



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년12월06일
 (11) 등록번호 10-1337289
 (24) 등록일자 2013년11월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C10M 105/04 (2006.01) *H01B 3/22* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2007-7010492
 (22) 출원일자(국제) 2005년11월04일
 심사청구일자 2010년10월28일
 (85) 번역문제출일자 2007년05월08일
 (65) 공개번호 10-2007-0084089
 (43) 공개일자 2007년08월24일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2005/040144
 (87) 국제공개번호 WO 2006/052809
 국제공개일자 2006년05월18일
 (30) 우선권주장
 10/983,839 2004년11월08일 미국(US)
 11/153,812 2005년06월15일 미국(US)
 (56) 선행기술조사문헌
 US20030216264 A1*
 EP1368446 A
 US5362378 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
셸 인터내셔널 리써취 마트사피지 비.브이.
 네델란드왕국 엔엘-2596 에이치알 더 헤이그 카렐
 반 마일란드틀란 30
 (72) 발명자
홀메스 스티븐 엘런
 미국 77084 텍사스주 휴스턴 오크햄프턴 18123
드 크라커 아브라함 로버트
 미국 77479 텍사스주 슈가 랜드 캐논 레인 711
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 서상용

(54) 발명의 명칭 **시클로알칸 기저유, 시클로알칸 기저유를 사용하여 제조된시클로알칸-기재 유전 액체, 및 그 의 제조 방법**

(57) 요약

시클로알칸 기저유, 시클로알칸 기저유 제조 방법, 및 시클로알칸 기저유를 포함하는 유전 액체, 상당량의 이소 파라핀 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유, 상기 이소파라핀의 양은 상기 시클로알칸 기저유 50 중량% 미만임.

(72) 발명자

파워스 존 로버트

미국 77345 텍사스주 킹우드 이글 크릭 드라이브
2806

스미스 마이클 필립

미국 77382 텍사스주 더 우드랜즈 미션 벤드 플레
이스 30

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

하기를 포함하는, 이소파라핀 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유로서, 상기 이소파라핀의 양이 상기 시클로알칸 기저유의 20 중량% 내지 50 중량% 미만인 시클로알칸 기저유의 제조 방법 :

미정제물을 정련하여, 371°C 내지 538°C 범위의 온도에서 끓는 방향족 진공 가스 오일 {방향족 진공 가스 오일은 탄소질 물질을 포함하고, 탄소질 물질은 시클로알칸 및 방향족으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 방향족 진공 가스 오일의 방향족의 함량은 40 중량% 내지 60 중량% 이고, 방향족 진공 가스 오일의 시클로알칸의 함량은 20 중량% 내지 30 중량% 임} 을 생성함 ;

방향족 진공 가스 오일을 수소화분해 촉매를 사용해 수소화분해시켜, 수소화분해 생성물을 생성함 ;

수소화분해 생성물을 스트리핑하여, 시클로알칸, 시클로알켄, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 환형 탄화수소의 함량을 증가시키고, 황화수소 및 암모니아를 제거하고, 스트리핑된 수소화분해 생성물을 생성함 ;

스트리핑된 수소화분해 생성물을, 백금, 팔라듐 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 금속을 포함하는 이성질체화/탈락스화/수소화 (IDH) 촉매와 접촉시켜, 방향족을 시클로알칸으로 포화시키고, 노르말 파라핀을 환원시키고, 시클로알칸 및 시클로알켄으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 환형 탄화수소 50 중량% 초과를 포함하는 IDH 생성물을 생성함 ;

용매 추출 없이, IDH 생성물을 수소처리 촉매와 접촉시켜, 시클로알칸 50 중량% 초과를 포함하는 수소처리 생성물을 생성함 ; 및,

상기 수소처리 생성물로부터, 20 중량% 내지 50 중량% 미만의 이소파라핀 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유를 분리함 {상기 시클로알칸 기저유는 260°C 내지 371°C 범위의 온도에서 끓음}.

청구항 18

삭제

청구항 19

제 17 항에 있어서, IDH 단계를

250°C 내지 390°C 의 IDH 온도 ;

대기압 초과인 IDH 기체 압력 ;

400 내지 15,000 SCF/B 의 IDH 수소 순환율 ; 및,

0.1 시간⁻¹ 내지 20 시간⁻¹ 의 IDH 액체 시간당 공간 속도에서 수행하는 방법.

청구항 20

제 17 항에 있어서, 수소화분해를 대기압 초과인 압력에서 수행하고, 스트리핑을 대기압 초과인 스트리핑 압력에서 수행하고, IDH 를 대기압 초과인 IDH 압력에서 수행하는 방법.

명세서

기술분야

본 출원은 "시클로알칸" 기저유(들), 시클로알칸 기저유(들) 를 사용하여 제조된 시클로알칸-기체 유전 액체(들), 및 시클로알칸 기저유(들) 및 시클로알칸-기체 유전 액체(들) 의 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0001]

[0002] 유전 액체는 전형적으로 대기압에서 나프탈렌 미정제물로부터 유래된 가스 오일 분획으로부터 제조된다. 기타 공급원을 사용하여 제조된 유전 액체가 바람직하다.

발명의 상세한 설명

[0003] 본 출원은, 다량의 이소파라핀 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유를 제공하며, 상기 이소파라핀의 양은 상기 시클로알칸 기저유의 50 중량% 미만이다 (질량 분광법으로 측정됨).

[0004] 본 출원은 또한 하기를 포함하는 시클로알칸-기재 유전 액체를 제공한다 :

[0005] 다량의 이소파라핀, 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유 {상기 이소파라핀의 양은 상기 시클로알칸 기저유의 50 중량% 미만임 (질량 분광법으로 측정됨)} ; 및,

[0006] 하나 이상의 불안정한 수소 원자 및 디아틸을 포함하는 비-페놀성 알킬 치환 또는 부분 포화 방향족 화합물로 이루어진 균으로부터 선택되는 하나 이상의 항가스발생제 (antigassing agent) {상기 양은 유전 액체의 가스발생 경향을 감소시키기에 효과적임}.

[0007] 본 출원은 하기를 포함하는 시클로알칸 기저유의 제조 방법을 제공한다 :

[0008] 약 371°C 내지 약 538°C 의 범위의 온도에서 끓는 방향족 진공 가스 오일 {방향족 진공 가스 오일은 탄소질 물질을 포함하고, 대부분의 탄소질 물질은 시클로알칸 및 방향족으로 이루어진 균으로부터 선택됨} 을 생성하기에 효과적인 정련 조건 하에 미정제물을 정련함 ;

[0009] 방향족 진공 가스 오일을, 수소화분해 생성물을 생성하기에 효과적인 수소화분해 조건 하에 수소화분해 촉매와 접촉시킴 ;

[0010] 시클로알칸, 시클로알켄, 및 그의 조합으로 이루어진 균으로부터 선택되는 환형 탄화수소의 함량을 증가시키기에 효과적인 스트리핑 조건에 수소화분해 생성물을 적용시키고, 황화수소 및 암모니아를 제거하고, 스트리핑된 수소화분해 생성물을 생성함 ;

[0011] 방향족을 시클로알칸으로 포화시키고, 노르말 파라핀을 환원시키고, 시클로알칸 및 시클로알켄으로 이루어진 균으로부터 선택되는 하나 이상의 환형 탄화수소 50 중량% 초과를 포함하는 IDH 생성물을 생성하기에 효과적인 IDH 조건 하에, 스트리핑된 수소화분해 생성물을, 백금, 팔라듐 및 그의 조합으로 이루어진 균으로부터 선택되는 금속을 포함하는 이성질체화/탈락스/수소화 (IDH) 촉매와 접촉시킴 ;

[0012] 용매 추출 없이, 시클로알칸 50 중량% 초과 (질량 분광법에 의해 측정됨) 를 포함하는 수소처리 생성물을 생성하기에 효과적인 수소처리 조건 하에, IDH 생성물을 수소처리 촉매와 접촉시킴 ; 및,

[0013] 상기 수소처리 생성물로부터 50 중량% 미만의 이소파라핀 및 50 중량% 이상의 시클로알칸 (질량 분광법에 의해 측정됨) 을 포함하는 시클로알칸 기저유를 분리함 {상기 시클로알칸 기저유는 약 260°C 내지 약 371°C 범위의 온도에서 끓음}.

[0014] 하기를 포함하는 시클로알칸 기재 유전 액체의 제조 방법이 제공된다 :

[0015] 방향족 진공 가스 오일을 가공시키고, 다량의 이소파라핀, 및 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 15 내지 30 임) 을 갖는 시클로알칸 50 중량% 내지 70 중량% 를 포함하는 시클로알칸 기저유를 회수함 {상기 이소파라핀의 양은 상기 시클로알칸 기저유의 50 중량% 미만임 (질량 분광법에 의해 측정됨)} ; 및,

[0016] 시클로알칸 기저유의 가스발생 경향을 감소시키기에 효과적인 상당한 양의 항가스발생제, 및 산화 조건 하에 슬러지 형성 및 KOH mg/g 의 총 산 수 (TAN) 를 감소시키기에 효과적인 다량의 하나 이상의 항산화제로 이루어진 균으로부터 선택되는 하나 이상의 제제를 상기 시클로알칸 기저유에 첨가함.

[0017] 본 출원은 시클로알칸-기재 유전 액체(들) 의 제조를 위한 시클로알칸 기저유(들) 를 제공한다.

[0018] "시클로알칸 기저유" 는 방향족 기저유 공급물, 바람직하게는 미정제유의 제련으로부터 생성된 "방향족 진공 가스 오일" 로부터 제조된다. 실질적으로 임의의 미정제유는 방향족 진공 가스 오일원으로서 사용될 수 있다. 적합한 미정제물에는 : 아라비안 라이트 (Arabian Light), 아라비안 미디엄 (Arabian Medium), 아랍 헤비

(Arab Heavy), 오리엔타 (Orienta), 쿠와티 (Kuwati), 이스트무스 (Isthmus), 마야 (Maya), 오만 (Oman), 브렌트 (Brent) 및 그의 조합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다.

- [0019] 적합한 "방향족 진공 가스 오일" 내 탄소질 물질의 대부분은 시클로알칸 및 방향족으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 방향족 진공 가스 오일은 일반적으로 농도가 감소하는 순서대로 탄소질 물질을 하기 분포로 포함한다 : 방향족 > 시클로알칸 > 이소파라핀 > 노르말 파라핀.
- [0020] 적합한 방향족 진공 가스 오일은 약 260°C (500°F) 내지 약 538°C (1000°F), 바람직하게는 약 371°C (700°F) 내지 약 538°C (1000°F) 범위의 온도에서 끓는다. 적합한 방향족 진공 가스 오일의 방향족 함량은 약 40 중량% 내지 약 60 중량% (질량 분광법에 의해 측정됨) 이다. 바람직한 구현예에서, 방향족 진공 가스 오일의 방향족 함량은 약 50 중량% 내지 약 60 중량%, 더욱 바람직하게는 약 55 중량% 내지 약 60 중량% (질량 분광법에 의해 측정됨) 이다. 방향족 진공 가스 오일은 또한 전형적으로 시클로알칸 약 20 중량% 내지 약 30 중량%, 이소파라핀 약 10 중량% 내지 약 15 중량%, 노르말 파라핀 약 5 중량% 내지 약 15 중량% (질량 분광법에 의해 측정됨) 를 포함한다.
- [0021] 방향족 진공 가스 오일은 또한 용매 추출 라피네이트, 소프트 왁스, 슬랙 왁스, 기체-에서-액체로의 Fischer-Tropsch 전환으로부터의 윤활유 끓는점 범위 생성물, 및 그의 조합을 포함하나 이에 제한되지 않는 기타 기저유 공급물과 혼합될 수 있다.
- [0022] 시클로알칸 기저유를 생성하기 위해, 방향족 진공 가스 오일을 수소처리 조건에 적용시킨다. 바람직한 구현예에서, 수소처리 조건은 하기를 포함한다 :
- [0023] 수소화분해 생성물을 생성하기에 효과적인 수소화분해 조건 하에 방향족 진공 가스 오일을 수소화분해 촉매와 접촉시킴 ;
- [0024] 황화수소 및 임의의 암모니아를 제거하고 스트리핑된 수소화분해 생성물을 생성하기에 효과적인 스트리핑 조건에 수소화분해 생성물을 적용시킴 ;
- [0025] 방향족을 포화시켜 시클로알칸을 생성하고 노르말 파라핀을 환원시켜 탄소질 분자를 포함하는 IDH 생성물을 생성하기에 효과적인 조건 하에 스트리핑된 수소화분해 생성물을 이성질체화/탈왁스/수소화 ("IDH") 촉매와 접촉시킴 {대부분의 탄소질 분자는 시클로알칸 및 시클로알켄으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 환형 탄화수소를 포함함} ;
- [0026] 시클로알칸 50 중량% 초과 (질량 분광법에 의해 측정됨) 를 포함하는 수소처리 생성물을 생성하기에 효과적인 수소처리 조건 하에 IDH 생성물을 수소처리 촉매와 접촉시킴 ; 및
- [0027] 약 260°C 내지 약 371°C 의 온도에서 끓는 분획을 포함하는 시클로알칸 기저유를 분리하기에 효과적인 분리 조건에 수소처리 생성물을 적용시킴.
- [0028] 시클로알칸 기저유는 수많은 방법에 의해 함량이 분석될 수 있는데, 바람직한 방법은 질량 분광법이다. 바람직한 방법의 질량 분광법은 Waters Corporation, Milford, Massachusetts 에서 시판되는 AutospecQ, a MICROMASS[®] 고해상 자기 섹터 질량 분광법을 사용한다. 상기 구현예에서, 이온화 형태는 장 이온화 질량 분석계 (FIMS) 로서, 오일과 연관된 다양한 탄화수소 유형에 대한 분절화가 거의 없거나 또는 아예 없는 본래의 분자 이온을 생성한다. FIMS 데이터는 크기 분출 크로마토그래피 (SEC) 유형 데이터 및 기타 계산 결과를 만들기 위해 질량 분광법 리스트 파일을 처리하는 PC 기재 소프트웨어 패키지인 Poly32 를 사용하여 처리된다. Poly 32 는 Sierra Analytics, Modesto, California 에서 시판된다. SEC 데이터는 분자량 모멘트 및 다분산성 계산을 포함한다. 그것들은 달톤 질량 M, 및 흥미로운 질량 범위에 걸친 몰 수 n 으로부터 계산된다. 소프트웨어는 또한 질량에 의해 정의되는 올리고머 시리즈 및 CH₂ 기와 같은 반복 또는 단량체 단위의 % 를 계산할 것이다. 탄화수소 분석의 경우, 표는 각각의 탄소수 및 각각의 Z 시리즈 (여기서, Z 은 탄화수소 C_nH_{2n} + Z 에 대해 일반화된 화학식에 의해 정의됨) 의 % 를 사용해 생성된다. 포화물에 대한 Z 시리즈 설명은 오일이 불명확한 양의 방향족을 함유한다는 가정을 바탕으로 한다. 따라서, 미량의 방향족 및 오염물은 FIMS 에 의해 분석되기 전에 칼럼 크로마토그래피 (ASTM D 2549) 에 의해 제거된다.
- [0029] **수소화분해 조건**
- [0030] 시클로알칸 기저유를 생성하기 위해, 방향족 진공 가스 오일을 일반적으로 수소화분해 촉매를 포함하는 수소화분해 조건에 적용시킨다. 실질적으로 목적하는 수소화분해의 비율을 증가시키기에 효과적인 임의의 수소화

분해 촉매가 적합하다. 수소화분해 촉매는 일반적으로 담체 상에 적합한 수소화분해 금속을 포함한다.

- [0031] 적합한 수소화분해 금속은, 코발트, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 마그네슘, 레늄, 철, 루테튬, 이리듐, 니켈, 팔라듐, 백금 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속을 포함하는 황화 촉매를 포함하나, 이에 제한되지 않는다. 한 구현예에서, 수소화분해 금속은 Ni/W, Ni/Mo, 및 Co/Mo 로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속을 포함한다. 더욱 바람직한 구현예에서, 수소화분해 금속은 Ni/W 및 Co/Mo 로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속이다.
- [0032] 수소화분해 촉매는 충분한 표면적을 제공하고 수소화분해를 방해하지 않는 실질적으로 임의의 담체를 포함한다. 적합한 담체의 예에는 산화금속 및 분자망이 있으나, 이에 제한되지 않는다. 한 구현예에서, 담체는 알루미늄 및 결정질 알루미늄 실리케이트로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0033] 적합한 수소화분해 조건은 하기를 포함한다 :
- [0034] 약 200℃ 내지 약 450℃ 의 수소화분해 온도 ;
- [0035] 대기압 초과, 바람직하게는 약 30 기압 이상의 수소화분해 수소 가스 압력 ;
- [0036] 약 400 SCF/B (표준 배럴 당 입방 피트) 내지 약 15,000 SCF/B 의 수소화분해 수소 순환률 ; 및
- [0037] 약 0.1 시간⁻¹ 내지 약 20 시간⁻¹ 의 수소화분해 액체 시간당 공간 속도.
- [0038] 일반적으로, 수소화분해 조건은 중 (heavy) 방향족 가스 오일 내의 다핵성 방향족을 더 작은 부분 수소화 방향족 및 수소화 중으로 전환시키고, 일부 노르말 파라핀을 이소파라핀으로 전환시키고, 중 방향족 가스 오일에 존재하는 황 및 질소를 황화수소 및 암모니아로 전환시키기에 효과적이다.
- [0039] **스트리핑 조건**
- [0040] 수소화분해 생성물을 황화수소 및 암모니아를 제거하고, 스트리핑된 수소화분해 생성물을 생성하기에 효과적인 스트리핑 조건에 적용시킨다. 적합한 스트리핑 조건은 약 200℃ 내지 약 300℃ 의 온도 및 효과적인 스트리핑 압력, 바람직하게는 대기압 초과의 압력을 포함한다. 더욱 바람직한 구현예에서, 스트리핑 압력은 실질적으로 수소화분해 압력과 동일하며, 가장 바람직하게는 약 30 atm 이상이다. 바람직하게는, 스트리핑 가스는 본질적으로 황화수소 및 암모니아가 없는 수소이다.
- [0041] **이성질체화/탈락스/수소화 (IDH) 조건**
- [0042] 스트리핑된 수소화분해 생성물을 시클로알칸, 시클로알켄, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 수소화 및 부분 수소화 환형 탄화수소의 함량을 증가시키기에 효과적인 수소처리 조건, 바람직하게는 이성질체화/탈락스/수소화 ("IDH") 조건에 적용시킨다. 수소처리 조건, 바람직하게는 IDH 조건은 또한 전형적으로 노르말 파라핀 및 거의 노르말 파라핀을 이소파라핀으로 이성질체화시킴으로써 이소파라핀의 함량을 증가시킨다. 바람직한 구현예에서, 수소처리 조건은 이소파라핀 약 20 중량% 이상, 더욱 바람직하게는 이소파라핀 약 20 중량% 내지 50 중량% 미만, 가장 바람직하게는 이소파라핀 약 20 중량% 내지 약 40 중량% (질량 분광법에 의해 측정됨) 를 생성하기에 효과적이다.
- [0043] IDH 조건은 일반적으로 시클로알칸, 시클로알켄, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 환형 탄화수소의 함량을 증가시키기에 효과적인 IDH 온도, IDH 압력, 및 IDH 수소 유속에서, 스트리핑된 수소화분해 생성물을 하나 이상의 IDH 촉매와 접촉시키는 것을 포함한다. IDH 조건은 또한 일반적으로 이소파라핀의 함량을 증가시키기에 효과적이다.
- [0044] 적합한 IDH 촉매는 코발트, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 마그네슘, 레늄, 철, 루테튬, 이리듐, 니켈, 팔라듐, 백금, 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되지 않는 하나 이상의 IDH 금속을 포함한다. 바람직한 IDH 금속(들)에는, 백금, 팔라듐 및 그의 조합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0045] IDH 금속은 일반적으로 적합한 IDH 금속 담체 상에 배치되어 있다. 적합한 IDH 금속 담체에는, 분자망 및 산화금속이 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 적합한 분자망은, 제올라이트 및 실리코알루미노포스페이트 분자망을 포함하나, 이에 제한되지 않는다. 적합한 산화금속은 알루미늄을 포함하나, 이에 제한되지 않는다. 바람직한 IDH 금속 담체는 실리코알루미노포스페이트 분자망을 포함한다.
- [0046] 적합한 제올라이트는 중간 기공 크기 제올라이트이다. 바람직한 중간 기공 크기 제올라이트의 기공 직경은 약 0.35 내지 약 0.8 nm 이다. 적합한 제올라이트의 구체적인 예에는, 제올라이트 Y, 제올라이트 베타, 제

올라이트 세타, 모르테니트, ZSM-3, ZSM-4, ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-18, ZSM-20, ZSM-22, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-38, ZSM-48, SSZ-32, 오프레티트, 페리에리트, 제올라이트 알파 및 그의 혼합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 그의 이성질체화 선택성 때문에, 바람직한 제올라이트에는, ZSM-12, ZSM-23, ZSM-22, SSZ-32, 및 그의 조합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다.

[0047] 적합한 실리코알루미노포스페이트 분자망에는, SAPO-11, SAPO-31, SAPO-41, 및 그의 조합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 바람직한 실리코알루미노포스페이트 분자망은 SAPO-11 이다. 또한 본원에 참조로써 삽입된 하기 미국 특허 : 6,090,989; 4,500,417; 4,906,350; 4,943,672; 5,059,299; 5,135,63; 5,282,958, 5,306,860, 5,362,378 ; 및 유럽 특허 제 0 776 959 A2 호를 참조한다.

[0048] 적합한 IDH 조건은 하기를 포함한다 :

[0049] 약 250°C 내지 약 390°C 의 IDH 온도 ;

[0050] 바람직하게는 약 30 atm 이상인, 대기압 초과, 바람직하게는 실질적으로 수소화분해 압력과 동일한 IDH 가스 압력 ;

[0051] 약 400 내지 약 15,000 SCF/B 의 IDH 수소 순환률 ; 및,

[0052] 약 0.1 시간⁻¹ 내지 약 20 시간⁻¹ 의 IDH 액체 시간당 공간 속도.

[0053] **수소처리**

[0054] 바람직한 구현예에서, 수소처리 생성물은 수소처리된다. 수소처리는 IDH 생성물 중의 불포화 결합 및 잔여 방향족, 특히 다중-고리 방향족을 각각 포화 결합 및 시클로알칸으로 전환시키기에 효과적인 수소처리 조건 하에, IDH 생성물을 수소처리 촉매와 접촉시키는 것을 포함한다.

[0055] 적합한 수소처리 조건은 하기를 포함한다 :

[0056] 약 190°C 내지 약 340°C 의 수소처리 온도 ;

[0057] 바람직하게는 약 30 atm 이상인, 대기압 초과, 바람직하게는 실질적으로 수소화분해 및 IDH 압력과 동일한 수소처리 압력 ;

[0058] 약 400 내지 약 15,000 SCF/B 의 수소 순환률.

[0059] 적합한 수소처리 촉매는 IDH 생성물 중의 불포화 결합 및 방향족의 수소화 비율을 증가시키기에 효과적인 수소처리 금속을 포함한다. 적합한 수소처리 금속(들)에는, 코발트, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 마그네슘, 레늄, 철, 루테튬, 이리듐, 니켈, 팔라듐, 백금, 및 그의 조합이 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 바람직한 수소처리 금속은 Ni, Pt, Pd, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0060] 수소처리 금속은 일반적으로 충분한 표면적을 제공하고 수소처리 과정을 방해하지 않는 적합한 지지체 상에 있다. 적합한 수소처리 촉매 지지체는 산화금속 및 분자망을 포함하나, 이에 제한되지 않는다. 바람직한 수소처리 촉매 지지체는 잔여 방향족 분자의 포화를 증가시키기에 효과적인 분산 제올라이트를 포함한다.

[0061] **시클로알칸 기저유의 회수**

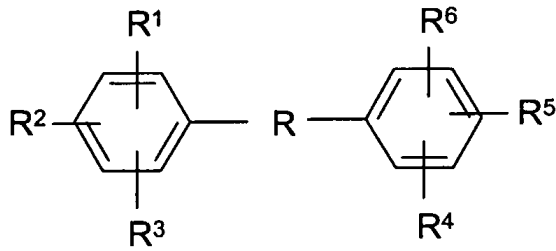
[0062] 생성 수소처리 생성물은 약 38°C (100°F) 내지 약 538°C (1000°F) 범위의 온도에서 끓는다. 수소처리 생성물을, 시클로알칸 기저유, 바람직하게는 약 260°C 내지 약 371°C 범위의 온도에서 끓는 시클로알칸 기저유를 분리하기에 효과적인 분리 조건에 적용시킨다. 700°F (371°C) 초과와 온도에서 끓는 수소처리 생성물 (a), 및 500°F (260°C) 미만의 온도에서 끓는 수소처리 생성물 (b) 의 일부로부터, 약 260°C 내지 약 371°C 범위의 온도에서 끓는 시클로알칸 기저유를 분리하기에 효과적인 한, 임의의 적합한 분리 조건을 사용할 수 있다.

[0063] 바람직한 구현예에서, 수소처리 생성물을, 하한으로서 371°C (700°F) 초과와 온도에서 끓는 수소처리 생성물을 제거하고, 상한으로서 260°C (500°F) 미만의 온도에서 끓는 수소처리 생성물을 제거하는 것을 포함하는 분획화 조건에 수행시킨다.

[0064] 시클로알칸 기저유 내의 탄소질 분자의 대부분은 시클로알칸, 바람직하게는 알킬-치환 시클로알칸을 포함한다. 바람직하게는, 시클로알칸 기저유는 시클로알칸, 바람직하게는 알킬-치환 시클로알칸을 50 중량% 이상, 더욱 바람직하게는 약 60 중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 66 중량% 이상의 함량 (질량 분광법에 의해 측정됨) 으로 포함한다.

- [0065] 시클로알칸은 일반적으로 화학식 C_nH_{2n} (여기서, n 은 탄소 원자의 총 수임) 을 갖는다. 바람직한 구현예에서, 기저유는 n 이 약 15 내지 약 30 인 시클로알칸을 포함한다.
- [0066] 바람직한 구현예에서, 시클로알칸의 대부분은 알킬-치환 시클로알칸을 포함한다. 바람직하게는, 시클로알칸 약 70 중량% 이상, 더욱 바람직하게는 약 80 중량% 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 90 중량% 이상, 및 가장 바람직하게는 약 99 중량% 이상 (질량 분광법에 의해 측정됨) 은 알킬-치환 시클로알칸을 포함한다.
- [0067] 시클로알칸 기저유는 이소파라핀 50 중량% 미만, 바람직하게는 이소파라핀 약 20 중량% 내지 50 중량% 미만, 더욱 바람직하게는 이소파라핀 약 20 중량% 내지 약 40 중량% (질량 분광법에 의해 측정됨) 를 포함한다. 시클로알칸 기저유는 또한 테스트 방법 D1274 (본원에서 참조로써 삽입됨) 에 따라, 바람직하게는 황을 약 15 ppm 이하로 포함한다.
- [0068] **시클로알칸-기재 유전 액체(들) 의 제조**
- [0069] 본 출원의 시클로알칸 기저유는 시클로알칸-기재 유전 액체 내 기저유로서의 용도를 포함하나, 이에 제한되지 않는 다양한 용도를 갖는다. 바람직한 구현예에서, 시클로알칸 기저유는 ASTM D 3487 (본원에서 참조로써 삽입된 "Standard Specification for Mineral Insulating Oil Used in Electrical Apparatus") 의 요구를 충족시키는 시클로알칸-기재 유전 액체를 제조하는데 사용된다. 가장 바람직하게는 시클로알칸 기저유는 변압기유로서의 용도에 적합한 유전 액체를 제조하는데 사용된다.
- [0070] 많은 유형의 통상의 전기 기구는 에너지화 성분에 의해 발생된 열을 방산하고, 기구 동봉물 및 기타 내부 부분 및 장치로부터 상기 성분을 절연시키는 유전 유체를 함유한다. 상기 기구의 예에는, 변압기, 축전지, 스위치, 조절기, 회로 차단기, 케이블, 리클로저 (recloser), 및 x-선 장치가 포함되나, 이에 제한되지 않는다.
- [0071] 변압기는 한 회로에서 또다른 곳으로 전자기력적으로 전력을 수송한다. 변압기는 전력의 수송에 사용된다.
- [0072] 더 큰 변압기는 일반적으로 온도 과전압 동안에, 그리고 일시적인 과전압 동안에 노르말 파라핀 조작 전압에서 변압기를 보호하기 위해 코일 및/또는 전도체의 절연을 필요로 하는데, 이는 벵락 또는 스위치 조작을 초래할 수 있다. 절연이 실패할 경우, 내부 결함 또는 짧은 회로가 발생할 수 있다. 상기 경우는 기구를 불량품이 되게 할 수 있고, 전형적으로 시스템 오류발생을 초래하고 기구 주변의 사람을 위험에 빠뜨릴 수 있다.
- [0073] 변압기 중심 및 코일 조립물로부터 열을 효과적으로 빼앗아 오고, 수용가능한 조작 온도를 유지하기 위해서는, 통상의 변압기는 절연체로서 상대적으로 큰 부피의 유전 유체를 사용한다.
- [0074] 과거에, 파라핀계 오일로부터 제조된 유전 액체는 천성적으로 불량한 저온 점성 특성을 갖는 경향이 있었고, 일반적으로 ASTM D 3487 에 의해 요구되는 바와 같은 낮은 기체화 성능을 나타내지 못하였다.
- [0075] 시클로알칸-기재 유전 액체의 가스발생 경향은 전술한 실험실 조건 하에 유전 액체 내로의 또는 외부로의, 수소의 흡수 또는 탈수 비율을 측정하는 것이다. 낮은 가스발생 성능은, 만약 수소가 전기적 응력에 의한 것이라면, 낮은 가스발생 경향을 가진 액체가 관련 수소를 흡수하려고 할 것이고 따라서 폭발 위험을 감소시키기 때문에, 중요하다.
- [0076] 본 출원의 시클로알칸-기재 유전 액체는 저온 점도 특성 및 낮은 가스발생 경향 둘 다를 나타낸다.
- [0077] 가스발생 경향은 하나 이상의 향가스발생제(들) 를 첨가함으로써 감소된다. 바람직하게는, 향가스발생제(들) 는 유전 액체의 가스발생 경향을 ASTM 테스트 방법 D2300 에 따라 +30 $\mu\text{l}/\text{분}$ 이하, 바람직하게는 15 $\mu\text{l}/\text{분}$ 이하, 더욱 바람직하게는 5 $\mu\text{l}/\text{분}$ 이하, 바람직하게는 0 $\mu\text{l}/\text{분}$ 이하로 감소시킨다.
- [0078] 향가스발생제(들) 는 일반적으로 하나 이상의 불안정한 수소 원자를 포함하거나 또는 하나 이상의 불안정한 수소 원자를 포함할 수 있거나 또는 포함할 수 없는 디아릴을 포함하는, 페놀성 화합물 이외의 향기체 방향족(들) 이다. 적합한 향가스발생제의 예에는 디아릴, 및 알킬-치환 방향족 화합물, 알킬 치환, 부분 포화 방향족 화합물, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 9 내지 11 개의 탄소 원자를 갖는 제제가 포함되나, 이에 제한되지 않는다.

[0079] 적합한 디아릴은 하기 구조를 갖는다 :



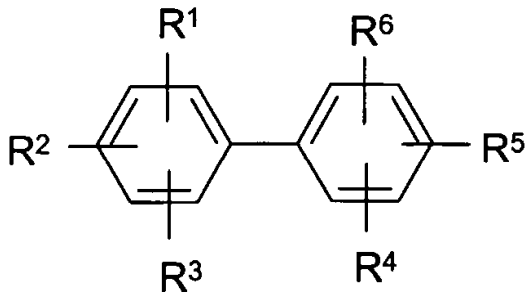
[0080]

[0081] [식 중,

[0082] R 은 단일 연속 결합 (디아릴 비페닐을 만듦) 및 약 1 내지 4 개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌기 (디아릴 디아릴 알칸을 만듦) 로 이루어진 군으로부터 선택되고 ;

[0083] R¹ - R⁶ 은 독립적으로 아무것도 아닌 것과 약 1 내지 약 2 개의 탄소 원자를 갖는 알킬기로 이루어진 군으로부터 선택됨].

[0084] R 이 단일 결합 (R=0) 을 나타내는 경우, 디아릴은 하기 구조를 갖는 비페닐이다 :



[0085]

[0086] [식 중, R¹ - R⁶ 은 독립적으로 아무것도 아닌 것과 약 1 내지 약 2 개의 탄소 원자를 갖는 알킬기로 이루어진 군으로부터 선택됨]. 바람직한 구현예에서, R¹ - R⁶ 은 메틸기로 이루어진 군으로부터 선택된다. 또다른 바람직한 구현예에서, 비페닐은 비치환되어 있으며, 여기서 R¹ - R⁶ 은 아무것도 아니다. 또다른 구현예에서, 비페닐은 디메시틸이며, 여기서 R¹ - R⁶ 은 메틸기이다.

[0087] 적합한 향가스발생제의 예에는, 디히드로페난트렌, 페닐 오르토 실릴 에탄, 디에틸벤젠을 포함하여 알킬화 벤젠, 테트라히드로-5-(1-페닐에틸)-나프탈렌, 아세나프텐, 테트라히드로-나프탈렌, 알킬화 테트라히드로나프탈렌, 및 테트라히드로퀴놀린이 포함되나, 이에 제한되지 않는다.

[0088] 일반적으로, 하나 이상의 향가스발생제(들) 는 기저유의 부피를 기준으로, 약 5 중량% 이하, 더욱 바람직하게는 약 2 중량% 이하, 더욱 더 바람직하게는 약 0.5 중량% 내지 약 1 중량%, 가장 바람직하게는 약 1 중량% 의 양으로 시클로알칸-기저유에 첨가된다.

[0089] 한 구현예에서, 향가스발생제는 1,5-디메틸 나프탈렌 약 80 중량% 및 이성질체성 디메틸 나프탈렌 약 20 중량% 를 포함한다.

[0090] 또다른 구현예에서, 기저유는 알킬 치환 또는 비치환 비페닐 및 알킬 치환 또는 비치환 디아릴 알칸으로 이루어진 군으로부터 선택되는 향가스발생제(들) 를 2 중량% 이하, 바람직하게는 1 중량% 이하, 더욱 바람직하게는 1 중량% 미만으로 포함한다. 바람직한 향가스발생제(들) 는 비페닐 (비치환) 및 디메시틸로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0091] 바람직한 구현예에서, 향산화제 (상기 기술됨) 는 또한 시클로알칸-기재 유전 액체의 산화 안정성을 향상시키기 위해 시클로알칸 기저유에 첨가되고, 그리하여 저장, 처리, 및 작동 동안에 오일 침전물 및 산성화의 발달을 최소화한다. 산화를 최소화하는 것은, 전기 전도 및 금속 부식을 최소화하고, 시스템 수명을 최대화하고, 전

기 차단 강도를 최대화하고, 만족할 만한 열 전달을 보장한다.

- [0092] 바람직하게는, 산 슬러지 테스트 (ASTM D2440) 를 하는 경우, 시클로알칸-기재 유전 액체는 72 시간째의 0.15 이하의 슬러지 질량% 및 72 시간째의 0.5 이하 (KOH mg/g) 의 "총 산 수" 또는 "TAN" 을 생성한다. 시클로알칸-기재 유전 액체는 또한 바람직하게는 164 시간째의 0.5 이하의 슬러지 질량% 및 0.6 이하의 TAN 을 생성한다.
- [0093] 일반적으로, 항산화제는 침전물 및 TAN 을 최소화하기 위해 첨가된다. 바람직한 구현예에서, 유전 액체는 유전 액체의 중량을 기준으로, 항산화제 약 0.01 중량% 내지 약 1.0 중량%, 바람직하게는 항산화제 약 0.07 중량% 내지 약 0.30 중량% 를 포함한다.
- [0094] 실질적으로 특별한 유형의 유전 유체에 사용되는 것이 허용되는 임의의 항산화제가 적합하다. 전기 오일에 사용되는 바람직한 항산화제는 방해 페놀, 신나메이트 유형 페놀성 에스테르, 및 알킬화 디페닐아민이다. 특히 변압기유에 사용되는 더욱 바람직한 항산화제는 2,6-di-tert-부틸 파라-크레솔, 2,6-디테르티어리 부틸페놀, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 가장 바람직한 항산화제는 2,6-디테르티어리-부틸 파라-크레솔 및 2,6-디테르티어리 부틸페놀의 조합이다.
- [0095] 필요하다면, 다량의 하나 이상의 유동점 강하제가 생성물의 유동점을 약 -30℃ 이하, 바람직하게는 약 -40℃ 이하로 강하시키기 위해 시클로알칸 기저유에 첨가될 수 있다. 다양한 유동점 강하제가 사용될 수 있다. 적합한 유동 강하제에는, 폴리메타크릴레이트 화학제 기재의 유동점 강하제가 포함되나, 이에 제한되지 않는다. 유동점 강하제(들) 가 첨가된다면, 유동점 강하제의 양은 전형적으로 시클로알칸 기저유의 중량을 기준으로 약 0.01 중량% 내지 약 0.2 중량% 이다.
- [0096] 시클로알칸-기재 유전 액체는 전기 오일을 포함하나 이에 제한되지 않는 다양한 적용에 필요한 구체사항을 충족시킨다. 시클로알칸-기재 유전 액체에 바람직한 용도는 변압기유(들) 이다.
- [0097] 산화 내성 및 낮은 가스발생 경향 외에도, 시클로알칸-기재 유전 액체는 바람직하게는 전기 내성 및 열적 안정성을 포함하나, 이에 제한되지 않는 수많은 기타 특성을 갖는다. 가장 바람직한 구현예에서, 시클로알칸-기재 유전 액체는 ASTM D 3487 에 의해 제공되는 전기 오일에 대한 물리적, 전기적 및 화학적 특성에 대한 관련 구체적인 사항을 충족시킨다. 바람직한 구현예에서, 시클로알칸-기재 유전 액체는 또한 : [National Electrical Manufacturers Association (NEMA) TR-P8-1975 ; U.S. Government Military Specification VV-I-530A 및 Amendment 2 for Class I 및 Class II 유체 (각각 유형 I 및 유형 II) - supersedes the Department of the Navy specification OS-1023 ; NATO symbol S-756, British Standard BS 148] 을 포함하나, 이에 제한되지 않는, 본원에서 참조로써 삽입된 기타 관련 표준사항을 충족시킨다.
- [0098] 전기 오일에 대한 ASTM 물리적 특성 요구사항은 하기를 포함하나, 이에 제한되지 않는다 :
- [0099] 테스트 방법 D1500 을 사용하여 측정된, 약 0.5 이하의 색상 ;
- [0100] 테스트 방법 D92 를 사용하여 측정된, 약 145℃ 이상의 인화점 ;
- [0101] 테스트 방법 D971 을 사용하여 측정된, 25℃ 에서의 약 40 dynes/cm 이상의 계면 장력 ;
- [0102] 테스트 방법 D92 를 사용하여 측정된, 약 -40℃ 이하의 유동점 ;
- [0103] 테스트 방법 D 1298 에 따른, 0.91 이하의 상대 밀도 ;
- [0104] 테스트 방법 D1524 에 따른, 투명 및 밝기의 시각적 시험 ; 및,
- [0105] 테스트 방법 D445 에 의해 측정된, 0℃ 에서 약 76 cSt 이하, 40℃ 에서 약 12.0 cSt 이하, 및 100℃ 에서 약 3.0 cSt 이하의 점도.
- [0106] 시클로알칸-기재 유전 액체는 또한 바람직하게는 하기의 ASTM 의 요구사항을 포함하나 이에 제한되지 않는 전기 유에 대한 전기적 특성 요구사항을 충족시킨다 :
- [0107] 테스트 방법 D877 에 따른, 원판 전극에 의한 60 Hz 에서의 30 kV 이상의 유전 차단 전압 ;
- [0108] D1816 (참조로써 본원에 삽입됨) 에 의한 신규 오일을 사용한 60 Hz 및 1.02 mm (0.040-인치) 갭에서 20 kV 이상의 유전 차단 전압 ;
- [0109] 테스트 방법 D3300 에 따른, 니들-투-스피어 그라운드드 (needle-to-sphere grounded) 25.4 mm (1-인치) 갭을

사용한, 25℃ 에서의 약 145 kV 이상의 유전 차단 전압 충격량 ; 및,

- [0110] 테스트 방법 D924 를 사용한, 25℃ 에서의 0.05% 이하, 및 100℃ 에서의 0.30% 이하의 60 Hz 에서의 역률.
- [0111] 시클로알칸-기재 유전 액체는 또한 바람직하게는 하기의 ASTM 요구사항을 포함하나 이에 제한되지 않는 전기 오일에 대한 화학적 특성 요구사항을 충족시킨다 :
- [0112] 테스트 방법 D2668 을 사용하여 측정된, 0.08 중량% 이하의 유형 I 오일에 대한 산화 억제제 함량, 및 또는 0.3 중량% 이하의 유형 II 오일에 대한 산화 억제제 함량, 또는 테스트 방법 D1473 을 사용하여 측정된 바와 같이, 산화 억제제는 2,6-디테르티어리 부틸 크레솔임 ;
- [0113] 테스트 방법 D1274 에 따른, 유전 액체와의 접촉에서 구리 및 은과 같은 특정 금속의 부식을 예방하기 위한, 낮은 함량의 황 원소 및 열적 불안정 황-함유 화합물 ;
- [0114] 테스트 방법 D1533 에 따른 35 ppm 이하의 물 ;
- [0115] 테스트 방법 D974 를 사용한, 0.03 mg KOH/g 이하의 중성화 수 ; 및,
- [0116] 테스트 방법 D4059 를 사용하여 측정된, 비-검출가능한 폴리염소화 비페닐 (PCB) 함량, 또는 1 ppm 미만의 함량.
- [0117] 바람직한 구현예에서, 시클로알칸-기재 유전 액체는 하기를 갖는다 :
- [0118] ASTM D1500 을 사용하여 측정된 약 0.5 이하의 색상 ;
- [0119] ASTM D92 를 사용하여 측정된, 약 145℃ 이상의 인화점 ;
- [0120] ASTM D971 을 사용하여 측정된, 25℃ 에서의 약 40 dynes/cm 이상의 계면 장력 ;
- [0121] ASTM D 1298 에 따른, 0.91 이하의 상대 밀도 ;
- [0122] ASTM D1524 에 따른, 투명 및 밝기의 시각적 시험 ;
- [0123] ASTM D445 에 의해 측정된, 0℃ 에서 약 76 cSt 이하, 40℃ 에서 약 12.0 cSt 이하, 및 100℃ 에서 약 3.0 cSt 이하의 점도 ;
- [0124] ASTM D1533 에 따른 약 35 ppm 이하의 물 ;
- [0125] ASTM D4059 를 사용하여 측정된, 1 ppm 미만 함량의 폴리염소화 비페닐 (PCB) ;
- [0126] ASTM D877 에 따른, 원판 전극에 의한 60 Hz 에서의 30 kV 이상의 유전 차단 전압 ;
- [0127] ASTM D1816 에 따른, 신규 오일을 사용한 60 Hz 및 1.02 mm (0.040-인치) 갭에서의 20 kV 이상의 유전 차단 전압 ;
- [0128] ASTM D3300 에 따른, 니들-투-스피어 그라운드드 25.4 mm (1-인치) 갭을 사용한 25℃ 에서의 약 145 kV 이상의 유전 차단 전압 충격량 ;
- [0129] ASTM D924 에 따른, 25℃ 에서 0.05% 이하, 및 100℃ 에서 0.30% 이하의 60 Hz 에서의 역률.
- [0130] 본 출원은 단지 예시적인 하기 실시예를 참조로 하여 더욱 잘 이해될 것이다.

실시예

[0131] **실시예 1**

[0132] 상기 기술된 바와 같이 생성된 시클로알칸 기저유를 분석하고, 이는 하기 특성을 갖는 것으로 결정되었다 :

[0133]

API	31.6
비중 g/cc	0.8676
유동점, ℃ (°F)	-42.8 (-45)
담점, ℃ (°F)	-30.5 (-22.9)
점도 @ 40℃ mm ² /s (cSt)*	9.172
점도 @ 100℃ mm ² /s (cSt)	2.397
점도 지수	68.7

* 점도 측정을 자동 Cannon CAV4 장치를 사용하여 수행하였음. ASTM D 445 에 따른 점도계, 참조로써 본원에 삽입됨.

[0134] **실시예 2**

[0135] 상기 기술된 바와 같이 생성된 시클로알칸 기저유를 분석하고, 이는 하기 특성을 갖는 것으로 결정되었다 :

[0136]	API	32.4
	비중 g/cc	0.8633
	유동점, °C (°F)	-47 (-52.6)
	담점, °C (°F)	-38 (-36.4)
	클리브랜드 오픈 컵 (Cleveland Open Cup, COC) 인화점, °C (°F)	157.8 (316)
	점도 @ 40°C mm ² /s (cSt)	7.471
	점도 @ 100°C mm ² /s (cSt)	2.112
	점도 지수	70.7
	UV 방향족	
	단일방향족 (중량%)	0.97
	이방향족 (중량%)	1.06
	삼 + 방향족 (중량%)	0.7
	총 (중량%)	2.73

[0137] **실시예 3**

[0138] 상기 기술된 바와 같이 생성된 시클로알칸 기저유를 분석하였다. 기저유 5 중량% 및 95 중량% 가 증발된 온도 (°C) 를 측정하기 위해, 기체 크로마토그래피에 의한 시물레이션 증류를 수행하였다. ASTM D 6352 "기체 크로마토그래피에 의한 174 내지 700°C 의 끓는점 범위에서 증류하는 석유의 끓는점 범위 분포에 대한 표준 테스트 방법 (Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Distillates in Boiling Range from 174 to 700 Degrees C by Gas Chromatography)" 이 본원에 삽입되었다. 결과를 기저유의 물리적 특성에 따라, 하기 표에 나타낸다 :

[0139]	5% 증발 온도, °C(°F)	267.8 (514)
	95% 증발 온도, °C(°F)	400.6 (753)
	점도 @ 40°C mm ² /s (cSt)	9.9
	점도 @ 100°C mm ² /s (cSt)	2.5
	VI	53
	밀도, g/ml @ 15.6°C (60°F)	0.854
	API 비중	34.1
	유동점, °C(°F)	-45 (-49)
	Pensky-Martens Closed Cup (PMCC) 인화점, °C	148
	UV 방향족, mmol/100g	6
	황, ppm	1
	질소, ppm	1

[0140] **실시예 4**

[0141] 실시예 3 의 시클로알칸 기저유를 CRI Fine Chemicals, Inc 로부터 구입한 부틸화 히드록시톨루엔 (BHT) 0.075 중량% 또는 0.28 중량% 와 혼합하였다. 샘플을 무첨가 방향족 오일을 함유하고, 2.0 중량% C9-C11 알킬벤젠 ("AB") 을 함유하고, 0.5 중량% C9-C11 알킬벤젠을 함유하고, 0.5 중량% 디메틸 나프탈렌 (DMN) 을 함유하고, 1 중량% 첨가 DMN 을 함유하고, 2.0 중량% 비페닐을 함유하도록 제조하였다. 생성 혼합물을 구리 촉매 코일의 존재 하에, 각각 72 시간 및 164 시간 동안의 2 별 테스트 표본을 통해 산소를 버블링시킴으로써, 110°C 의 배스 온도에서 산화시켰다. 시클로알칸 기저유를 형성된 슬러지 및 산의 양을 측정함으로써 각각의 숙성 기간의 끝에서 평가하였다. 테스트 표본을 n-헵탄으로 희석시키고, 용액을 여과하여 슬러지를 제거하였다. 슬러지를 건조시키고 중량을 재었다. 첨가된 p-나프톨-벤제인 용액의 색상 변화 (녹색-갈색) 에 의해 지시된 종점까지 슬러지가 없는 용액을 0.01 N 수산화칼륨으로 실온에서 적정하였다. ASTM D 2440, 참조로써 본

원에 삽입됨. 생성 가스발생 경향을 측정하기 위해, 참조로써 본원에 삽입된 테스트 방법 D2300 과정 B 를 기체화 셀 조립 및 뷰렛 조립을 이용해 수행하였다.

[0142] 샘플을 산성의 메틸렌 블루 수용액과 혼합하고, 클로로포름으로 처리하여, 소수성 이온쌍을 추출하였다. 조합된 클로로포름 추출물을 산 용액으로 세척하여, 덜 소수성인 (낮은 분배계수를 갖는) 이온쌍을 제거하였다.

[0143] 클로로포름 추출물 내에 남아 있는 청색의 세기를 650 nm 근처의 최대 흡수 파장에서 측정하였다. 결과를 하기 표에 나타낸다 ;

[0144]

	72 시간 슬러지	72 시간 TAN	164 시간 슬러지	164 시간 TAN	가스발생 경향
D3487 명세	최대 0.15	최대 0.5	최대 0.3	0.6	최대 30
시클로알칸 기저유	0.01	0.01	0.01	0.01	49
시클로알칸 기저유	0.01	0.01	0.03	0.13	45
시클로알칸 기저유 + 0.28 중량% BHT + 2.0 중량% AB	< 0.01	< 0.1	0.01	< 0.01	-56
시클로알칸 기저유 + 0.075 중량% BHT + 0.5 중량% AB	0.01	0.11	0.03	0.3	-7
시클로알칸 기저유 + 0.075 중량% BHT + 0.5 중량% DMN	0.02	0.01	0.05	1.74	23
시클로알칸 기저유 + 0.075 중량% BHT + 2.0 중량% 비페닐	0.03	< 0.01	0.02	0.05	-36
시클로알칸 기저유 + 0.075 중량% BHT + 1 중량% DMN	0.01	0.01	0.01	0.01	-5

[0145] 0.28 중량% BHT 및 2.0 중량% AB 가 있는, 샘플은 음성 가스발생 경향을 잘 나타내었다. 0.28 중량% BHT 및 0.5 중량% AB 가 있는, 샘플은 음성 가스발생 경향을 잘 나타내었다. 0.075 BHT 가 있는, 0.5 중량% DMN 및 1.0 중량% DMN 을 함유하는 샘플은 잘 수행하였다. 2.0 중량% AB, 0.5 중량% AB, 1.0 중량% DMN, 및 2.0 중량% 비페닐을 함유하는 샘플은, 음성 가스발생 경향을 나타내면서, 예외적으로 잘 수행하였다. 164 시간 TAN 결과는 실험적인 에러로 인한 것으로 여겨진다.

[0146] 당업자는, 본 발명의 취지 및 범주를 벗어나지 않으면서 전술한 것에 대해 많은 변형을 할 수 있음을 알 것이다. 본원에서 기술된 구현에는 단지 예시적인 것이고, 하기 청구항에서 정의된 본 발명을 제한하려 해서는 안 될 것이다.