

明 細 書

発明の名称：

ワックスの製造方法、ワックス、潤滑油基油の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ワックスの製造方法、ワックス、及び潤滑油基油の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 従来から、ワックス含有原料の水素化処理、水素化脱蠟及び水素化精製によって、潤滑油基油を製造する方法が知られている（例えば、特許文献1）。このワックス含有原料には、例えば、石油精製の過程で得られるスラックワックス等が用いられている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特表2006-502297号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] スラックワックスは、石油留分の溶剤脱蠟によって回収されるワックス分であるが、溶剤脱蠟には、多量の溶剤を必要とすること、極めて低温での作業が必要であること、さらにノルマルパラフィンの含有比率を向上させようとする収率が著しく低下すること等の課題がある。

[0005] 本発明は、新たなワックスの製造方法、当該製造方法により得られるワックス、及び当該ワックスを用いた潤滑油基油の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明の一側面は、10%容量留出温度が300℃以上の炭化水素油に低温流動性向上剤を添加して得られる混合油から、5～40℃の温度条件にて

第一の固形物を析出させる第一の析出工程と、第一の固形物を、固液分離方法により第一の非透過分として回収する第一の分離工程と、を備えるワックスの製造方法に関する。

- [0007] 上記製造方法の一態様において、混合油の流動点は20℃以下であってよい。
- [0008] 上記製造方法の一態様において、第一の分離工程により分離される第一の透過分の流動点は、炭化水素油の流動点より5℃以上低くてもよい。
- [0009] 上記製造方法の一態様において、第一の固形物は、炭素数18以上のノルマルパラフィンを40容量%以上含んでいてもよい。
- [0010] 上記製造方法の一態様は、第一の固形物を、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン及びトルエンからなる群より選択される少なくとも一種の溶剤にて洗浄する第一の洗浄工程をさらに備えていてよい。
- [0011] 上記製造方法の一態様において、第一の洗浄工程後の第一の固形物は、炭素数20以上のノルマルパラフィンを80容量%以上含んでいてもよい。
- [0012] 上記製造方法の一態様は、第一の固形物を、40℃以上のノルマルペンタン及びノルマルヘキサンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む溶剤に溶解した溶液に、2-プロパノール、2-ブタノン及びアセトンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む溶剤を添加し、第二の固形物を析出させる第二の析出工程と、第二の固形物を、固液分離方法により第二の非透過分として回収する第二の分離工程と、をさらに備えていてもよい。
- [0013] 上記製造方法の一態様は、第二の固形物を、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン及びトルエンからなる群より選択される少なくとも一種の溶剤にて洗浄する第二の洗浄工程をさらに備えていてもよい。
- [0014] 上記製造方法の一態様において、第二の洗浄工程後の第二の固形物は、炭素数20以上のノルマルパラフィンを90容量%以上含んでいてもよい。

- [0015] 上記製造方法の一態様において、低温流動性向上剤は、エチレンー酢酸ビニル共重合体、ポリアルキルメタクリレート、アルケニルコハク酸イミド、ポリアルキレンオキシド脂肪酸エステル、ポリアルキルアクリレート、アルキルナフタレン及びデンドリマーからなる群より選択される少なくとも一種であってもよい。
- [0016] 上記製造方法の一態様において、固液分離方法は、0℃超の温度条件にて孔径2 μm 以上のフィルターを用いたろ過又は遠心分離により実施されてもよい。
- [0017] 本発明の一側面は、また、軽油用の低温流動性向上剤を含むワックスに関する。
- [0018] 上記ワックスの一態様において、低温流動性向上剤の含有量は0.01～5質量%であってもよい。
- [0019] 上記ワックスの一態様において、低温流動性向上剤がエチレンー酢酸ビニル共重合体を含んでいてもよい。
- [0020] 本発明の一側面は、また、上記製造方法により製造されたワックスから、潤滑油基油を得る基油製造工程を備える、潤滑油基油の製造方法に関する。

発明の効果

- [0021] 本発明によれば、新たなワックスの製造方法、当該製造方法により得られるワックス、及び当該ワックスを用いた潤滑油基油の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

- [0022] [図1]一実施形態のワックスの製造方法を示すフロー図である。

発明を実施するための形態

- [0023] 以下、本発明の好適な実施形態について説明する。
- [0024] [ワックスの製造方法]

本実施形態のワックスの製造方法は、10%容量留出温度が300℃以上の炭化水素油に低温流動性向上剤を添加し、5～40℃の温度条件にて第一の固形物を析出させる第一の析出工程と、第一の固形物を、固液分離方法に

より第一の非透過分として回収する第一の分離工程と、を備える。

[0025] 図1は、一実施形態のワックスの製造方法を示すフロー図である。例えば同フロー図には、原料を混合して混合油（析出物を含む）を調製するミキサー10と、ミキサー10から供給される混合油から第一の透過分及び第一の非透過分を分離する固液分離器11と、が示されている。また、同図には、混合油を固液分離器11に供給する流路L0と、固液分離器11で分離された第一の透過分を抜き出す流路L10及び第一の非透過分を抜き出す流路L11と、が示されている。

[0026] <第一の析出工程>

第一の析出工程では、炭化水素油に低温流動性向上剤を添加して混合油を調製し、5～40℃の温度条件にて第一の固形物を析出させる。炭化水素油の10%容量留出温度は300℃以上であるが、好ましくは320℃以上である。なお、炭化水素油の90%容量留出温度は、好ましくは480℃以下であり、より好ましくは460℃以下である。炭化水素油の留出温度はJIS（日本工業規格）K2254（石油製品－蒸留試験方法）により求めることができる。炭化水素油は、例えば、重質軽油に由来するものであってよい。このような炭化水素油を用いることで、潤滑油基油工程で用いるワックスを安価に必要量確保することができる。なお、本実施形態において、析出工程は溶剤の不存在下で実施される。

[0027] 炭化水素油はノルマルパラフィンを含む。ここで、ノルマルパラフィンとは直鎖状飽和炭化水素をいう。炭化水素油におけるノルマルパラフィンの含有比率は、特に限定されないが、例えば5%以上であってよく、好ましくは7%以上であり、より好ましくは10%以上である。また、炭化水素油におけるノルマルパラフィンの含有比率は、例えば20%以下であってよく、好ましくは17%以下であり、より好ましくは15%以下である。ノルマルパラフィン含有量は、無極性カラムとFID（水素炎イオン化検出器）を装着し、所定の温度プログラムで作動させたガスクロマトグラフより定量した含有量であり、またガスクロマトグラフとは、

試料中の各組成物の物性（沸点、極性等）を利用して各組成物を分離・定量分析する分析手法のことである。例えば、以下のようにして求めることができる。まず、ガスクロマトグラフによって試料中のノルマルパラフィン分を各炭素数ごとにそれぞれのピークとして分離測定する。得られた各炭素数のノルマルパラフィンの面積をノルマルパラフィン以外の成分を含めた全成分の、ただし溶剤に希釈や溶解して分析した場合はその溶剤のピーク面積を除いた総面積で除し、各炭素数のノルマルパラフィンの含有量を面積％で求め、この値を容量％とする。

[0028] 炭化水素油において、ノルマルパラフィンの平均炭素数は、23以上であることが好ましく、25以上であることがより好ましい。また、炭化水素油において、ノルマルパラフィンの平均炭素数は、28以下であることが好ましく、27以下であることがより好ましい。

[0029] 炭化水素油において、炭素数20以上のノルマルパラフィンの含有比率は、特に限定されないが、例えば7容量％以上であってよく、好ましくは8容量％以上であり、より好ましくは9容量％以上である。また、炭化水素油における炭素数25以上のノルマルパラフィンの含有比率は、例えば3容量％以上であってよく、好ましくは4容量％以上であり、より好ましくは5容量％以上である。

[0030] 炭化水素油は、ノルマルパラフィン以外の他の炭化水素化合物を更に含有していてよい。他の成分としては、例えば、イソパラフィン、シクロパラフィン、芳香族分等が挙げられる。

[0031] 炭化水素油は、硫黄分を含有していてもよい。硫黄分の含有量は、例えば5質量％以下であってよく、好ましくは3質量％以下である。また、硫黄分の含有量は、0であっていてもよいが、例えば0.01質量％以上であっててもよく、0.1質量％以上であっててもよい。硫黄分はJIS（日本工業規格）K2541-6（原油及び石油製品－硫黄分試験方法：紫外蛍光法）により求めることができる。

[0032] 原料炭化水素油としては、潤滑油基油原料となるワックス分を選択的に析

出させ、かつワックス析出後の炭化水素油の流動性を維持するという観点から、硫黄分2質量%以下かつ、炭素数23～27のノルマルパラフィン含有量から求めた線形回帰直線の傾き（Y）が0.03以上、0.08以下であるものを用いることが好ましい。上記線形回帰直線の傾き（Y）は、炭素数23～27のノルマルパラフィン含有量から求めたものである。ここで、ノルマルパラフィン含有量は、無極性カラムとFID（水素炎イオン化検出器）を装着し、所定の温度プログラムで作動させたガスクロマトグラフより定量した含有量であり、またガスクロマトグラフとは、試料中の各組成物の物性（沸点、極性等）を利用して各組成物を分離・定量分析する分析手法のことである。例えば、ある基材の線形回帰直線の傾きは、以下のようにして求めることができる。まず、ガスクロマトグラフによって試料中のノルマルパラフィン分を炭素数23～27それぞれのピークとして分離測定する。得られた各炭素数のノルマルパラフィンの面積をノルマルパラフィン以外の成分を含めた全成分の総面積で除し、各炭素数のノルマルパラフィンの含有量を容量%で求める。次いでこれらの各含有量をY軸に、X軸には炭素数23を4、炭素数24を3、炭素数25を2、炭素数26を1、炭素数27を0としてプロットし、これらのプロットに対する線形回帰直線を求めることにより、その基材の線形回帰直線の傾きYを特定することができる。

[0033] 低温流動性向上剤としては、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリアルキルメタクリレート、アルケニルコハク酸イミド、ポリアルキレンオキシド脂肪酸エステル、ポリアルキルアクリレート、アルキルナフタレン、オレフィンコポリマー、スチレンジエンコポリマー、デンドリマー等が挙げられる。これらのうち、油分含有量の少ないワックス分を析出させ、第一の分離工程で高収率で回収するという観点からは、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリアルキルメタクリレート及びポリアルキレンオキシド脂肪酸エステル（いずれも軽油用の低温流動性向上剤）が好ましく、エチレン-酢酸ビニル共重合体がより好ましい。これらは一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。

- [0034] エチレン-酢酸ビニル共重合体を用いる場合、その数平均分子量 (M_n) は、析出温度の観点から、好ましくは6000以下、より好ましくは1000~5000、さらに好ましくは2000~4000である。また、エチレン-酢酸ビニル共重合体中の酢酸ビニル含有率 (VA) は、ワックス成長抑制の観点から、好ましくは20質量%以上、より好ましくは25~60質量%、さらに好ましくは30~45質量%である。
- [0035] 数平均分子量 (M_n) は、JIS (日本工業規格) K7252 (プラスチック-サイズ排除クロマトグラフィーによる高分子の平均分子量及び分子量分布の求め方) により求めることができる。酢酸ビニル含有率 (VA) は、JIS (日本工業規格) K7192 (プラスチック-エチレン-酢酸ビニル樹脂 (EVA) -酢酸ビニル含有量の測定方法) により求めることができる。
- [0036] 炭化水素油に対する低温流動性向上剤の添加量は、ワックス回収率と炭化水素油の流動性向上という観点から、炭化水素油100質量部 (重量部) に対し0.01質量部以上であることが好ましく、0.025質量部以上であることがより好ましい。また、得られたワックス中のノルマルパラフィン以外の不純物濃度を下げるという観点からは、炭化水素油100質量部に対し0.06質量部以下であることが好ましく、0.05質量部以下であることがより好ましい。
- [0037] 炭化水素油に低温流動性向上剤を添加して得られる (第一の固形物を析出させる前の) 混合油の流動点は、濾過性の観点から、20℃以下であることが好ましく、15℃以下であることがより好ましい。なお、当該流動点の下限は特に限定されないが、例えば-5℃とすることができる。流動点はJIS (日本工業規格) K2269 (原油及び石油製品の流動点並びに石油製品曇り点試験方法) により求めることができる。
- [0038] 炭化水素油に低温流動性向上剤を添加した後、5~40℃の温度条件にて放置することで、混合油から第一の固形物が析出する。第一の固形物を析出させる際、必要に応じミキサーやガラス棒等による攪拌を行ってもよい。な

お、温度条件は、炭化水素油の流動性を維持し、析出した固形物の粒径を揃えるという観点から、15～25℃であることがより好ましい。

[0039] <第一の分離工程>

第一の析出工程により炭化水素油中に析出した第一の固形物を、固液分離方法により第一の非透過分として回収する。固液分離方法としては、0℃超の温度条件にて孔径2 μm 以上の固液分離膜を用いたろ過、又は遠心分離により実施する方法が挙げられる。前者の場合、ろ材として布、網、充填層、多孔性物質等を用いることができ、フィルタプレス、重力ろ過、加圧ろ過、真空ろ過、遠心ろ過等により固形物を分離することができる。布を構成する素材としては合成繊維、天然繊維、ガラス繊維等を用いることができ、具体的にはポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド、綿布等が挙げられる。網としては金属網を用いることができ、構成素材としては、具体的には炭素鋼、ステンレス鋼、モネルメタル、ニッケル、アルミニウム等が挙げられる。充填層を構成する素材としては砂、白土、活性炭等を用いることができる。多孔性物質としては焼結金属、多孔性グラファイト、無機膜（無機材料から形成される膜）等を含む分離膜を用いることができ、具体的にはステンレス鋼焼結体、シリカ膜、アルミナ膜、ゼオライト膜等を含む分離膜やガラスフィルターなどが挙げられる。孔径は光学顕微鏡など物理的測定法によって求めても良いし、保持粒子径（JIS（日本工業規格）Z8901で規定された7種粉体分散水を自然濾過した時、90%以上を保持できる粒子径）を用いても良い。後者の場合、分離板型、円筒型、デカンター型等の分離機により固形物を分離することができる。

[0040] 第一の分離工程により、ワックス分の含有比率の高い第一の非透過分と、ワックス分の含有比率の低い第一の透過分と、をそれぞれ得ることができる。第一の固形物は炭素数18以上のノルマルパラフィンを含む。第一の固形物における炭素数18以上のノルマルパラフィンの含有比率は、特に限定されないが、例えば40容量%以上であることが好ましく、60容量%以上であることがより好ましい。一方、第一の固形物における炭素数18以上

のノルマルパラフィンの含有比率は、例えば80容量%以下であってもよく、60容量%以下であってもよい。

[0041] 第一の透過分（炭化水素油）からは第一の固形物に含まれるワックス分（炭素数18以上のノルマルパラフィン等）が除かれているため、第一の透過分の流動点は低下する。第一の分離工程により分離される第一の透過分の流動点は、原料として用いた炭化水素油（原料炭化水素油）の流動点より5℃以上低下してもよく、10℃以上低下してもよい。

[0042] 第一の分離工程により得られる第一の固形物（ワックス）を、潤滑油基油を得る基油製造工程に供することができる。ただし、潤滑油基油製造に好適なワックスを得るべく、第一の固形物に対し、さらに第一の洗浄工程、又は第二の析出工程、第二の分離工程及び第二の洗浄工程を実施してもよい。

[0043] <第一の洗浄工程>

第一の洗浄工程では、第一の分離工程により得られる第一の固形物を溶剤で洗浄する。第一の洗浄工程に用いられる溶剤としては、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン、トルエン等が挙げられる。これらは一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。第一の洗浄工程後の第一の固形物（ワックス）は、炭素数20以上のノルマルパラフィンを80容量%以上、より好ましくは90容量%以上含むことができる。

[0044] <第二の析出工程及び第二の分離工程>

第二の析出工程では、第一の固形物を、40℃以上のノルマルペンタン及びノルマルヘキサンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む溶剤に溶解した溶液に、2-プロパノール、2-ブタノン及びアセトンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む溶剤を添加し、第二の固形物を析出させる。

[0045] 析出した第二の固形物は、第一の分離工程と同様にして、固液分離方法により第二の非透過分として回収される。固液分離方法の好適な態様は、第一の分離工程と同様である。

[0046] <第二の洗浄工程>

第二の洗浄工程では、第二の分離工程により得られる第二の固形物を溶剤で洗浄する。第二の洗浄工程に用いられる溶剤としては、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン、トルエン等が挙げられる。これらは一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。第二の洗浄工程後の第二の固形物（ワックス）は、炭素数20以上のノルマルパラフィンを含むことができる。

[0047] <ワックス>

本実施形態のワックスの製造方法により、固形物としてワックスを得ることができる。得られたワックスには、原料として用いた炭化水素油に添加した低温流動性向上剤が含まれ得る。

[0048] ワックスに含まれる低温流動性向上剤の含有量は、当初の添加量及び製造工程次第で変動するため特に制限されないが、0.01～5質量%とすることができ、0.1～5質量%であってもよく、1～3質量%であってもよい。低温流動性向上剤としてエチレン-酢酸ビニル共重合体を用いた場合は、当該含有量は0.01～5質量%とすることができ、0.03～3質量%であってもよく、0.05～1質量%であってもよく、0.05～0.5質量%であってもよい。

[0049] ワックスに含まれる低温流動性向上剤の含有量は、フーリエ変換赤外分光法（FT-IR）や、一段目に熱脱着（TD）-GC/MSを、二段目に瞬間熱分解（Py）-GC/MSを組み合わせたダブルショット法により測定することができる。

[0050] [潤滑油基油の製造方法]

本実施形態の潤滑油基油の製造方法は、上述したワックスの製造方法により製造されたワックスから、潤滑油基油を得る基油製造工程を備える。

[0051] <基油製造工程>

基油製造工程では、例えば、スラックワックスを原料油とした潤滑油基油

の製造方法と同様の方法で、ワックスから、潤滑油基油を製造することができる。

[0052] 基油製造工程は、例えば、水素化異性化触媒を用いてノルマルパラフィン
を異性化する異性化脱蠟を行う工程（異性化脱蠟工程）を含んでいてよい。

[0053] 水素化異性化触媒としては、異性化脱蠟に用いられる公知の水素化異性化
触媒を特に制限なく用いることができる。また、異性化脱蠟の条件は、例え
ば、公知の異性化脱蠟の条件と同様の条件であってよい。

[0054] 異性化脱蠟工程では、透過分を含む原料油を異性化脱蠟する工程であって
よく、原料油を後述の水素化処理工程に供して得られた被処理物を異性化脱
蠟する工程であってもよい。

[0055] 異性化脱蠟工程の好適な一態様を以下に示すが、異性化脱蠟工程は以下の
態様に限定されるものではない。

[0056] 本態様において、水素化異性化触媒は、結晶質又は非晶質のいずれの材料
を含んでもよい。結晶質材料としては、例えば、アルミノシリケート（ゼオ
ライト）又はシリコアルミノホスフェート（S A P O）を主成分とする、1
0又は12員環通路を有するモレキュラーシーブが挙げられる。ゼオライト
の具体例としては、Z S M-22、Z S M-23、Z S M-35、Z S M-
48、Z S M-57、フェリエライト、I T Q-13、M C M-68、M C
M-71等が挙げられる。また、アルミノホスフェートの例としては、E C
R-42が挙げられる。モレキュラーシーブの例としては、ゼオライトベ
ータ、M C M-68等が挙げられる。これらの中でも、Z S M-48、Z S M
-22及びZ S M-23から選ばれる1種又は2種以上を用いることが好ま
しく、Z S M-48が特に好ましい。モレキュラーシーブは好ましくは水素
形にある。水素化異性化触媒の還元は、異性化脱蠟の際にその場で起こり得
るが、予め還元処理が施された水素化異性化触媒を異性化脱蠟工程に供して
もよい。

[0057] また、水素化異性化触媒の非晶質材料としては、3族金属でドーピングされた
アルミナ、フッ化物化アルミナ、シリカーアルミナ、フッ化物化シリカーア

ルミナ、シリカーアルミナ等が挙げられる。

- [0058] 水素化異性化触媒の好ましい態様としては、二官能性、すなわち、少なくとも1つの6族金属、少なくとも1つの8～10族金属、又はそれらの混合物である金属水素添加成分が装着されたものが挙げられる。好ましい金属は、Pt、Pd又はそれらの混合物などの9～10族貴金属である。これらの金属の装着量は、触媒全量を基準として好ましくは0.1～30質量%である。触媒調製及び金属装着方法としては、例えば分解性金属塩を用いるイオン交換法及び含浸法が挙げられる。
- [0059] なお、モレキュラーシーブを用いる場合、異性化脱蠟条件下での耐熱性を有するバインダー材料と複合化してもよく、又は、バインダーなし（自己結合）であってもよい。バインダー材料としては、シリカ、アルミナ、シリカーアルミナ、シリカとチタニア、マグネシア、トリア、ジルコニア等の他の金属酸化物との二成分の組合せ、シリカーアルミナートリア、シリカーアルミナーマグネシア等の酸化物の三成分の組合せなどの無機酸化物が挙げられる。水素化異性化触媒中のモレキュラーシーブの量は、触媒全量を基準として、好ましくは10～100質量%、より好ましくは35～100質量%である。水素化異性化触媒は、噴霧乾燥、押出等の方法によって形成される。水素化異性化触媒は、硫化物化または非硫化物化した態様で使用するができ、硫化物化した態様が好ましい。
- [0060] 異性化脱蠟条件に関し、温度は好ましくは250～400℃、より好ましくは275～350℃であり、水素分圧は好ましくは791～20786 kPa（100～3000 psi）、より好ましくは1480～17339 kPa（200～2500 psi）であり、液空間速度は好ましくは0.1～10 hr⁻¹、より好ましくは0.1～5 hr⁻¹であり、水素／油比は好ましくは45～1780 m³/m³（250～10000 scf/B）、より好ましくは89～890 m³/m³（500～5000 scf/B）である。なお、上記の条件は一例であり、異性化脱蠟条件は、原料油、触媒、装置等の相違に応じて適宜選定することが好ましい。

- [0061] 異性化脱蠟工程では、ノルマルパラフィンが異性化された脱蠟油が得られる。本実施形態では、脱蠟油を蒸留等により所定の成分を分離して、潤滑油基油を得ることができる。また、脱蠟油を後述の水素化精製工程に供して、水素化精製工程を経た精製油から、潤滑油基油を得ることもできる。
- [0062] すなわち、基油製造工程は、異性化脱蠟工程により得られた被処理物（脱蠟油）について、水素化精製触媒を用いて水素化精製を行う工程（水素化精製工程）を更に含んでよい。
- [0063] 水素化精製工程で行われる水素化精製は、残留ヘテロ原子及び色相体の除去に加えて、オレフィン及び芳香族分を水素化により飽和することを目的とする、マイルドな水素化処理の一形態といえることができる。水素化精製触媒としては、水素化精製に用いられる公知の水素化精製触媒を特に制限なく用いることができる。また、水素化精製の条件は、例えば、公知の水素化精製の条件と同様の条件であってよい。水素化精製工程は、例えば、異性化脱蠟工程とカスケード式で実施してよい。
- [0064] 水素化精製工程の好適な一態様を以下に示すが、水素化精製工程は以下の態様に限定されるものではない。
- [0065] 本態様において、水素化精製触媒は、6族金属、8～10族金属又はそれらの混合物を金属酸化物担体に担持させたものであることが好ましい。好ましい金属としては、貴金属、特に白金、パラジウム及びそれらの混合物が挙げられる。金属の混合物を用いる場合、金属の量が触媒を基準にして30質量%もしくはそれ以上であるバルク金属触媒として存在してもよい。触媒の金属含有率は、非貴金属については20質量%以下、貴金属については1質量%以下が好ましい。また、金属酸化物担体としては、非晶質又は結晶質酸化物のいずれであってもよい。具体的には、シリカ、アルミナ、シリカーアルミナ又はチタニアのような低酸性酸化物が挙げられ、アルミナが好ましい。芳香族化合物の飽和の観点からは、多孔質担体上に比較的強い水素添加機能を有する金属が担持された水素化精製触媒を用いることが好ましい。
- [0066] 好ましい水素化精製触媒として、M41Sクラス又は系統の触媒に属する

メソ細孔性材料を挙げることができる。M41S系統の触媒は、高いシリカ含有率を有するメソ細孔性材料であり、具体的には、MCM-41、MCM-48及びMCM-50が挙げられる。かかる水素化精製触媒は15～100Åの細孔径を有するものであり、MCM-41が特に好ましい。MCM-41は、一様なサイズの細孔の六方晶系配列を有する無機の多孔質非層化相である。MCM-41の物理構造は、ストローの開口部（細孔のセル径）が15～100Åの範囲であるストローの束のようなものである。MCM-48は、立方体対称を有し、MCM-50は、層状構造を有する。MCM-41は、メソ細孔性範囲の異なるサイズの細孔開口部で製造することができる。メソ細孔性材料は、8族、9族または10族金属の少なくとも1つである金属水素添加成分を有してもよく、金属水素添加成分としては、貴金属、特に10族貴金属が好ましく、Pt、Pdまたはそれらの混合物が最も好ましい。

- [0067] 水素化精製の条件に関し、温度は好ましくは150～350℃、より好ましくは180～250℃であり、全圧は好ましくは2859～20786 kPa（約400～3000 psi）であり、液空間速度は好ましくは0.1～5 hr⁻¹、より好ましくは0.5～3 hr⁻¹であり、水素／油比は好ましくは44.5～1780 m³/m³（250～10,000 scf/B）である。なお、上記の条件は一例であり、水素化精製工程における水素化精製条件は、原料、処理装置の相違等に応じて適宜選定することが好ましい。
- [0068] 水素化精製工程で得られた被処理物（精製油）は、必要に応じて、蒸留等により所定の成分を分離して、潤滑油基油を得ることができる。
- [0069] 本実施形態において、基油製造工程は、異性化脱蠟工程の前に、原料油を水素化処理する工程（水素化処理工程）を更に含んでいてよい。水素化処理は、水素化処理触媒を用いて行われ、水素化処理によって得られた被処理物は、異性化脱蠟工程に供される。
- [0070] 水素化処理工程は、異性化脱蠟工程に用いられる水素化異性化触媒の性能低下を避けるため、原料油から硫黄分及び窒素分を除去する工程であってよ

い。また、水素化処理工程は、原料油中のノルマルパラフィンの一部（例えば 10 質量%程度、好ましくは 1 ～ 10 質量%）を分解するために設けられたものであってもよい。

[0071] 水素化処理触媒としては、水素化処理に用いられる公知の水素化処理触媒を特に制限なく用いることができる。また、水素化処理の条件は、例えば、公知の水素化処理の条件と同様の条件であってよい。

[0072] 水素化処理工程の好適な一態様を以下に示すが、水素化処理工程は以下の態様に限定されるものではない。

[0073] 水素化処理工程で用いられる水素化処理触媒としては、6 族金属、8 ～ 10 族金属、及びそれらの混合物を含有する触媒などが挙げられる。好ましい金属としては、ニッケル、タングステン、モリブデン、コバルト及びそれらの混合物が挙げられる。水素化処理触媒は、これらの金属を耐熱性金属酸化物担体上に担持した態様で用いることができ、通常、金属は担体上で酸化物又は硫化物として存在する。また、金属の混合物を用いる場合は、金属の量が触媒全量を基準として 30 質量%以上であるバルク金属触媒として存在してもよい。金属酸化物担体としては、シリカ、アルミナ、シリカーアルミナ又はチタニアなどの酸化物が挙げられ、中でもアルミナが好ましい。好ましいアルミナは、 γ 型又は β 型の多孔質アルミナである。金属の担持量は、触媒全量を基準として、0.5 ～ 35 質量%の範囲であることが好ましい。また、9 ～ 10 族金属と 6 族金属との混合物を用いる場合には、9 族又は 10 族金属のいずれかが、触媒全量を基準として、0.1 ～ 5 質量%の量で存在し、6 族金属は 5 ～ 30 質量%の量で存在することが好ましい。金属の担持量は、原子吸収分光法、誘導結合プラズマ発光分光分析法または個々の金属について、ASTM で指定された他の方法によって測定されてもよい。

[0074] 金属酸化物担体の酸性は、添加物の添加、金属酸化物担体の性質の制御（例えば、シリカーアルミナ担体中へ組み入れられるシリカの量の制御）などによって制御することができる。添加物の例には、ハロゲン、特にフッ素、リン、ホウ素、イットリア、アルカリ金属、アルカリ土類金属、希土類酸化

物、及びマグネシアが挙げられる。ハロゲンのような助触媒は、一般に金属酸化物担体の酸性を高めるが、イットリア又はマグネシアのような弱塩基性添加物はかかる担体の酸性を弱くする傾向がある。

- [0075] 水素化处理条件に関し、処理温度は、好ましくは $150\sim450^{\circ}\text{C}$ 、より好ましくは $200\sim400^{\circ}\text{C}$ であり、水素分圧は、好ましくは $1400\sim20000\text{ kPa}$ 、より好ましくは $2800\sim14000\text{ kPa}$ であり、液空間速度(LHSV)は、好ましくは $0.1\sim10\text{ hr}^{-1}$ 、より好ましくは $0.1\sim5\text{ hr}^{-1}$ であり、水素／油比は、好ましくは $50\sim1780\text{ m}^3/\text{m}^3$ 、より好ましくは $89\sim890\text{ m}^3/\text{m}^3$ である。なお、上記の条件は一例であり、水素化处理条件は、原料油、触媒、装置等の相違に応じて適宜選定することが好ましい。
- [0076] 水素化处理工程で水素化处理された後の被処理物は、そのまま異性化脱蠟工程に供してもよいが、当該被処理物についてストリッピング又は蒸留を行い、被処理物(液状生成物)からガス生成物を分離除去する工程を、水素化处理工程と異性化脱蠟工程との間に設けることが好ましい。これにより、被処理物に含まれる窒素分及び硫黄分を、異性化脱蠟工程における水素化異性化触媒の長期使用に影響を及ぼさないレベルにまで、容易に減らすことができる。ストリッピング等による分離除去の対象は主として硫化水素及びアンモニアのようなガス異物であり、ストリッピングはフラッシュドラム、分留器などの通常の手段によって行うことができる。
- [0077] また、水素化处理工程における水素化処理の条件がマイルドである場合には、使用する原料によって残存する多環芳香族分が通過する可能性があるが、これらの異物は、水素化精製工程における水素化精製により除去されてもよい。
- [0078] 本実施形態の製造方法によれば、軽質で低粘度の潤滑油基油を容易に得ることができる。本実施形態の製造方法により得られる潤滑油基油の好適な一態様について、以下に説明する。
- [0079] 潤滑油基油には、優れた低温粘度特性が求められており、この特性は、粘

度指数によって評価することができる。粘度指数が高いほど、低温粘度特性に優れているといえる。本実施形態の製造方法により得られる潤滑油基油の粘度指数は、好ましくは110以上であり、より好ましくは115以上である。粘度指数の上限は特に限定されず、例えば140以下であってよく、好ましくは135以下である。

[0080] 潤滑油基油の40℃における動粘度は、例えば $15\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であってよく、好ましくは $13\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下、より好ましくは $10\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下である。40℃における動粘度が低いと省燃費性が向上する傾向がある。また、潤滑油基油の40℃における動粘度は、例えば $3\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上であってよく、好ましくは $4\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上、より好ましくは $5\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上である。40℃における動粘度が高いと耐蒸発性に優れる傾向がある。

[0081] 潤滑油基油の100℃における動粘度は、例えば $3.5\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であってよく、好ましくは $3.0\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下、より好ましくは $2.8\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下である。100℃における動粘度が低いと省燃費性が高くなる傾向がある。また、潤滑油基油の100℃における動粘度は、例えば $1.5\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上であってよく、好ましくは $1.8\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上、より好ましくは $2.0\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上である。100℃における動粘度が高いと引火点が高くなる傾向がある。

[0082] 潤滑油基油の流動点は、例えば -20°C 以下であってよく、好ましくは -25°C 以下、より好ましくは -30°C 以下である。流動点が低いと、低温始動性に優れる傾向がある。また、潤滑油基油の流動点の下限は特に限定されず、例えば -50°C 以上であってよく、好ましくは -45°C 以上である。

[0083] 潤滑油基油の10容量%留出温度は、好ましくは 300°C 以上であり、より好ましくは 320°C 以上である。また、潤滑油基油の90容量%留出温度は、好ましくは 420°C 以下であり、より好ましくは 400°C 以下である。本実施形態の製造方法では、例えば、上述の異性化脱蠟工程で得られた脱蠟油又は水素化精製工程で得られた精製油から、減圧蒸留により、上述の蒸留性状を満たす留分を回収することで、潤滑油基油を得ることができる。

- [0084] 潤滑油基油は、ノルマルパラフィンの含有割合が十分に少ないことが好ましい。潤滑油基油におけるノルマルパラフィンの含有割合は、例えば2.0%以下であってよく、好ましくは1.5%以下、より好ましくは1.0%以下である。
- [0085] 潤滑油基油は、主にイソパラフィンから構成されていてよい。潤滑油基油におけるイソパラフィンの含有割合は、例えば90質量%以上であってよく、好ましくは93質量%以上、より好ましくは95質量%以上である。
- [0086] 潤滑油基油における尿素アダクト値は、4質量%以下であることが好ましく、3質量%以下であることがより好ましく、2.5質量%以下であることが更に好ましい。このような尿素アダクト値を有する潤滑油基油は、低温粘度特性に特に優れる傾向がある。
- [0087] なお、本明細書中、「尿素アダクト値」は、以下の方法により測定される値を示す。秤量した試料油（潤滑油基油）100gを丸底フラスコに入れ、尿素200g、トルエン360ml及びメタノール40mlを加えて室温で6時間攪拌する。これにより、反応液中に白色の粒状結晶が生成する。反応液を1ミクロンフィルターでろ過することにより、生成した白色粒状結晶を採取し、得られた結晶をトルエン50mlで6回洗浄する。回収した白色結晶をフラスコに入れ、純水300ml及びトルエン300mlを加えて80℃で1時間攪拌する。分液ロートで水相を分離除去し、トルエン相を純水300mlで3回洗浄する。トルエン相に乾燥剤（硫酸ナトリウム）を加えて脱水処理を行った後、トルエンを留去する。このようにして得られた炭化水素成分（尿素アダクト物）の試料油に対する割合（質量百分率）を尿素アダクト値と定義する。
- [0088] 尿素アダクト値の測定においては、尿素アダクト物として、イソパラフィンのうち低温粘度特性に悪影響を及ぼす成分、さらには潤滑油基油中にノルマルパラフィンが残存している場合の当該ノルマルパラフィンを精度よく且つ確実に捕集することができるため、尿素アダクト値は潤滑油基油の低温粘度特性の評価指標として優れている。なお、本発明者らは、GC及びNMR

を用いた分析により、尿素アダクト物の主成分が、ノルマルパラフィン及び主鎖の末端から分岐位置までの炭素数が6以上であるイソパラフィンの尿素アダクト物であることを確認している。

[0089] 以上、本発明の好適な実施形態について説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではない。

実施例

[0090] 以下、実施例により本発明をより具体的に説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。

[0091] (実施例1)

10容量%留出温度が324.9℃、90容量%留出温度が432.0℃、流動点22.5℃の炭化水素油300gを、500mL硼珪酸ガラスビーカー（コーニング社製）に移した。一方、エチレン-酢酸ビニル共重合体系の軽油用低温流動性向上剤MD336K（三洋化成工業株式会社製：Mn4000、VA38質量%）0.09gを、200mLスクリー管（マルエム製）に入れ、これをウォーターバス（アズワン製）にて60℃で1時間加熱した。このように準備した軽油用低温流動性向上剤を炭化水素油に添加し、ガラス棒にて攪拌混合して混合油を得た。混合油の流動点は4℃であった。

[0092] 次に、この混合油15gを50mLスクリー管（マルエム製）に入れ、これを15℃に設定した低温恒温水槽（アズワン製）に10分静置した。静置後の混合油に対し、ガラスフィルターグレードGF/Dパラフィン（Whatman製、保持粒子径：2.7μm）を取り付けた減圧濾過器KGS-47及び吸引瓶VT-500（いずれもADVANTEC製）を用いて、減圧濾過を行った。濾過条件は、減圧側圧力-0.95MPa、ろ過温度15℃、濾過時間20分間とした。減圧濾過により流動点5℃のろ液（炭化水素油）を得た。

[0093] 減圧濾過により得られたガラスフィルター上のワックスに対し、20mLの2-プロパノール（富士フイルム和光純薬製、試薬特級）を加え、上記と

同様の条件でさらに減圧濾過を行った。これにより、ガラスフィルター上にワックスW₁（固形物）0.5 gを得た。表1は、得られたワックスW₁中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0094] [表1]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
12	0.01
13	0.01
14	0.04
15	0.10
16	0.21
17	0.37
18	0.73
19	1.46
20	3.02
21	5.61
22	8.82
23	11.94
24	14.49
25	12.99
26	11.40
27	7.53
28	4.69
29	3.00
合計	86.42

[0095] ワックスW₁中に含まれるエチレン-酢酸ビニル共重合体の含有量を測定した。具体的には、測定装置として、マルチショット・パイロライザーEGA/PY-3030D（フロンティア・ラボ株式会社製）付きの高性能ガスクロマトグラフ飛行時間質量分析計JMS-T200GC AccuTOF™ GCx（日本電子株式会社製）を用いて、一段目に熱脱着TD-GC/MSを、二段目に瞬間熱分解Py-GC/MSを組み合わせたダブルショット法により含有量を測定した。質量数m/z 60のクロマトグラムの面積値を用いて別途作成した検量線により、ワックスW₁中に含まれるエチレン-酢酸ビニル共重合体の含有量が0.08質量%であるとの結果を得た。装置の分析条件を以下に示す。

[TD-GC/MS]（ダブルショット一段目分析条件）

試料量：ワックスW₁ 7 mg

熱分解炉温度：40－350℃（20℃／min，1min hold）

熱分解炉－ITF温度：350℃

GC注入口温度：300℃

GCオープン温度：40－300℃（20℃／min，14min hold）

分離カラム：ゼブロンZB－5－HT（5％フェニル95％ジメチルポリシロキサン、長さ30m、内径0.25mm、膜厚0.25μm）

カラム流量：1.0mL／min

スプリット比：1／200

GC／MS ITF温度：330℃

スキャン範囲：m／z 16－800

〔Py－GC／MS〕（ダブルショット二段目分析条件）

熱分解炉温度：600℃

スプリット比：1／10

その他条件はTD－GC／MSと同じ。

〔0096〕（実施例2）

10容量％留出温度が338.1℃、90容量％留出温度が465.5℃、流動点27.5℃の炭化水素油300gを、500mL硼珪酸ガラスビーカー（コーニング社製）に移した。一方、エチレン－酢酸ビニル共重合体系の軽油用低温流動性向上剤MD336K（三洋化成工業株式会社製：Mn4000、VA38質量％）0.09gを、200mLスクリュ管（マルエム製）に入れ、これをウォーターバス（アズワン製）にて60℃で1時間加熱した。このように準備した軽油用低温流動性向上剤を炭化水素油に添加し、ガラス棒にて攪拌混合して混合油を得た。混合油の流動点は20℃であった。

〔0097〕 次に、この混合油150gを200mLスクリュ管（マルエム製）に入れ、これを15℃に設定した低温恒温水槽（アズワン製）に10分静置した。静置後の混合油に対し、ガラスフィルターグレードGF／D（Whatm

a n 製、保持粒子径：2.7 μ m) を取り付けた減圧濾過器 KGS-47 及び吸引瓶 VT-500 (いずれも ADVANTEC 製) を用いて、減圧濾過を行った。濾過条件は、減圧側圧力 0.95 MPa、ろ過温度 15 $^{\circ}$ C、濾過時間 20 分間とした。これにより、ガラスフィルター上にワックス W₂ (固形物) 5 g と、流動点 15 $^{\circ}$ C のろ液 (炭化水素油) を得た。表 2 は、得られたワックス W₂ 中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0098] [表2]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
10	0.00
11	0.00
12	0.01
13	0.02
14	0.03
15	0.06
16	0.10
17	0.13
18	0.17
19	0.24
20	0.29
21	0.39
22	0.61
23	1.16
24	2.46
25	4.10
26	6.48
27	7.46
28	7.95
29	6.93
30	6.01
31	4.54
32	3.41
33	2.23
34	1.52
合計	56.32

[0099] 200 mL スクリュー管 (マルエム製) にノルマルヘキサン (富士フィルム和光純薬製、試薬特級) 5 g を加えウォーターバス (アズワン製) にて 4

0℃に加熱保温し、上記で得られたワックスW₂ 5 gを加え溶解した。

- [0100] 得られた透過液に5 gの2-プロパノール（富士フィルム和光純薬製、試薬特級）を加え、15℃まで冷却した後にガラスフィルターグレードGF／D（Whatman製、保持粒子径：2.7 μm）を取り付けた減圧濾過器KGS-47及び吸引瓶VT-500（いずれもADVANTEC製）を用いて、減圧濾過を行った。濾過条件は、減圧側圧力-0.95 MPa、ろ過温度15℃、濾過時間20分間とした。
- [0101] 減圧濾過により得られたガラスフィルター上のワックスに対し、2 gの2-プロパノール（富士フィルム和光純薬製、試薬特級）を加え、上記と同様の条件でさらに減圧濾過を行った。これにより、ガラスフィルター上にワックスW₂'（固形物）2 gを得た。表3は、得られたワックスW₂'中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0102]

[表3]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
10	0.00
11	0.00
12	0.00
13	0.02
14	0.07
15	0.14
16	0.22
17	0.31
18	0.38
19	0.53
20	0.58
21	0.77
22	0.85
23	1.14
24	1.72
25	2.77
26	5.54
27	8.61
28	12.08
29	13.32
30	13.53
31	11.35
32	8.28
33	5.69
34	4.08
合計	92.00

[0103] (実施例3)

Mn 5300、VA 36質量%のエチレン-酢酸ビニル共重合体0.09 gを用い、ろ過温度を10℃としたこと以外は、実施例2と同様にして混合油を調製し、当該混合油からワックスW₃を得た。混合油の流動点は10℃であった。本例では、ガラスフィルター上にワックスW₃（固形物）16 gと、流動点5℃のろ液（炭化水素油）が得られた。表4は、得られたワックスW₃中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0104]

[表4]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
13	0.01
14	0.01
15	0.02
16	0.09
17	0.16
18	0.15
19	0.2
20	0.36
21	0.73
22	1.61
23	3.34
24	6.21
25	7.99
26	9.3
27	7.84
28	6.43
29	4.72
30	3.53
31	2.3
32	1.65
33	0.98
34	0.61
合計	58.16

[0105] (実施例4)

Mn2000、VA29質量%のエチレン-酢酸ビニル共重合体0.09gを用いたこと以外は、実施例3と同様にして混合油を調製し、当該混合油からワックスW₄を得た。混合油の流動点は12℃であった。本例では、ガラスフィルター上にワックスW₄（固形物）18gと、流動点7℃のろ液（炭化水素油）が得られた。表5は、得られたワックスW₄における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0106]

[表5]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
13	0.01
14	0.01
15	0.05
16	0.1
17	0.18
18	0.2
19	0.24
20	0.39
21	0.73
22	1.52
23	3.03
24	5.41
25	6.81
26	7.87
27	6.62
28	5.41
29	3.93
30	2.87
31	1.96
32	1.33
33	0.92
34	0.63
合計	50.2

[0107] (実施例5)

Mn 3 2 0 0、VA 4 2 質量%のエチレン-酢酸ビニル共重合体 0. 0 9 g を用いたこと以外は、実施例 3 と同様にして混合油を調製し、当該混合油からワックスW₅を得た。混合油の流動点は5℃であった。本例では、ガラスフィルター上にワックスW₅ (固形物) 1 5 g と、流動点0℃のろ液 (炭化水素油) が得られた。表 6 は、得られたワックスW₅ 中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0108]

[表6]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
13	0.01
14	0.01
15	0.04
16	0.08
17	0.14
18	0.17
19	0.21
20	0.36
21	0.74
22	1.65
23	3.49
24	6.37
25	8.13
26	9.4
27	7.91
28	6.54
29	4.78
30	3.53
31	2.4
32	1.71
33	1.04
34	0.64
合計	59.25

[0109] (実施例6)

Mn 3600、VA 40質量%のエチレン-酢酸ビニル共重合体0.09 gを用いたこと以外は、実施例3と同様にして混合油を調製し、当該混合油からワックスW₆を得た。混合油の流動点は-4℃であった。本例では、ガラスフィルター上にワックスW₆（固形物）15 gと、流動点-5℃のろ液（炭化水素油）が得られた。表7は、得られたワックスW₆中における各炭素数ノルマルパラフィン濃度を示す。

[0110]

[表7]

炭素数	ノルマルパラフィン濃度, vol%
13	0
14	0.02
15	0.05
16	0.11
17	0.15
18	0.25
19	0.41
20	0.6
21	1.05
22	2.06
23	3.67
24	5.89
25	6.43
26	6.61
27	5.01
28	3.92
29	2.66
30	1.82
31	1.12
32	0.69
33	0.37
34	0.21
35	0.11
36	0.07
37	0.04
38	0.02
39	0.01
40	0
合計	43.35

符号の説明

[0111] 10…ミキサー、11…固液分離器、L0、L10、L11…流路。

請求の範囲

- [請求項1] 10%容量留出温度が300℃以上の炭化水素油に低温流動性向上剤を添加して得られる混合油から、5～40℃の温度条件にて第一の固形物を析出させる第一の析出工程と、
前記第一の固形物を、固液分離方法により第一の非透過分として回収する第一の分離工程と、
を備えるワックスの製造方法。
- [請求項2] 前記混合油の流動点が20℃以下である、請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記第一の分離工程により分離される第一の透過分の流動点が、前記炭化水素油の流動点より5℃以上低い、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記第一の固形物が、炭素数18以上のノルマルパラフィンを含む、請求項1～3のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記第一の固形物を、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン及びトルエンからなる群より選択される少なくとも一種の溶剤にて洗浄する第一の洗浄工程をさらに備える、請求項1～4のいずれか一項に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記第一の洗浄工程後の前記第一の固形物が、炭素数20以上のノルマルパラフィンを80容量%以上含む、請求項5に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記第一の固形物を、40℃以上のノルマルペンタン及びノルマルヘキサンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む混合物に溶解した溶液に、さらに2-プロパノール、2-ブタノン及びアセトンからなる群より選択される少なくとも一種を80容量%以上含む混合物を添加し、第二の固形物を析出させる第二の析出工程と、
前記第二の固形物を、固液分離方法により第二の非透過分として回

収する第二の分離工程と、をさらに備える、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の製造方法。

[請求項8] 前記第二の固形物を、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、2-プロパノール、2-ブタノン、アセトン及びトルエンからなる群より選択される少なくとも一種の溶剤にて洗浄する第二の洗浄工程をさらに備える、請求項 7 に記載の製造方法。

[請求項9] 前記第二の洗浄工程後の前記第二の固形物が、炭素数 20 以上のノルマルパラフィンを 90 容量%以上含む、請求項 8 に記載の製造方法。

[請求項10] 前記低温流動性向上剤が、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリアルキルメタクリレート、アルケニルコハク酸イミド、ポリアルキレンオキシド脂肪酸エステル、ポリアルキルアクリレート、アルキルナフタレン及びデンドリマーからなる群より選択される少なくとも一種を含む、請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載の製造方法。

[請求項11] 前記固液分離方法が、0℃超の温度条件にて孔径 2 μ m 以上のフィルターを用いたろ過又は遠心分離により実施される、請求項 1 ～ 10 のいずれか一項に記載の製造方法。

[請求項12] 軽油用の低温流動性向上剤を含むワックス。

[請求項13] 前記低温流動性向上剤の含有量が 0.01 ～ 5 質量%である、請求項 12 に記載のワックス。

[請求項14] 前記低温流動性向上剤がエチレン-酢酸ビニル共重合体を含む、請求項 12 又は 13 に記載のワックス。

[請求項15] 請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の製造方法により製造されたワックスから、潤滑油基油を得る基油製造工程を備える、潤滑油基油の製造方法。