まってきている。超重質油の中でも、カナダのオイルサンドビチューメンやベネズエラのオリノコタールは、すでに経済的な生産手法も確立され、生産量は増加しつつある。

[0003] これらの超重質原油は密度や粘度が非常に高いため、生産地の井戸から消費地の製油所まで輸送するために、そのままパイプラインなどを用いて輸送することができない。そのため、井戸元では、希釈剤を混合して粘度を低下させる希釈法と、すぐそばにアップグレーダーと呼ばれる熱分解や水素化処理を行うプラントを建設して軽質な合成原油を製造する改質法との2つの手法が選択されている。

[0004] しかしながら、希釈法ではコンデンセートなどの希釈剤を十分に確保しなければならない問題や、希釈する分だけ輸送量が増えるため輸送コストが増大するといった問題が発生する。また、改質法においても、井戸元に製油所並の大規模なプラントを必要とするため、大規模油田の近隣でしか経済性が成り立たないという問題や、コークスや硫黄などの副生成物処理の問題、改質に必要となる水素を確保しなければならないという問題が発生する。

[0005] また既存の重質油のアップグレーディング技術として、ディレードコーカーやフルードコーカーなどの熱分解プロセスやH-Oil、LC-Finishingなどの水素化分解プロセスがある。熱分解プロセスは重質油を熱分解し

、分解油とガス、コークスを製造する技術である。ここで大量に生成するコークスや硫黄などの副生成物は、用途がない地域では野積みにせざるを得ない場合があるなどの問題がある。

[0006] 一方、水素化分解プロセスは、高温高圧水素条件下で触媒を用いて重質油を分解する技術である。ここでは大量の水素が必要なことからナフサや天然ガスが必要となり、その供給が問題となる。さらに、触媒の供給や使用済み触媒の廃棄なども考慮しなければならない。

以上のように、既存の技術では副生成物の処理、水素の製造、触媒の供給、廃触媒の処理が問題となる。

[0007] これらの問題に対し、本件発明者らは超臨界水を利用して重質原油や超重質原油（以下、重質油という）を改質し、シンプルな改質スキームで、希釈剤を必要とせずにパイプライン輸送可能な合成原油（改質油）を製造する技術に着目した。この技術では、反応器内部において、重質油と超臨界水とが接触することによる重質油の熱分解反応と、熱分解によって生成した軽質油分の超臨界水側への抽出とを並行して進行させ、抽出された軽質油分を分離回収することで、パイプライン輸送が可能な合成原油を得ることができる。また、超臨界水に抽出されなかった重質油分は残渣油としてボイラー燃料などの用途で使うことができる。

[0008] 超臨界水を利用して重質油の改質を行う技術として、例えば特許文献1には反応器の上部から鉛直下向きに重質油を供給し、下部から超臨界水（または亜臨界水）を供給して反応器内部で接触、改質することにより、超臨界水に溶解した軽質油分と、これに溶解しない重質油分とに分離する技術が記載されている。

[0009] また特許文献2には、縦型反応器内の下部で重質油を超臨界水と共に加熱・混合して原料の一部を軽質成分に分解して気化させる一次熱分解部と、同反応器内上下方向の中央部から上部にかけて、気化した軽質成分の一部をさらに高温にて改質成分に分解する二次分解部とを有する改質装置が提案されている。一次熱分解部には反応器内に熱分解容器を設けて、その内部で重質

油を反応させる一方、熱分解せずにこの熱分解容器からオーバーフローした液体は残油として反応器の下部から排出される。このほか特許文献3には、反応器内で重質油を超臨界水と反応させて改質油のエマルションと共にコークスを生成し、改質油のエマルションを連続的に抜き出す一方、コークスを間欠的に抜き出す技術が開示されている。

### 先行技術文献

### 特許文献

- [0010] 特許文献1：特許4171062号公報：請求項1、段落0030～段落0033、図1
- 特許文献2：特開2008-208170号公報：請求項1、段落0012～段落0017、図1
- 特許文献3：特開2007-51224号公報：請求項1、段落0024～段落0030、図3

### 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

- [0011] 上述の各先行技術のうち特許文献1に記載の技術は、重質油を超臨界水と接触させて軽質油分を超臨界水側に溶解させることにより、重質油に含まれているバナジウムなどの重金属を除去し、高温腐食などを引き起こしにくいガスタービン燃料を得ている。このとき、重質油に含まれていた重金属は、超臨界水に溶解しない重質油分側に濃縮され、この重質油分はボイラーなどの燃料として使用される。重質油の分解ではなく、重金属除去を目的としているため、重質油分の反応器内滞留時間が短い。よって、重質油分解が不十分なので、パイプライン輸送を目的とした合成原油収率を高めることはできない。
- [0012] また特許文献2に記載の技術によれば、一次熱分解部を380℃～450℃に加熱し、その上部側の二次熱分解部については、一次熱分解部よりも高温の450℃～550℃に加熱することにより、超臨界水と接触させた重質

油を軽質油分に分解し、さらに改質成分へと2段階で分解している。しかしながら当該技術のように軽質成分の分解を積極的に進行させると、過分解によるガス生成量の増大(液収率の低下)や、軽質成分中オレフィン濃度の上昇を引き起こしてしまうため、合成原油の製造技術に適した技術とはいえない。

[0013] なお特許文献3に記載の技術は、積極的にコークスを生成する条件を選択して運転しており、コークスの処理が問題となる。またコークスを生成するほどの過酷な条件下では軽質油分の過分解によるガス生成量の増大(液収率の低下)や、改質油中オレフィン濃度の増大が懸念される。

[0014] このように上記先行技術は、重質油の分解が不十分、軽質成分のガス分解、重質油からのコークスの生成など、重質油からの合成原油収率を十分に高めることができなかった。本発明はこのような事情の下になされたものであり、その目的は、超臨界水を利用して改質油を製造するにあたって、改質油を高得率で得られる改質油の製造方法及び改質油製造装置を提供することにある。

### 課題を解決するための手段

[0015] 上記課題を解決する手段を以下に示す。

- (1) 反応部に重質油を供給する工程と、
- 前記反応部に超臨界水を供給する工程と、
- 前記反応部内を水の臨界点以上の温度、圧力に維持し、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油を熱分解する工程と、
- 前記重質油が熱分解して得られた重質油分と前記重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第1の相を前記反応部の下部に、前記超臨界水と、前記超臨界水中に抽出された軽質油分とからなる第2の相を前記反応部の上部に、それぞれ形成する工程と、
- 前記重質油分におけるコークスの形成を抑えるように、前記第1の相における第1の混合流体を、前記反応部の下部から抜き出す工程と、
- 前記軽質油分からのガス生成を抑えるように、前記第2の相における第2

の混合流体を、前記反応部の上部から抜き出す工程と、

前記第 2 の混合流体の軽質油分に、前記第 1 の混合流体の重質油分を混合して、改質油を得る工程と、を含むことを特徴とする改質油の製造方法。

(2) 前記第 1 の混合流体をフラッシュ蒸留して、前記第 1 の相の重質油分に含まれる軽質留分と水との混合蒸気と、残りの重質油分とに分離する工程と、

前記混合蒸気を冷却して、軽質留分と水とに分離する工程と、

前記第 2 の混合流体の軽質油分に、前記軽質留分を混合する工程と、を含み、

前記改質油を得る工程では、前記フラッシュ蒸留後の重質油分が軽質油分に混合されることを特徴とする (1) に記載の改質油の製造方法。

(3) 前記第 2 の混合流体を、軽質油分と水とに分離する工程を含み、

前記改質油を得る工程では、前記水と分離された後の軽質油分に重質油分が混合されることを特徴とする (1) 又は (2) に記載の改質油の製造方法。

(4) 前記軽質油分への重質油分の混合量は、前記改質油に予め設定された比重または粘度の規格を満たす範囲内の量であることを特徴とする (1) ~ (3) の何れかに記載の改質油の製造方法。

(5) 前記第 1 の相における前記第 1 の混合流体の滞留時間は、

i) 3 分以上、95 分以下の範囲内、

ii) コークスの生成量が前記重質油分の 0 重量%以上、20 重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、

iii) 350°Cにおける前記重質油分の動粘度が  $3.0 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記第 1 の混合流体の抜き出し量を制御する工程を含むことを特徴とする (1) ~ (4) の何れかに記載の改質油の製造方法。

(6) 前記第 2 の相における前記第 2 の混合流体の滞留時間は、

i) 前記軽質油分の過分解を抑えるため、前記第 2 の滞留時間を 1 分以上、

25分以下の範囲内、

ii) 過分解によるガスの生成量が前記重質油の0重量%以上、5重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、

iii) 10°Cにおける前記軽質油分の動粘度が $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記反応部への超臨界水の供給量を制御する工程を含むことを特徴とする(1)～(5)の何れかに記載の改質油の製造方法。

(7) 前記重質油は、オイルサンドビチューメン、オリノコータル、常圧蒸留残渣油、減圧蒸留残渣油からなる重質油群から選ばれることを特徴とする(1)～(6)の何れかに記載の改質油の製造方法。

[0016] (8) 水の臨界点以上の温度、圧力に維持され、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油の熱分解を進行させつつ、この重質油が熱分解して得られた重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第1の相を下部に、前記超臨界水と、前記超臨界水中に抽出された軽質油分とからなる第2の相を上部に形成する反応部と、

前記重質油分におけるコークスの形成を抑えるように、前記第1の相における重質油分及び当該重質油分中に溶解した超臨界水の第1の混合流体を、前記反応部の下部から抜き出す第1の流量調節部と、

前記軽質油分からのガス生成を抑えるように、前記第2の相における第2の混合流体を、前記反応部の上部から抜き出す第2の流量調節部と、

前記反応部の上部から抜き出された前記第2の混合流体の軽質油分に、前記第1の混合流体の重質油分を混合して、改質油を得る混合部と、を備えることを特徴とする改質油製造装置。

(9) 前記第1の混合流体をフラッシュ蒸留して、当該前記第1の相の重質油分に含まれる軽質留分と水との混合蒸気と、残りの重質油分とに分離するためのフラッシュ部と、

前記混合蒸気を冷却して、軽質留分と水とに分離するための第1の分離部と、



前記第2の混合流体の軽質油分に、前記軽質留分を混合するための軽質留分混合部と、を備え、

前記混合部では、前記フラッシュ蒸留後の重質油分が軽質油分に混合されることを特徴とする(8)に記載の改質油製造装置。

(10) 前記第2の混合流体を、軽質油分と水とに分離するための第2の分離部を備え、

前記混合部では、前記水と分離された後の軽質油分に重質油分が混合されることを特徴とする(8)又(9)に記載の改質油製造装置。

(11) 前記軽質油分への重質油分の混合量は、前記改質油に予め設定された比重または粘度の規格を満たす範囲内の量であることを特徴とする(8)～(10)の何れかに記載の改質油製造装置。

(12) 前記第1の相における前記第1の混合流体の滞留時間が、

i) 3分以上、95分以下の範囲内、

ii) コークスの生成量が前記重質油分の0重量%以上、20重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、

iii) 350°Cにおける前記重質油分の動粘度が $3.0 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記第1の混合流体の抜き出し量を制御する制御部を備えることを特徴とする(8)～(11)の何れかに記載の改質油製造装置。

(13) 前記第2の相における前記第2の混合流体の滞留時間が、

i) 前記軽質油分の過分解を抑えるため、前記第2の滞留時間を1分以上、25分以下の範囲内、

ii) 過分解によるガスの生成量が前記重質油の0重量%以上、5重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、

iii) 10°Cにおける前記軽質油分の動粘度が $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記反応部への超臨界水の供給量を制御する制御部を備えることを特徴とする(8)～(12)の何れかに記載の改質油製造装置。

(14) 前記重質油は、オイルサンドピチュメン、オリノコータル、常圧蒸留残渣油、減圧蒸留残渣油からなる重質油群から選ばれることを特徴とする(8)～(13)の何れかに記載の改質油製造装置。

### 発明の効果

[0017] 本発明によれば、重質油を超臨界水と接触させて重質油分と軽質油分とに熱分解し、この軽質油分に重質油分を混合して改質油を製造するので、高得率で改質油を得ることができる。

### 図面の簡単な説明

- [0018] [図1]実施の形態に係わる改質油製造装置の基本構成図である。  
[図2]前記改質油製造装置に設けられている反応部の構成例である。  
[図3]前記改質油製造装置に設けられている混合部の第1の構成例である。  
[図4]前記混合部の第2の構成例である。  
[図5]前記改質油製造装置の第1の構成例である。  
[図6]前記改質油製造装置の第2の構成例である。

### 発明を実施するための形態

- [0019] [基本構成]  
本発明の実施の形態に係わる改質油製造装置の基本構成について説明する。改質油製造装置は、例えばオイルサンドピチュメンやオリノコータルなどの高密度、高粘度の原油が生産される井戸元などに設置され、当該重質油から低密度、低粘度の合成原油を製造する役割を果たす。
- [0020] 図1に示すように改質油製造装置は、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油の熱分解を進行させて得られた重質油分及び軽質油分が別々に抜き出される反応部1と、この反応部1から得られた軽質油分に、前記重質油分の一部、または全量を混合して改質油である合成原油を製造する混合部2と、を備えている。得られた合成原油は、製油所に輸送され、通常の原油と同様に蒸留、改質、分解、脱硫などの各種精製プロセスを経て、燃料油や化成原料などになる。一方、軽質油分と混合されなかった重質油分は、残渣としてボイラー燃料などの用途で使用される。

## [0021] [反応部]

図2は前記反応部1を構成する反応器10の内部構造及び当該反応器10に設けられた制御系統の構成を模式的に示している。反応器10は、昇温、昇圧された重質油と超臨界水とを例えば向流接触させることにより当該重質油を熱分解し、これにより得られた軽質油分と重質油分とを別々に分離して抜き出す役割を果たす。反応器10の上部側には、加熱、昇圧された重質油が供給される重質油供給ライン110が接続されている。一方、反応器10の下部側には、加熱、昇圧された超臨界水が供給される超臨界水供給ライン120が接続されている。そして、両流体が反応器10内で接触すると超臨界水により持ち込まれた熱により重質油の熱分解が進行して重質油全体が軽質化することになる。ここで図2に示した101は重質油の供給ノズル、102は超臨界水の供給ノズルである。

[0022] またこれらの流体を接触させると、まず重質油に予め含まれている軽質油分が超臨界水へ抽出され、超臨界水中に抽出されずに残った重質油分が熱分解し、この熱分解により生成した軽質油分が超臨界水中に抽出されることにより、超臨界水と軽質油分とからなる連続相（以下、第2の相という）を形成し、また超臨界水中に抽出されなかった重質油分が連続相（以下、第1の相という）を形成して2つの相に分離する。重質油分は超臨界水と軽質油分との混合流体よりも比重が大きいことから、第1の相は反応器10の下部側に形成され、第2の相は反応器10の上部側に形成されることになる。

[0023] また実際には、重質油の種類や反応器10の温度、圧力条件にもよるが、第1の相を構成する重質油分中には、重質油分（水分を含んでいないドライ状態基準）の3重量%～100重量%程度の超臨界水が溶解する。この観点においては、第1の相は重質油分と超臨界水との混合流体から構成されているといえる。このように重質油分中に超臨界水が溶解することによって、熱分解が進行する重質油分を構成する例えば多環芳香族の分子間に水分子が入り込んで、多環芳香族同士の重縮合によるアスファルテンの生成、アスファルテン同士の重縮合によるコークスの生成を抑制するケージ効果を発揮させ

ることができる。

[0024] 本実施の形態に係る反応器 10 では、下部側の第 1 の相内に超臨界水供給ノズル 102 から超臨界水が供給され、また上部側の第 2 の相内に重質油供給ノズル 101 から重質油が供給されることになる。このとき軽質油分の超臨界水側への抽出、超臨界水の重質油分側への溶解は、第 1 の相を上昇する超臨界水（分散相）との界面、第 2 の相を沈降する重質油（分散相）との界面、及び第 1 の相と第 2 の相との接触界面にて進行することになる。

[0025] 一方で、本発明者らは第 1 の相を上昇する超臨界水の上昇速度、第 2 の相を沈降する重質油の沈降速度は非常に速く、各超臨界水及び重質油は例えば数秒～数十秒程度で第 1、第 2 の相内を通過してしまうことを把握している。このため重質油の熱分解は、実際には第 1 の相内にて重質油分の熱分解が進行し、その結果生成した軽質油分が第 2 の相側に抽出されると共に、第 2 の相内にて軽質油分及び第 1 の相側から供給された軽質油分のさらなる熱分解が進行することになる。

[0026] 図 2 に示すように反応器 10 の底部には、第 1 の相を構成する流体（重質油分と超臨界水との混合流体）を抜き出すための重質油分抽出ライン 140 が接続されている。この重質油分抽出ライン 140 には、第 1 の相からの流体の抜き出し量を調節する流量調節弁 142 が介設されている。重質油分抽出ライン 140 から抜き出された流体は、冷却器などで冷却されて熱分解が停止される。一方、反応器 10 の頂部には、第 2 の相を構成する流体（軽質油分と超臨界水との混合流体）を抜き出すための軽質油分抽出ライン 130 が接続されている。この軽質油分抽出ライン 130 には、反応器 10 内の圧力を例えば 25～30 MPa に調節するための圧力調整弁 131 が介設されている。軽質油分抽出ライン 130 から抜き出された流体についても、冷却器などで冷却されることにより軽質油分の熱分解が停止されることになる。

[0027] [制御機構]

以上に説明した熱分解機構によれば、重質油分の熱分解の進行度合いは、第 1 の相内における重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水との混合

流体（以下、第1の混合流体という）の滞留時間にて制御することができる。重質油は熱分解を進行させるほど軽質油分の収率が増え、また重質油分中に超臨界水を溶解させてケージ効果が発揮される条件下で重質油分の分解を適度に進行させることにより、重質油分の粘度が低下してボイラー燃料などとして使用する際や軽質油分と混合された後の合成原油のハンドリングが容易になる。一方で、既述のケージ効果が相殺される程度まで熱分解が進行してしまうと重質油分中にコークスが生成される。

[0028] そこで本実施の形態に係る改質油製造装置においては残渣油となる重質油分の例えば350°Cにおける動粘度を $3.0 \times 10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$ 以下（30 cSt以下）とし、また、コークスの生成が抑制される程度（例えばコークスの生成量が重質油分の0～20重量%の範囲内となる程度）に重質油分の熱分解を進行させるように第1の相内における第1の混合流体の滞留時間を調節する機構を備えている。

[0029] また軽質油分の熱分解の進行度合いについては、第2の相内における超臨界水とこの超臨界水中に抽出された軽質油分との混合流体（以下、第2の混合流体という）の滞留時間にて調節することができる。軽質油分は熱分解を進行させるほど動粘度が低下して、例えば寒冷地などにおいても特別な加熱設備を設けることなく合成原油の輸送が可能になる。一方で、軽質油分が過分解すると軽質油分からのガス生成量が増大して、合成原油の収率が低下してしまう。

[0030] そこで本改質油製造装置においては軽質油分単独、または重質油分と混合後の合成原油の例えば10°Cにおける動粘度を $5.0 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$ 以下（5000 cSt以下）とし、且つ、ガスの生成が抑制される程度に軽質油分の熱分解を進行させるように第2の相内における第2の混合流体の滞留時間を調節する機構を備えている。本例の改質油製造装置では、軽質油分に重質油分が混合されて合成原油が製造されるので、重質油分と混合後の合成原油の動粘度を $5.0 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$ 以下（5000 cSt以下）とするためには、比較的動粘度の大きな重質油分と混合される軽質油分単独の動粘度はさ

らに低い値となるように第2の滞留時間が調整される。

[0031] 例えば第1の相内における第1混合流体の滞留時間を $\theta_{pitch}$ 、第2の相内における第2混合流体の滞留時間を $\theta_{Lt}$ とし、重質油供給ライン110からの重質油の単位時間当たりの供給量を $F_{oin}$ 、超臨界水供給ライン120からの超臨界水の単位時間当たりの供給量を $F_{win}$ 、重質油分抽出ライン140からの第1の混合流体の単位時間当たりの抜き出し量を $F_{w1+pitch}$ 、軽質油分抽出ライン130からの第2の混合流体の単位時間当たりの抜き出し量を $F_{w2+Lt}$ と表すと、反応器10への流体の供給、抜き出しバランスは、以下の(2)式で表される。

$$F_{oin} + F_{win} = F_{w1+pitch} + F_{w2+Lt} \cdots (2)$$

[0032] また、第2の相に抽出される軽質油分の割合は、重質油の性状や反応器10の温度、圧力条件、重質油分の熱分解の進行度合いによっても変化するが、本例においては、例えば沸点が540°C以下のVGO (Vacuumed Gas Oil: 減圧軽油) より軽質な留分が軽質油分として超臨界水側に抽出され、540°Cよりも沸点の高いVR (Vacuumed Residue) に相当する留分が超臨界水中に抽出されない重質油分として抜き出される重質油を用いる場合について考える。ここで本実施の形態においては、 $\theta_{pitch}$ を例えば目標値の±1分程度の変動範囲内で制御し、熱分解の進行度を一定の範囲内に制御することによりVGOの得率(即ちVRの得率)は、ほぼ一定として取り扱えるものとする。

[0033] また、反応器10に供給される重質油のうち、重質油分として抜き出される流量を $F_{pitch}$ 、軽質油分として抜き出される流量を $F_{Lt}$ とし、同じく反応器10に供給される超臨界水のうち重質油分に溶解して第1の相から抜き出される流量を $F_{w1}$ 、軽質油分を抽出して第2の相から抜き出される流量を $F_{w2}$ とすると、第1の混合流体、第2の混合流体の抜き出し量は以下の(3)式、(4)式で表される。

$$F_{w1+pitch} = F_{w1} + F_{pitch} \cdots (3)$$

$$F_{w2+Lt} = F_{w2} + F_{Lt} \cdots (4)$$

[0034] そして、反応器 10 内における第 1 の相の体積を  $V_1$ 、第 2 の相の体積を  $V_2$  と表すとき、第 1 の相内における第 1 混合流体の滞留時間  $\theta_{pitch}$ 、第 2 の相内における第 2 混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  は以下の (5) 式、(6) 式で表される。

$$\begin{aligned}\theta_{pitch} &= V_1 / F_{W1+Pitch} \\ &= V_1 / (F_{W1} + F_{Pitch}) \cdots (5)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\theta_{Lt} &= V_2 / F_{W2+Lt} \\ &= V_2 / (F_{W2} + F_{Lt}) \cdots (6)\end{aligned}$$

[0035] (5) 式によれば、第 1 の相の体積  $V_1$  が一定の場合、重質油分抽出ライン 140 からの第 1 の混合流体の抜き出し量  $F_{W1+Pitch}$  を増減することにより、第 1 の相内における第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{pitch}$  を調節することができる。本実施の形態に係る改質油製造装置においては、後述の実施例の結果から「 $3 \text{分} \leq \theta_{pitch} \leq 95 \text{分}$ 」の範囲内で滞留時間  $\theta_{pitch}$  を設定することにより、重質油分中のコークスの生成量を例えば重質油分の 0 ~ 20 重量% の範囲内に抑制し、また 350 °C における残渣油の動粘度を  $3.0 \times 10^{-5} \text{ m}^2 / \text{s}$  以下 (30 cSt 以下) に調節することができることを確認している。

[0036] また温度、圧力が一定の条件の下では重質油分中への超臨界水の溶解度は一定となるので、第 1 の相から抜き出される重質油分の流出量  $F_{Pitch}$  が決まれば、この重質油分中に溶解する超臨界水の量  $F_{W1}$  は一定の値となる。この状態で超臨界水の供給量  $F_{Win}$  を増減すると、重質油分中に溶解しない超臨界水の量、即ち、第 2 の相を形成する超臨界水の量  $F_{W2}$  を増減することが可能となる。重質油分の流出量  $F_{Pitch}$  に対する超臨界水の溶解量  $F_{W1}$  は、例えば予備実験などにより把握しておけばよい。

[0037] 以上の関係から、第 2 の相の体積  $V_2$  が一定の場合、超臨界水供給ライン 120 からの超臨界水の供給量  $F_{Win}$  を増減することによって (6) 式中の  $F_{W2}$  が増減し、第 2 の相内における第 2 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  を調節することができる。本実施の形態に係る改質油製造装置においては、後述の実施例

の結果から「 $1 \text{分} \leq \theta_{L_t} \leq 25 \text{分}$ 」の範囲内で滞留時間  $\theta_{L_t}$  を設定することにより、過分解によるガスの生成量を例えば重質油の 0～5 質量%の範囲内に抑制し、また  $10^\circ\text{C}$ における軽質油分単独、または重質油分と混合後の合成原油の動粘度を  $5.0 \times 10^{-3} \text{m}^2/\text{s}$  以下（5000 cSt 以下）に調節することができることを確認している。

[0038] 以上に説明した考え方にに基づき、重質油分抽出ライン 140 には第 1 の混合流体の抜き出し量  $F_{W1+Pitch}$  を調節するための流量コントローラー 93 が設けられており、この流量コントローラー 93 の指示値 (b) が制御部 9 へ出力されるようになっている。制御部 9 では (5) 式に基づいて滞留時間  $\theta_{pitch}$  が計算され、当該  $\theta_{pitch}$  が予め設定した目標値となるように、流量コントローラー 93 の流量設定値 (e) を増減して流量調節弁 142 の開度が調節される。この観点で流量調節弁 142 は、第 1 の流量調節部に相当する。

[0039] また、超臨界水供給ライン 120 には超臨界水の供給量  $F_{Win}$  (即ち  $F_{W2}$ ) を調節するための流量コントローラー 92 が設けられており、この流量コントローラー 92 の指示値 (a) が制御部 9 へ出力されるようになっている。制御部 9 では (6) 式に基づいて滞留時間  $\theta_{L_t}$  が計算され、当該  $\theta_{L_t}$  が予め設定した目標値となるように、流量コントローラー 93 の流量設定値 (d) を増減して流量調節弁 122 の開度が調節される。

[0040] また反応器 10 には本実施の形態の界面検出部である例えば差圧式、超音波式、X線式などの界面レベル計 94 が設けられており、反応器 10 内の第 1 の相と第 2 の相との界面のレベルが予め設定した範囲を上回るか、下回るかすると「界面レベル高」または「界面レベル低」を示す信号 (c) が制御部 9 へ出力されるようになっている。制御部 9 では前記界面レベルが設定範囲内の高さ位置に復帰するように重質油供給ライン 110 に設けられた流量コントローラー 91 の流量設定値 (f) を増減して重質油の供給量  $F_{in}$  を調節することにより第 1 の相の体積  $V_1$  (即ち第 2 の相の体積  $V_2$ ) を一定に保つ構成となっている。



ここで反応器 10 内の圧力は例えば後述の図 5 に示す高圧セパレーター 30 の軽質油分ライン 310 に設けられた不図示の圧力コントローラーにより、圧力調整弁 131 を開閉することにより行われ反応器 10 からの第 2 の混合流体の抜き出し量が調節される。この観点で圧力調整弁 131 は、第 2 の流量調節部に相当する。

[0041] 以上説明した構成を備えた改質油製造装置において、各滞留時間  $\theta_{pitch}$ 、 $\theta_{Lt}$  を調節する動作について説明する。今、第 1 の相における第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{pitch}$  が設定値を上回ったとすると、(5) 式によれば第 1 の混合流体の抜き出し量  $F_{Pitch}$  を増やすことにより  $\theta_{pitch}$  を低下させ、設定値に復帰させることができる。ところが  $F_{Pitch}$  を増やすと界面レベルが低下するので界面レベル計 94 から「界面レベル低」の信号が出力され、流量調節弁 112 を作動させて重質油供給ライン 110 からの重質油の供給量  $F_{oin}$  を増加させる。

[0042] このとき重質油の供給量の増分  $\Delta F_{oin}$  のうち「 $\Delta F_{Pitch}$ 」は第 1 の相に分配されるが、「 $\Delta F_{Lt}$ 」は第 2 の相側に分配される。この結果、(6) 式より  $\theta_{Lt}$  が小さくなることになるが、この変化については超臨界水の供給量  $F_{win}$  (即ち  $F_{w2}$ ) を減らすことにより  $\theta_{Lt}$  を上昇させて設定値に復帰させることができる。

[0043] また反対に、第 2 の相における第 2 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  が設定値を上回ったとすると (6) 式によれば超臨界流体の供給量  $F_{win}$  (即ち  $F_{w2}$ ) を増やすことにより  $\theta_{Lt}$  を低下させ、設定値に復帰させる。  $F_{win}$  を増やしても例えば反応器 10 内の圧力を一定にするように  $F_{win}$  ( $F_{w2}$ ) の増加量にあわせて第 2 の相からの抜き出し量が  $F_{w2+Lt}$  が増え、第 1 の相と第 2 の相との界面が一定レベルに保たれる。

[0044] ここで図 2 に示した例では界面レベル計 94 を設け、第 1、第 2 の相の界面を実測して  $V_1$ 、 $V_2$  が一定となるようにしているが、改質油製造装置は必ずしも界面レベル計 94 を備えていなくてもよい。例えば、重質油の油種や温度、圧力条件などに応じた VGO より軽質の留分、VR 留分の得率を予め

実験などにより把握しておき、 $F_{Oin}$ 、 $F_{Win}$ 、 $F_{Pitch}$ 、 $F_{Lt}$ 、 $F_{w1}$ 、 $F_{w2}$ の値から反応器 10 内の界面レベルを推定し、この推定界面レベルに基づいて $V_1$ 、 $V_2$ を一定に保ち、(5)、(6)式に基づいて各滞留時間 $\theta_{pitch}$ 、 $\theta_{Lt}$ を調節してもよい。

[0045] また図 2 に示した例では、 $V_1$ 、 $V_2$ を一定に保ち、各滞留時間 $\theta_{pitch}$ 、 $\theta_{Lt}$ を調節する例を示したが $V_1$ 、 $V_2$ を変化させつつ滞留時間 $\theta_{pitch}$ 、 $\theta_{Lt}$ を調節することも可能である。例えば第 1 の相における第 1 の混合流体の滞留時間 $\theta_{pitch}$ が設定値を上回ったとき、(5)式より第 1 の混合流体の抜き出し量 $F_{Pitch}$ を増やすと共に第 1 の相の体積 $V_1$ を小さくすることにより、 $\theta_{pitch}$ を低下させ、設定値に復帰させる。この結果、第 2 の相の体積 $V_2$ が増大することになり、第 2 の混合流体の滞留時間 $\theta_{Lt}$ に影響を与えるが、体積 $V_2$ の増大分を相殺するように超臨界水の供給量 $F_{Win}$ （即ち $F_{w2}$ ）を増やすことにより $\theta_{Lt}$ を設定値に復帰させることができる。

[0046] さらに上述の各例では、第 1 の相内における第 1 混合流体の滞留時間 $\theta_{pitch}$ を第 1 の混合流体の抜き出し量 $F_{Pitch}$ により調節し、第 2 の相内における第 2 混合流体の滞留時間 $\theta_{Lt}$ を超臨界水の供給量 $F_{Win}$ により調節する例を示したが、これらの滞留時間を(5)式、(6)式に示した他の操作変数、例えば重質油の供給量 $F_{Oin}$ や第 2 の混合流体の抜き出し量 $F_{w2+Ltout}$ で調節することを否定するものではない。

[0047] [混合部]

図 3 は、混合部 3 の構成例を示しており、反応部 1 より得られた軽質油分と、重質油分の一部、または全量とが流入する混合タンク 21 と、混合タンク 21 内の流体を攪拌する攪拌機 22 と、を備えている。混合タンク 21 内で混合された流体は、合成原油としてパイプライン等へ送られる。また、図 4 に示すように混合部 3 は、インラインミキサー 23 にて構成してもよい。インラインミキサー 23 は、例えば軽質油分が通流する配管と、重質油分の一部、または全量が通流する配管との合流部の下流側に設けられる。

[0048] 混合部 2 にて、軽質油分に混合される重質油分の混合比率は、例えば比重

(A P I (American Petroleum Institute) 比重や密度) や粘度など、合成原油に対して予め設定された製品規格を満足する範囲で重質油分の混合比率を増やしていく場合が考えられる。このような製品規格を満足する範囲であれば、反応部 1 から得られた重質油分の全量を軽質油分に混合してもよい。

[0049] また、軽質油分と重質油分とは、混合後の合成原油の相溶性が確保される範囲、言い替えると、混合後の合成原油が重軽質油分に再分離しない範囲の混合量に調整されるようになっている。合成油中の重質油分の混合比率は、これら合成原油の製品規格、相溶性に加え、反応器 10 から重質油分の得率などを考慮して決定されるが、特定の比率に限定されるものではない。

[0050] [第 1 構成例]

以上に説明した改質油製造装置の具体的な構成例について図 5 を参照しながら説明する。改質油製造装置は、重質油と超臨界水とを接触させて当該重質油を改質し、重質油分と軽質油分とに分離する反応器 10 (反応部) と、反応器 10 から流出した軽質油分と超臨界水との混合流体を例えば反応器 10 内の圧力と同程度の圧力条件下で油水分離する高圧セパレーター 30 と、この高圧セパレーター 30 から流出した軽質油と水との混合流体を高圧セパレーター 30 よりも低い圧力条件下で油水分離する低圧セパレーター 40 と、反応器 10 から流出した重質油分と超臨界水との混合流体を反応器 10 よりも低い圧力条件下で油水分離、並びに、重質油分中に含まれている軽質留分の分離を行うフラッシュドラム 50 と、フラッシュドラム 50 にてフラッシュ蒸留された水と軽質留分の混合流体を油水分離するセパレーター 70 と、油水分離後の水をリサイクルするためのリサイクル水タンク 60 と、を備えている。

[0051] 反応器 10 は、図 2 を用いて説明した構成を備える例えば塔形状に形成された耐圧容器であり、当該反応容器の例えば上部側壁部には、重質油供給源 11 より重質油を受け入れるための重質油供給ライン 110 が接続されている。重質油供給源 11 は例えば重質油を貯蔵するタンクなどから構成される。

[0052] 重質油供給ライン 110 には重質油供給源 11 から受け入れた重質油を水の臨界圧力である 22.1 MPa 以上の例えば 25 MPa ~ 30 MPa に昇圧して反応器 10 へ向けて送り出す重質油供給ポンプ 111 と、反応器 10 に供給される重質油を例えば 300°C ~ 450°C に加熱するための、例えば加熱炉などからなる加熱器 113 とが介設されている。ここで重質油は重質油供給ライン 110 や加熱器 113 内における重縮合を防ぐため、反応器 10 内の温度（例えば 374°C ~ 500°C）よりも低い温度で供給される。重質油供給ライン 110、重質油供給ポンプ 111、流量調節弁 112、加熱器 113 などは本実施の形態の重質油供給部に相当する。

[0053] 一方、反応器の例えば下部側壁部には、貯水タンクなどからなる水供給源 12 より受け入れた水を超臨界状態にして反応器 10 へ供給するための超臨界水供給ライン 120 が接続されている。超臨界水供給ライン 120 には水供給源 12 から受け入れた水をその臨界圧力（22.1 MPa）以上の例えば 25 MPa ~ 30 MPa に昇圧して反応器 10 へ向けて送り出す超臨界水供給ポンプ 121 と、超臨界水の供給量を調整する流量調節弁 122 と、反応器 10 に供給される超臨界水をその臨界温度（374°C）以上の例えば 450°C ~ 600°C に加熱するための、例えば加熱炉などからなる加熱器 123 とが介設されている。ここで既述のように重質油供給ライン 110 から供給される重質油は重縮合を防ぐ目的で反応器 10 内の温度よりも低い温度で供給されることから、超臨界水供給ライン 120 から供給される超臨界水を反応器 10 内の温度よりも高い温度で供給することにより、重質油の熱分解反応に必要な熱を供給している。超臨界水供給ライン 120、超臨界水供給ポンプ 121、流量調節弁 122、加熱器 123 などは本実施の形態の超臨界水供給部に相当する。

[0054] また反応器 10 の例えば塔頂部には、重質油が反応器 10 内で分解して得られた軽質油分がこの超臨界水中に抽出されて形成された混合流体を第 1 の相から抜き出すための軽質油分抽出ライン 130 が接続されている。軽質油分抽出ライン 130 には軽質油分抽出ライン 130 内を流れる混合流体を、

水の臨界圧力より低い例えば200℃～374℃の温度に冷却するための熱交換器などからなる冷却器132が介設されている。

[0055] この軽質油分抽出ライン130の下流には、反応器10内の圧力とほぼ同等の圧力下で、冷却器132にて冷却された混合流体を軽質油分（但し当該軽質油分中にも水分が含まれている）と水とに分離するための高圧セパレーター30が設けられている。高圧セパレーター30の上部側には軽質油分を抜き出して低圧セパレーター40へと送り出す軽質油分ライン310が接続されている。当該軽質油分ライン310には軽質油分を40℃～100℃程度の温度に冷却するための熱交換器などからなる冷却器312と、このライン310内を流れる当該軽質油分の圧力を例えば常圧よりも高い0.2MPa～1.0MPa程度まで減圧するための減圧弁311と、が介設されている。また減圧弁311は、図2に示した圧力調整弁131としての機能も備えている。

[0056] 一方、高圧セパレーター30の底部側には25MPa～30MPa程度の圧力、200℃～374℃程度の温度条件下で軽質油分から分離した水を抜き出すための高圧分離水ライン320が設けられている。高圧分離水ライン320は後述のリサイクル水ライン610に接続されていて、高圧セパレーター30からの分離水を再度反応器10へと供給することができるようになっている。高圧分離水ライン320に介設された321は高圧セパレーター30からの分離水を送液するための高圧分離水リサイクルポンプである。

[0057] 次に軽質油分ライン310の下流側に設けられた低圧セパレーター40について説明すると、低圧セパレーター40は、高圧セパレーター30から流出した水分を含む軽質油分について、0.2MPa～1.0MPa程度の圧力、40℃～100℃程度の温度条件下で、再度、軽質油分と水とに分離する役割を果たす。420は水と分離された軽質油分を合成原油として合成原油タンク82へ払い出すための合成原油ラインである。

[0058] 一方、低圧セパレーター40の例えば底部には、低圧分離水リサイクルライン430が接続されており、低圧分離水リサイクルライン430は軽質油

分から分離された水を抜き出し、超臨界水としてリサイクルするためのリサイクル水タンク60へと送液する役割を果たしている。また低圧分離水リサイクルライン430からはリサイクルされる水の一部を排水処理設備83へ向けて抜き出す排水ライン440が分岐しており、排水処理設備83への送液量を増減することにより、改質油製造装置内を循環するリサイクル水中の油分の濃度や塩分の濃度を所定の値以下に調節することができるようになっている。図中410は、軽質油分から揮発したガスを排ガス処理設備81へ送るための排ガスラインである。以上に説明した高圧セパレーター30、低圧セパレーター40は、本実施の形態の第2の分離部に相当する。

[0059] 以上に説明した反応器10の塔頂系のプロセスフローに対し、反応器10の例えば塔底部には、反応器10内で分解させた重質油のうち、超臨界水中に抽出されなかった重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水との混合流体を第2の相から抜き出すための重質油分抽出ライン140が接続されている。重質油分抽出ライン140には、当該ライン140内を流れる混合流体を200℃～350℃程度まで冷却するための熱交換器などからなる冷却器141と、反応器10の塔底部からの混合流体の抜き出し量を調節すると共に、重質油分抽出ライン140内を流れる混合流体の圧力を例えば常圧よりも高い0.2MPa～1.0MPa程度まで減圧するための流量調節弁142とが介設されている。

[0060] 流量調節弁142はフラッシュドラム50に接続されており、フラッシュドラム50は0.1～8MPa程度の圧力条件、250～430℃程度の温度条件下でフラッシュ蒸留を行い、重質油分とこの重質油分中に溶解した水や軽質留分とを分離するフラッシュ部としての役割を果たす。ここで、反応器10内にて軽質油分から分離された重質油分中には、軽質油分に相当する留分が一部含まれており、この軽質留分を回収することにより合成原油の増産を図っている。フラッシュドラム50に接続された510は、フラッシュドラム50にて重質油分から分離された軽質留分と水との混合流体を下流側のセパレーター70へと送り出すフラッシュ流体ライン510であり、軽質

留分と水との混合流体を40～100℃程度に冷却するための熱交換器などからなる冷却器511が介設されている。また、520は水と分離された重質油分を例えばボイラー燃焼用の残渣油として残渣油タンク84に抜き出すための残渣油ラインである。

[0061] 前記残渣油ライン520にはフラッシュドラム50から抜き出された重質油分の全量または一部を、低圧セパレーター40側から抜き出された軽質油分と混合して合成原油タンク82へと送り出すための合成原油混合ライン530が分岐して設けられている。合成原油混合ライン530は、図5に示すように低圧セパレーター40からの合成原油ライン420に接続し、接続部の下流側に図4に示したインラインミキサー23を設けて軽質油分に重質油分を混合し、合成原油を製造する構成などを例示できる。この場合には、合成原油ライン420と合成原油混合ライン530との合流部が、図1に示した混合部2に相当する。軽質油分に重質油分を混合することにより、ボイラー燃料と比べて付加価値の高い合成原油の収率を向上させることができる。

[0062] フラッシュ流体ライン510の下流には、フラッシュ蒸留により重質油分から分離された流体を軽質留分と水とに分離するための第1の分離部であるセパレーター70が設けられている。セパレーター30の上部側には軽質留分を抜き出す軽質留分ライン710が設けられており、この軽質留分ライン710は、既述の低圧セパレーター40から軽質油分を払い出す合成原油ライン420に接続されている。これにより、重質油分から回収された軽質留分が合成原油の原料として軽質油分に混合される。この観点で、軽質留分ライン710と合成原油ライン420との合流部は、本例の軽質分混合部に相当している。また、セパレーター70の下部側には、セパレーター70内で軽質留分から分離した水を分離水リサイクルライン430に向けて抜き出して水のリサイクルを行うためのドラム分離水ライン720が接続されている。

[0063] このように、フラッシュドラム50でフラッシュ蒸留を行い、重質油分とこの重質油分中に溶解した水や軽質留分とを分離した後で、合成原油ライン

420で、軽質留分を合成原油の原料として軽質油分に混合することで、フラッシュ蒸留しないで混合した場合と比して、重質油分からの脱水が容易になる。

[0064] また、比重差の大きい水と軽質留分を、高圧セパレーター30で油水分離することで、高圧セパレーター30で油水分離しないで、重質油分から回収した軽質油分を混合した後で油水分離した場合と比して、比重差が大きい脱水が容易になる。

[0065] 次に超臨界水用の水のリサイクル系統について説明すると、低压分離水リサイクルライン430の下流に設けられたリサイクル水タンク60は、低压セパレーター40にて軽質油分から分離された水、及びセパレーター70にて軽質留分から分離された水を受け入れる。リサイクル水タンク60内に集められた水は、超臨界水供給ライン120に再供給される。ここで610はリサイクル水タンク60と超臨界水供給ライン120とを接続するリサイクル水ライン、611はリサイクル水タンク60から払い出された水を臨界圧力(22.1MPa)以上の例えば22.1MPa~40MPaに昇圧して超臨界水供給ライン120へ向けて送り出すためのリサイクル水ポンプである。また既述のようにリサイクル水ライン610には高圧セパレーター30にて分離された水をリサイクルするための高圧分離水ライン320が合流している。超臨界水として用いる水をリサイクル利用することによって新水の使用量を削減し、重質油の改質に必要な水の確保を容易にするとともに、環境負荷を小さくすることが可能となる。

[0066] [第2の構成例]

図6に示した改質油製造装置は、第1の相から抜き出された超臨界水との混合流体の状態の重質油分を、第2の相から抜き出された超臨界水との混合流体の状態の軽質油分に混合する点が、重質油分や軽質油分から水を分離してから混合を行う第1の構成例と異なっている。本例では、重質油分抽出ライン140より重質油分混合ライン150が分岐しており、この重質油分混合ライン150が軽質油分抽出ライン130に合流して混合部2を構成して



いる。

- [0067] 以上に説明した本実施の形態に係わる重質油改質装置によれば以下の効果がある。重質油を超臨界水と接触させて重質油分と軽質油分とに熱分解し、この軽質油分に重質油分を混合して改質油を製造するので、重質油分を混合しない場合に比べて高得率で改質油を得ることができる。
- [0068] また、重質油分中のコークスの生成が0～20重量%程度に抑えられる範囲で重質油の分解を行うことにより、反応器10内や重質油分系の配管内へのコークスの付着、堆積量を低減することができる。例えば複数のコークスドラムを設けるディレードコーカーなどのように、コークスの堆積に伴うコークスドラムの切り替えや、堆積したコークスの取り出しを行う必要がなく、簡素な構成で長期の連続運転が可能となる。
- [0069] ここで、混合部2の構成例は、合成原油ライン420に、合成原油混合ライン530を接続して水と分離された後の軽質油分に重質油分を連続混合する例(図5、図6)や、軽質油分抽出ライン130に重質油分混合ライン150を接続して超臨界流体との混合流体の状態以轻質油分に重質油分を連続混合する例(図7)に限られるものではない。例えば、図5に示した合成原油混合ライン530を設けず、残渣油ライン520から残渣油タンク84へと重質油分の全量を払い出し、この残渣油ライン520から図3に示した混合タンク21へ向けて重質油分を払い出して軽質油分に混合する構成としてもよい。
- [0070] この他、重質油分からの軽質留分の回収を行わない場合には、図5～図7に示したセパレーター70の設置は省略してもよい。この場合にはフラッシュドラム50は、重質油分から水分だけをフラッシュさせるのに好適な条件、例えば圧力条件が0.4～1.0MPa程度の範囲、温度条件が200～350℃程度の範囲に調整される。そして、フラッシュドラム50から回収された水は、直接リサイクル水タンクに送られる。
- [0071] さらに、例えば図7に示した構成例のように、軽質分側のセパレーター40aで油水分離を行う前に重質油分の混合を行う場合などには、フラッシュ

ユドラム50の設置を省略してもよい。例えば改質油製造装置の近接のプラントにて残渣油をボイラー燃料として利用する場合には、第1の混合流体の降圧操作を行わずに残渣油中に水分が分散した状態のままボイラー燃料とすることにより、残渣油の粘度をさらに低下させて残渣油をよりハンドリングし易くすることが可能となる。また、残渣油中に分散した水の効果によりボイラー燃料として使用する際のベーパーライズが促進されて、ボイラーにおける燃焼性を改善することもできる。

[0072] そして上述の実施の形態においては、改質油製造装置にて改質される重質油はオイルサンドビチューメンやオリノコータルなどの超重質原油を処理する場合について説明したが、本改質油製造装置にて処理可能な重質油は原油に限られない。例えば常圧蒸留残渣油や減圧蒸留残渣油の改質処理を行う場合についても本発明の技術的範囲に含まれる。

### 実施例

[0073] [実験1]

上述の改質油製造装置をモデルとした試験装置を製作し、重質油の改質実験を行った。

[0074] A. 実験条件

本装置では第1の混合流体の滞留時間 $\theta_{pitch}$ は反応器10からの残渣油の抜き出し量 $F_{pitch}$ 、第2の混合流体の滞留時間 $\theta_{Lt}$ は超臨界水の供給量 $F_{win}$ にて制御した。重質油としては(表1)に示す性状のカナダ産のオイルサンドビチューメンを使用した。

(表1)

密度(g/cm <sup>3</sup> )	1.012
動粘度@40°C(m <sup>2</sup> /s)	1.7×10 <sup>-2</sup>

[0075] (実施例1)

以下の条件で実験を行った。

反応器10内の反応温度：430°C

反応器10内の反応圧力：25MPa

水/油重量比：1.0

第1の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$ ：95分

第2の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$ ：2.3分

(実施例2)

反応器10内の反応温度：450℃

第1の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$ ：4.9分

第2の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$ ：11分

とした他は(実施例1)同様の条件で実験を行った。

(実施例3)

水/油重量比：0.5

第1の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$ ：32分

第2の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$ ：25分

とした他は(実施例1)同様の条件で実験を行った。

(実施例4)

第1の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$ ：67分

第2の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$ ：1.8分

とした他は(実施例1)同様の条件で実験を行った。

(比較例1)

第1の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$ ：105分

第2の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$ ：1.1分

とした他は(実施例1)同様の条件で実験を行った。

各実施例、比較例の実験条件を(表2)にまとめた。

(表2)

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
反応器温度(℃)	430	450	430	430	430
反応器圧力(MPa)	25	25	25	25	25
水/油重量比	1.0	1.0	0.5	1.0	1.0
第1の混合流体の滞留時間 $\theta_{Pitch}$ (分)	95	4.9	32	67	105
第2の混合流体の滞留時間 $\theta_{Lt}$ (分)	2.3	11	25	1.8	1.1

(表3)に各実施例、比較例におけるガス、合成原油(軽質油分)、残渣油(重質油分)の収率を示す。(表4)に合成原油性状、(表5)に残渣油性状を示す。本実験では軽質油分への重質油分の混合は実施していない。

(表3)

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
ガス収率(重量%)	4	2	3	1	-
合成原油収率(重量%)	74	60	63	63	-
残渣油収率(重量%)	22	38	34	36	コーキング発生

(表4)

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
密度(g/cm <sup>3</sup> )	0.916	0.915	0.911	0.918	-
動粘度@10°C(m <sup>2</sup> /s)	2.6×10 <sup>-5</sup>	2.0×10 <sup>-5</sup>	1.6×10 <sup>-5</sup>	2.8×10 <sup>-5</sup>	-

(表5)

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
密度(g/cm <sup>3</sup> )	1.173	1.100	1.116	1.101	-
動粘度@310°C(m <sup>2</sup> /s)	1.8×10 <sup>-5</sup>	1.2×10 <sup>-5</sup>	1.2×10 <sup>-5</sup>	1.4×10 <sup>-5</sup>	-

[0077] また(実施例1)で使用したものと同一オイルサンドピッチュメンをビスブレーカー試験、ディレードコーカー試験にて処理した結果得られた各留分の得率を(実施例1、2)の結果と比較した結果を(表6)に示す。なお、(実施例1、2)は、合成原油と残渣ウエハの得率を合成して沸点540°C以下のVGO留分と沸点が540°Cより高いVR留分とに換算して示してあるので、(表3)に示した得率とは一致しない場合がある。

(表6)

		実施例-1	実施例-2	ディレードコーカー	ビスブレーカー
ガス	[wt%]	3	2	7	2
液体	VGO留分 [wt%]	74	67	75	64
	VR留分 [wt%]	22	31	0	32
コークス	[wt%]	0	0	19	2

[0078] (実験1)の結果によれば、実施例2( $\theta_{Pitch}$ : 4.9分)→実施例3(同: 3.2分)→実施例1(同: 9.5分)と第1の滞留時間 $\theta_{Pitch}$ を長くするに連れて、残渣油収率が低下する一方、合成原油収率が上昇する結果が得られている。また、 $\theta_{Pitch}$ が105分の比較例1ではコークスの発生(コーキング)が観察された。ここで第1の滞留時間 $\theta_{Pitch}$ が実施例3よりも長い実施例4( $\theta_{Pitch}$ : 6.7分)において残渣油収率が実施例3よりも高くなる一方、合成原

油収率が実施例 3 と同程度となった理由は明らかでないが、変動誤差の影響ではないかと考える。

[0079] またガス収率についてみると、ガス収率が最も多かった実施例 1 ( $\theta_{L_t}$ : 2.3 分) を除いて、実施例 4 (同: 1.8 分) → 実施例 2 (同: 1.1 分) → 実施例 3 (同: 2.5 分) の順に、第 2 の滞留時間  $\theta_{L_t}$  を長くするに連れてガスの収率が增大する傾向が見られる。第 2 の滞留時間  $\theta_{L_t}$  が 2 番目に短い実施例 1 においてガスの収率が 4 重量% と最大になった理由は明らかでないが、これも変動誤差の影響ではないかと考える。

[0080] そして (表 4) に示した合成原油の動粘度の計測結果によれば、各実施例において、10°C において最大でも  $2.8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  (28 cSt) (規格値  $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$  (5000 cSt)) と、実用上問題のない動粘度の合成原油が得られた。ここで実施例 4 ( $\theta_{L_t}$ : 1.8 分) → 実施例 1 (同: 2.3 分) → 実施例 2 (同: 1.1 分) → 実施例 3 (同: 2.5 分) と第 2 の滞留時間  $\theta_{L_t}$  を長くするにつれて合成原油の動粘度が低下する傾向が見られる。これは第 2 の滞留時間を長くするに従って、軽質油分の分解が進行した結果ではないかと考えられる。このことは、第 2 の滞留時間が長くなるに従って合成原油の密度が小さくなっていることから確認できる。

[0081] 次いで (表 5) に示した残渣油の動粘度の計測結果によれば、各実施例において、310°C において最大でも  $1.8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  (18 cSt) と、実用上問題のない動粘度の残渣油が得られた。当該残渣油を 350°C まで加熱した場合には、動粘度はさらに小さくなる。そして、実施例 2 ( $\theta_{Pitch}$ : 4.9 分)、実施例 3 (同: 3.2 分) → 実施例 4 (同: 6.7 分) → 実施例 1 (同: 9.5 分) の順に第 1 の滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を長くするに従って、残渣油の動粘度が増大する傾向が見られる。これは第 1 の滞留時間を長くするに従って、重質油分中に溶解する超臨界水のケージ効果に抗して重質油分の重合が進行した結果ではないかと考えられる。このことは、第 1 の滞留時間が長くなるに従って残渣油の密度が大きくなっていることから確認できる。

[0082] 実施例 1 ~ 4 及び比較例 1 の結果を総合すると、オイルサンドピチュメン

を原料の重質油としたとき、第1の滞留時間 $\theta_{Pitch}$ については、およそ3分以上、95分以下の範囲であれば、コークスの発生を抑えつつ、310°Cにおける動粘度が $1.8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  (18 cSt) 以下となって、ハンドリングの容易な残渣油が得られることが分かる。また、第2の滞留時間 $\theta_{Lt}$ については、およそ1分以上、25分以下の範囲において、ガスの生成を4質量%程度以下に抑え、10°Cにおける動粘度が $2.8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  (28 cSt) 以下の合成原油が得られるといえる。

[0083] また(表6)に示した結果によれば、コークスの生成が抑えられている一方、VGO留分の得率がビスブレーカーよりも高くなっており、実施例1ではディレードコーカーと同程度のVGO留分得率が得られている。このことから、超臨界水を利用した重質油の熱分解は、第1、第2の滞留時間を適切に制御することにより、コークスやガスの発生を抑えつつ、高得率でVGO留分(軽質油分)を得ることが可能な熱分解プロセスであることが分かる。

[0084] [実験2]

[実験1]と同様の実験装置の反応器1に内部観察用の覗き窓を設け、容器内の流体が第1の相と第2の相とに分離し、界面が形成されることを確認した。目視の結果、反応器1の下部側には、重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第1の相と、超臨界水とこの超臨界水中に抽出された軽質油分とからなる第2の相とが確認された。

[0085] [実験3]

重質油の改質実験にて得られた重質油分、軽質油分を混合して合成原油を製造する実験を行った。

[0086] A. 実験条件

実験1と同様の実験装置にて、第1の混合流体の滞留時間 $\theta_{Pitch}$ 、第2の混合流体の滞留時間 $\theta_{Lt}$ を変化させて(表1)に示した性状のオイルサンドビチューメンを処理した。得られた軽質油分及び重質油分の性状に基づいて、軽質油分への重質油分の混合可能量を検討した。反応器10内の反応温度は430°C、反応温度は25MPa、水/油比は1で一定とした。

(実施例 3-1)

第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を 9.7 分、第 2 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  を 6.7 分とし、合成原油の API 比重が 21.0° となるように、軽質油分への重質油分の混合可能量を求めた。

(実施例 3-2)

第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を 25.7 分、第 2 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  を 7.7 分とした点以外は (実施例 3-2) と同様の実験を行った。

(実施例 3-3)

第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を 37.7 分、第 2 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Lt}$  を 4.0 分とした点以外は (実施例 3-2) と同様の実験を行った。

(表 7) に実施例の実験条件をまとめて示す。

(表 7)

	実施例 3-1	実施例 3-2	実施例 3-3
原料油	オイルサフトピナユメン		
反応温度 [°C]	430		
反応圧力 [MPa]	25		
第 1 の混合流体の滞留時間 [分]	9.7	25.7	37.7
第 2 の混合流体の滞留時間 [分]	6.7	7.7	4.0

[0087] B. 実験結果

実施例 3-1 ~ 3-3 の実験にて得られた軽質油分、重質油分、ガスの収率、並びに軽質油分、重質油分の密度と API 比重を (表 8) に示す。また、合成原油の製品規格を API 比重 21.0 に設定したときの軽質油分及び重質油分の混合割合、合成原油の収率を (表 9) に示す。

[0088] (表 8)

		実施例3-1	実施例3-2	実施例3-3
軽質油分[重量%]		38.5	43.3	59.8
重質油分[重量%]		61.5	55.2	38.5
ガス[重量%]		0.0	1.5	1.7
密度	軽質油分[g/cc]	0.925	0.924	0.910
	重質油分[g/cc]	1.069	1.072	1.130
API比重	軽質油分[°]	21.5	21.6	24.0
	重質油分[°]	0.9	0.5	-6.3

(表 9)

		実施例3-1	実施例3-2	実施例3-3
密度[g/cc]		0.928		
API比重[°]		21		
軽質油分混合割合[重量%]		98.0	97.4	91.9
重質油分混合割合[重量%]		2.0	2.6	8.1
合成原油収率[重量%]		39.3	44.5	65.1

[0089] (表 8) に示した実験結果によれば、第 1 の混合流体の滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を長くするにつれて、軽質油分の収率が増加すると共に、性状は軽質化（密度が小さくなり、API 比重が大きくなる）する傾向が見られた。一方で、重質油分の収率は、滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を長くすると共に低下し、性状は重質化（密度が大きくなり、API 比重が小さくなる）した。滞留時間  $\theta_{Pitch}$  を長くするにつれて、第 1 の相における重質油の熱分解が進行して軽質油分の収率が上がる一方、熱分解しにくい留分が残ることにより重質油分が重質化したものと考えられる。

[0090] 実施例 3-1 ~ 3-3 にて得られた軽質油分に重質油分を混合して合成原油を製造する検討を行った。

実施例 3-1 では、合成原油中の重質油分の混合割合を 2.0 重量%として、合成原油収率を 39.3 重量%とすることができた。これは、(表 7) に示した軽質油分の収率 (38.5 重量%) に比べて合成原油の収率を 0.8 重量%増産できたことを示している。また、実施例 3-2 では、合成原油中の重質油分の混合割合を 2.6 重量%として、合成原油の収率を 44.5 重量%とすることができた。これは、(表 7) に示した軽質油分の収率 (43.3 重量%) に比べて合成原油の収率を 1.2 重量%増産できたことを示している。さらに、実施例 3-3 では、合成原油中の重質油分の混合割合を



8. 1重量%として、合成原油の収率を65.1重量%とすることができた。これは、(表7)に示した軽質油分の収率(59.8重量%)に比べて合成原油の収率を5.3重量%増産できたことを示している。実施例3-1~3-3で得られた合成原油のいずれにも相溶性の問題はなく、重質油を超臨界水と接触させて重質油分と軽質油分とに熱分解し、この軽質油分に重質油分を混合することにより合成原油(改質油)を製造できることが確認できた。

### 符号の説明

[0091]	10	反応器
	110	重質油供給ライン
	112	流量調節弁
	120	超臨界水供給ライン
	122	流量調節弁
	130	軽質油分抽出ライン
	131	圧力調整弁
	140	重質油分抽出ライン
	142	流量調節弁
	2	混合部
	30	高圧セパレーター
	40	低圧セパレーター
	50	フラッシュドラム
	60	リサイクル水タンク
	70	セパレーター
	9	制御部

## 請求の範囲

[請求項1]

反応部に重質油を供給する工程と、  
前記反応部に超臨界水を供給する工程と、  
前記反応部内を水の臨界点以上の温度、圧力に維持し、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油を熱分解する工程と、  
前記重質油が熱分解して得られた重質油分と前記重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第1の相を前記反応部の下部に、前記超臨界水と、前記超臨界水中に抽出された軽質油分とからなる第2の相を前記反応部の上部に、それぞれ形成する工程と、  
前記重質油分におけるコークスの形成を抑えるように、前記第1の相における第1の混合流体を、前記反応部の下部から抜き出す工程と、  
前記軽質油分からのガス生成を抑えるように、前記第2の相における第2の混合流体を、前記反応部の上部から抜き出す工程と、  
前記第2の混合流体の軽質油分に、前記第1の混合流体の重質油分を混合して、改質油を得る工程と、を含むことを特徴とする改質油の製造方法。

[請求項2]

前記第1の混合流体をフラッシュ蒸留して、前記第1の相の重質油分に含まれる軽質留分と水との混合蒸気と、残りの重質油分とに分離する工程と、  
前記混合蒸気を冷却して、軽質留分と水とに分離する工程と、  
前記第2の混合流体の軽質油分に、前記軽質留分を混合する工程と、  
を含み、  
前記改質油を得る工程では、前記フラッシュ蒸留後の重質油分が軽質油分に混合されることを特徴とする請求項1に記載の改質油の製造方法。

[請求項3]

前記第2の混合流体を、軽質油分と水とに分離する工程を含み、  
前記改質油を得る工程では、前記水と分離された後の軽質油分に重

質油分が混合されることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の改質油の製造方法。

[請求項4] 前記軽質油分への重質油分の混合量は、前記改質油に予め設定された比重または粘度の規格を満たす範囲内の量であることを特徴とする請求項 1～3 の何れか 1 項に記載の改質油の製造方法。

[請求項5] 前記第 1 の相における前記第 1 の混合流体の滞留時間は、  
i) 3 分以上、9 5 分以下の範囲内、  
ii) コークスの生成量が前記重質油分の 0 重量%以上、2 0 重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、  
iii) 3 5 0 °Cにおける前記重質油分の動粘度が  $3.0 \times 10^{-5} \text{ m}^2 / \text{ s}$  以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記第 1 の混合流体の抜き出し量を制御する工程を含むことを特徴とする請求項 1～4 の何れか 1 項に記載の改質油の製造方法。

[請求項6] 前記第 2 の相における前記第 2 の混合流体の滞留時間は、  
i) 前記軽質油分の過分解を抑えるため、前記第 2 の滞留時間を 1 分以上、2 5 分以下の範囲内、  
ii) 過分解によるガスの生成量が前記重質油の 0 重量%以上、5 重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、  
iii) 1 0 °Cにおける前記軽質油分の動粘度が  $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2 / \text{ s}$  以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記反応部への超臨界水の供給量を制御する工程を含むことを特徴とする請求項 1～5 の何れか 1 項に記載の改質油の製造方法。

[請求項7] 水の臨界点以上の温度、圧力に維持され、重質油と超臨界水とを接触させて、当該重質油の熱分解を進行させつつ、この重質油が熱分解して得られた重質油分とこの重質油分中に溶解した超臨界水とからなる第 1 の相を下部に、前記超臨界水と、前記超臨界水中に抽出された

軽質油分とからなる第2の相を上部に形成する反応部と、

前記重質油分におけるコークスの形成を抑えるように、前記第1の相における重質油分及び当該重質油分中に溶解した超臨界水の第1の混合流体を、前記反応部の下部から抜き出す第1の流量調節部と、

前記軽質油分からのガス生成を抑えるように、前記第2の相における第2の混合流体を、前記反応部の上部から抜き出す第2の流量調節部と、

前記反応部の上部から抜き出された前記第2の混合流体の軽質油分に、前記第1の混合流体の重質油分を混合して、改質油を得る混合部と、

を備えることを特徴とする改質油製造装置。

[請求項8] 前記第1の混合流体をフラッシュ蒸留して、前記第1の相の重質油分に含まれる軽質留分と水との混合蒸気と、残りの重質油分とに分離するためのフラッシュ部と、

前記混合蒸気を冷却して、軽質留分と水とに分離するための第1の分離部と、

前記第2の混合流体の軽質油分に、前記軽質留分を混合するための軽質留分混合部と、を備え、

前記混合部では、前記フラッシュ蒸留後の重質油分が軽質油分に混合されることを特徴とする請求項7に記載の改質油製造装置。

[請求項9] 前記第2の混合流体を、軽質油分と水とに分離するための第2の分離部を備え、

前記混合部では、前記水と分離された後の軽質油分に重質油分が混合されることを特徴とする請求項7又8に記載の改質油製造装置。

[請求項10] 前記軽質油分への重質油分の混合量は、前記改質油に予め設定された比重または粘度の規格を満たす範囲内の量であることを特徴とする請求項7～9の何れか1項に記載の改質油製造装置。

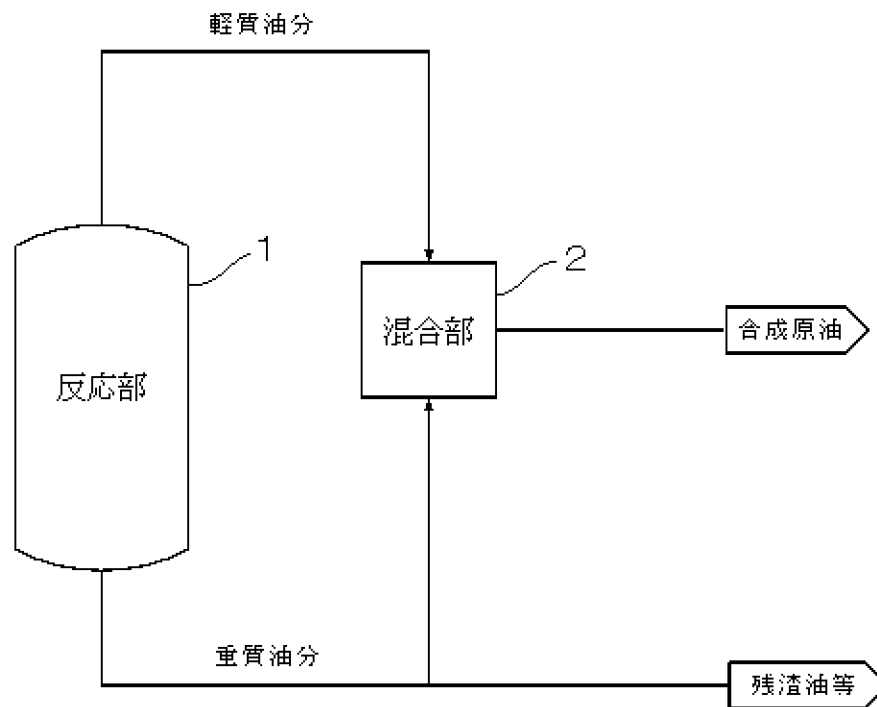
[請求項11] 前記第1の相における前記第1の混合流体の滞留時間が、

- i) 3分以上、95分以下の範囲内、
- ii) コークスの生成量が前記重質油分の0重量%以上、20重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、
- iii) 350°Cにおける前記重質油分の動粘度が $3.0 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記第1の混合流体の抜き出し量を制御する制御部を備えることを特徴とする請求項7～10の何れか1項に記載の改質油製造装置。

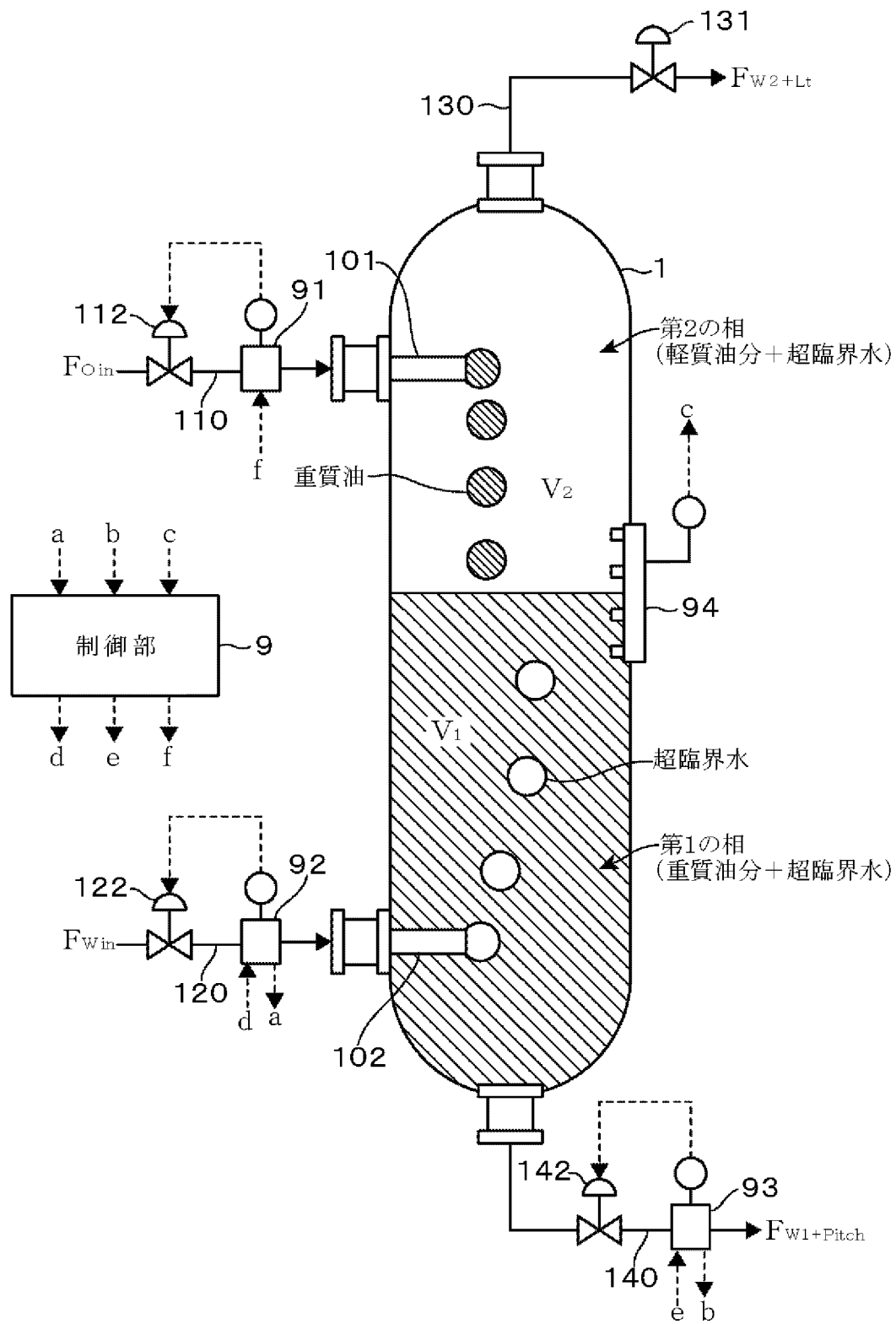
[請求項12]

- 前記第2の相における前記第2の混合流体の滞留時間が、
- i) 前記軽質油分の過分解を抑えるため、前記第2の滞留時間を1分以上、25分以下の範囲内、
  - ii) 過分解によるガスの生成量が前記重質油の0重量%以上、5重量%以下となる範囲内で前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、
  - iii) 10°Cにおける前記軽質油分の動粘度が $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下となるまで前記重質油の熱分解を進行させる滞留時間、の何れかとなるように、前記反応部への超臨界水の供給量を制御する制御部を備えることを特徴とする請求項7～11の何れか1項に記載の改質油製造装置。

[図1]

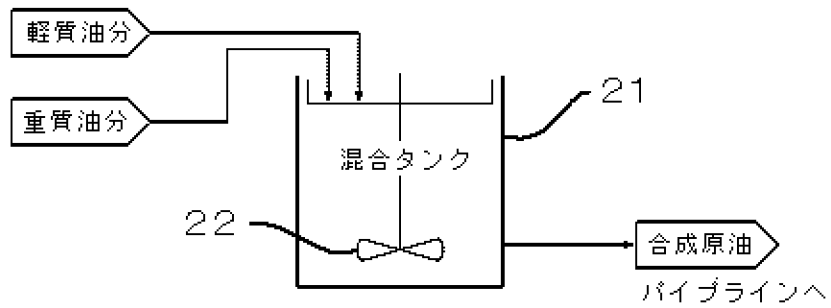


[図2]



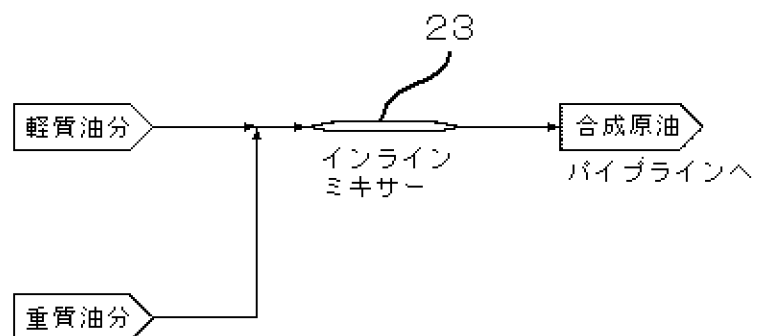
[図3]

## タンク内混合ケース



[図4]

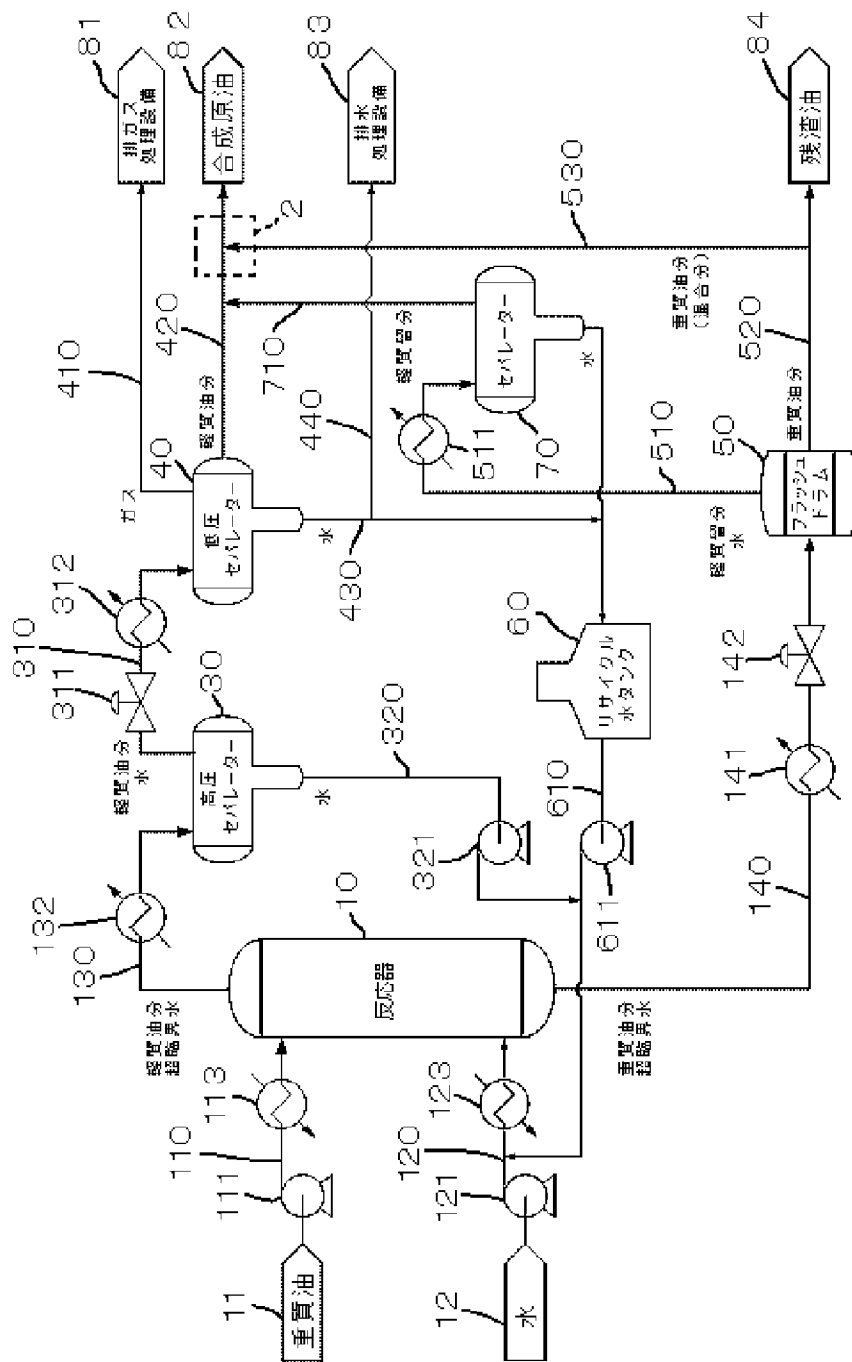
## 配管内混合ケース



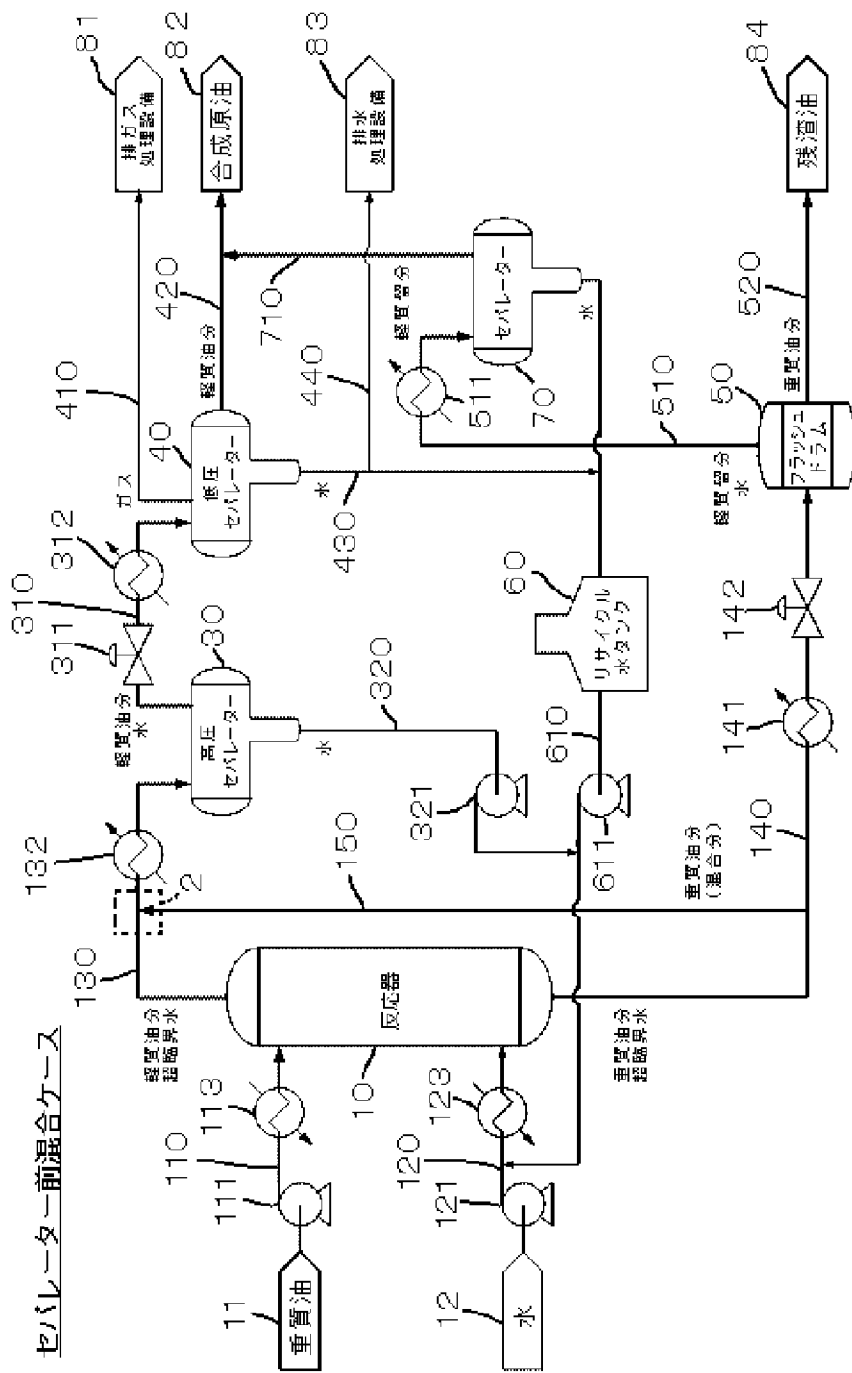


[図5]

セパレーター後混合ケース



[図6]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/002297

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10G31/08(2006.01)i, C10G9/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10G31/08, C10G9/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2011

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JST7580 (JDreamII)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Masaru WATANABE et al., J. of Supercritical Fluids, 2010, p.48-52	1-12
A	Yuma SAKAMOTO et al., Sekiyu · Sekiyu Kagaku Toronkai Koen Yoshi, 2009, page 181	1-12
A	Shinsuke KOKUBO et al., J. Jpn. Petrol. Inst., 2008, Vol.51, No.5, p.309-314	1-12
A	JP 2008-297443 A (Japan Energy Corp.), 11 December 2008 (11.12.2008), entire text (Family: none)	1-12

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
27 May, 2011 (27.05.11)Date of mailing of the international search report  
07 June, 2011 (07.06.11)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/002297

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2009/082585 A2 (SAUDI ARABIAN OIL CO.), 02 July 2009 (02.07.2009), entire text & US 2009/0139715 A1	1-12
A	JP 2008-297466 A (Japan Energy Corp.), 11 December 2008 (11.12.2008), entire text (Family: none)	1-12
A	JP 2003-49180 A (Hitachi, Ltd.), 21 February 2003 (21.02.2003), entire text (Family: none)	1-12
E,X	JP 2011-88964 A (JGC Corp. et al.), 06 May 2011 (06.05.2011), claims; fig. 1 to 3 (Family: none)	1-12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. C10G31/08(2006.01)i, C10G9/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野  
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. C10G31/08, C10G9/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの  
 日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2011年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2011年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2011年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)  
 JSTPlus/JST7580(JDreamII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	Masaru WATANABE, 外 4 名, J. of Supercritical Fluids, 2010, p. 48-52	1-12
A	坂本裕馬, 外 5 名, 石油・石油化学討論会講演要旨, 2009, p. 181	1-12
A	Shinsuke KOKUBO, 外 5 名, J. Jpn. Petrol. Inst., 2008, Vol. 51, No. 5, p. 309-314	1-12

C 欄の続きにも文献が列挙されている。  パテントファミリーに関する別紙を参照。

<p>* 引用文献のカテゴリー                  「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの                  「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの                  「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)                  「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献                  「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</p>	<p>の日の後に公表された文献                  「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの                  「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの                  「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの                  「&amp;」同一パテントファミリー文献</p>
---	---

国際調査を完了した日 27.05.2011	国際調査報告の発送日 07.06.2011
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号	特許庁審査官 (権限のある職員) 藤代 亮	4V	3850
	電話番号 03-3581-1101 内線 3483		

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2008-297443 A (株式会社ジャパンエナジー) 2008. 12. 11, 全文 (ファミリーなし)	1-12
A	WO 2009/082585 A2 (SAUDI ARABIAN OIL COMPANY) 2009. 07. 02, 全文 & US 2009/0139715 A1	1-12
A	JP 2008-297466 A (株式会社ジャパンエナジー) 2008. 12. 11, 全文 (ファミリーなし)	1-12
A	JP 2003-49180 A (株式会社日立製作所) 2003. 02. 21, 全文 (ファミリーなし)	1-12
E, X	JP 2011-88964 A (日揮株式会社, 外 1 名) 2011. 05. 06, 【特許請求の範囲】, 【図 1】 - 【図 3】 (ファミリーなし)	1-12