



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0002678

(51)⁷ **C01B 31/02**

(13) **Y**

(21) 2-2014-00229

(22) 03/09/2014

(45) 25/08/2021 401

(43) 25/09/2015 330A

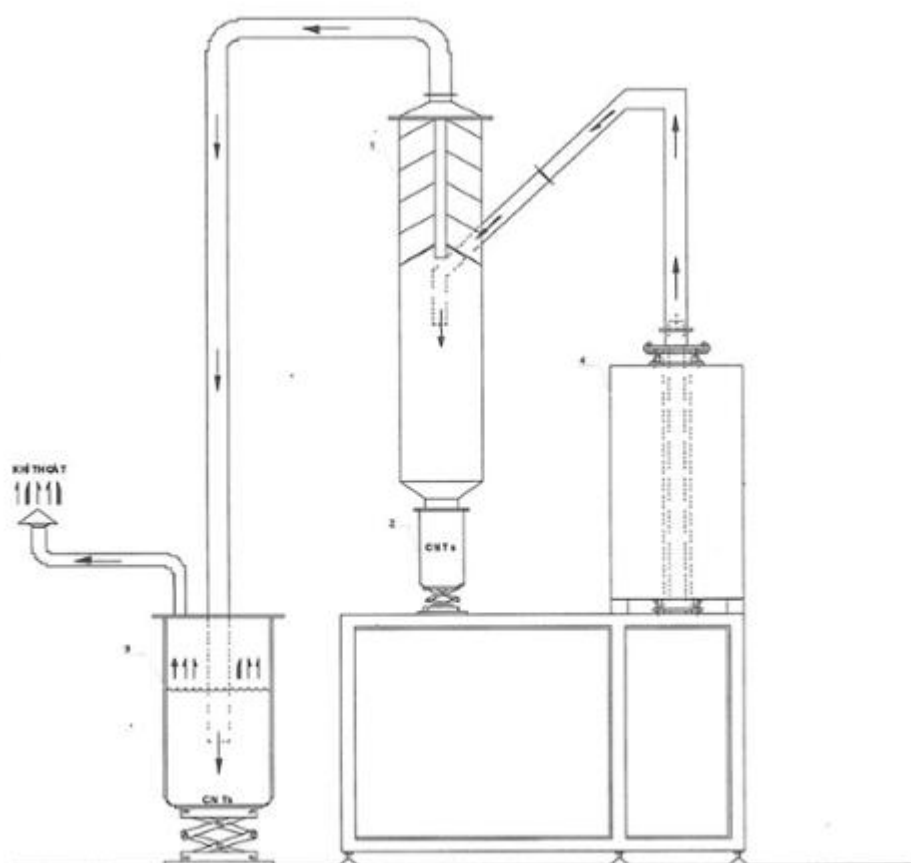
(73) Lê Văn Thăng (VN)

268 Lý Thường Kiệt, phường 14, quận 10, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Lê Văn Thăng (VN); Lưu Tuấn Anh (VN); Nguyễn Trần Hà (VN); Nguyễn Tuấn Thành (VN).

(54) **HỆ THỐNG THU HỒI VÀ LÀM SẠCH SẢN PHẨM ỐNG NANO CACBON ĐƠN
THÀNH**

(57) Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực công nghệ vật liệu, cụ thể đề cập đến hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm ống nano cacbon đơn thành bao gồm các bộ phận sau: bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4), bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3), bộ phận buồng phân tách (1), và bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2). Trong đó, giải pháp hữu ích áp dụng công nghệ hóa hơi từ nguyên liệu lỏng và phân hủy hơi lỏng bằng nguồn nhiệt, trong đó có kết hợp phương pháp tăng diện tích bề mặt của bộ phận thu hồi nhằm ngăn cản quá trình phân tán sản phẩm ống nano cacbon đơn thành và thất thoát ra ngoài; đồng thời tăng cường tiếp xúc dòng khí thoát qua dung dịch lỏng nhằm ngưng tụ sản phẩm ống nano cacbon đơn thành và thu hồi hơi nguyên liệu thừa. Ứng dụng bộ phận thu hồi và làm sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành có mục đích gia tăng năng suất của hệ thống, nâng cao chất lượng sản phẩm và giảm thiểu ô nhiễm môi trường.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực công nghệ vật liệu, cụ thể là đề cập đến hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm ống nano cacbon đơn thành được tích hợp trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành sử dụng thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi (FB-CVD: Fluidized Bed Chemical Vapor Deposition).

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Hiện nay, tại Việt Nam, sản phẩm ống nano cacbon đơn thành chưa được sản xuất, tất cả đều ở dạng nghiên cứu trong phòng thí nghiệm. Do chưa có hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành trong nước nên việc ứng dụng giải pháp thu hồi và làm sạch sản phẩm như trong đề xuất này là chưa có.

Trên thế giới, sản phẩm ống nano cacbon đơn thành đang được thương mại hóa và một số sản phẩm được sản xuất từ nguyên liệu lỏng. Tuy nhiên, đa phần hệ thống sản xuất của các hãng đều cho sản phẩm ống nano cacbon đơn thành thô, chưa được làm sạch và năng suất của hệ thống cũng không cao, tức là sản phẩm được thu hồi trực tiếp từ buồng phản ứng. Đến nay trên thế giới chưa thấy công bố ứng dụng kết hợp bộ thu hồi và làm sạch sản phẩm vào hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành từ nguồn lỏng.

Hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành từ nguồn lỏng có 03 phần chính gồm: bộ phận cung cấp và điều phối nguyên liệu: khí, chất lỏng; bộ phận tạo sương từ nguồn lỏng; bộ phận phản ứng là buồng phản ứng nhiệt độ cao dạng đứng.

Tuy nhiên, chưa có nghiên cứu nào ứng dụng giải pháp kỹ thuật kết hợp bộ thu hồi và làm sạch sản phẩm vào hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành từ nguồn lỏng.

Công nghệ phân huỷ dòng nguyên liệu lỏng sử dụng thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi FB-CVD (Fluidized Bed Chemical Vapor Deposition) đã được sử dụng trong nhiều nghiên cứu từ rất lâu, tuy nhiên kỹ thuật này mới chỉ được ứng dụng vào hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành trong một số nghiên cứu gần đây, với nhiều ưu điểm nổi trội như ứng dụng khá linh động các nguồn nguyên liệu đầu vào dạng lỏng; khả năng thay đổi năng suất của hệ thống và các thông số quy trình sản xuất dễ dàng tùy thuộc loại nguyên liệu lỏng đầu vào và năng suất của hệ thống cao. Tuy nhiên công nghệ này còn tồn tại một số nhược điểm như: sản phẩm tạo thành có nhiều tạp chất; gây ô nhiễm môi trường do nguyên liệu thừa thải ra và năng suất không cao do sản phẩm tạo thành bị thoát ra ngoài theo hơi thừa của hệ thống.

Trong khi các nghiên cứu cùng loại về hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành không có khả năng tăng cường thu hồi sản phẩm. Hoặc những hệ thống sản xuất hiện nay có công đoạn làm sạch sản phẩm sau thu hồi nhưng không liên tục mà nằm tách biệt hoàn toàn với hệ thống sản xuất. Ngoài ra, khí thoát ra của hệ thống sản xuất cùng loại có bao gồm các nguyên liệu thừa và sản phẩm không thu hồi được.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Do đó, mục đích của giải pháp hữu ích là nhằm khắc phục nhược điểm của kỹ thuật đã nêu ở trên. Giải pháp hữu ích đề xuất việc kết hợp hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm vào hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành trong thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi. Cụ thể, giải pháp hữu ích

đề xuất hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm ống nano cacbon đơn thành bao gồm các bộ phận sau:

bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4); bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3); bộ phận buồng phân tách (1); và bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2); trong đó:

bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4) được nối với đầu ra của thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi (FB-CVF) để nhận chất lưu là các sản phẩm phản ứng từ buồng phản ứng của thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi, bộ phận này kín khí và có đường dẫn để dẫn chất lưu đến buồng phân tách (1);

bộ phận buồng phân tách (1) dạng hình trụ, đầu trên được nối với bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3) và đầu dưới được nối với bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2), ở giữa được nối với bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4);

bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2) có thể tích cần thiết để chứa được sản phẩm cacbon trong khoảng thời gian phù hợp; và

bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3) được tạo cấu hình để điều chỉnh được áp suất và lưu lượng thoát khí của chất lưu trong buồng phân tách (1) sao cho áp suất chất lưu trong buồng phân tách (1) này được kiểm soát để quá trình phân tầng và tách chất lưu xảy ra.

Giải pháp hữu ích sử dụng công nghệ hóa hơi từ nguyên liệu lỏng và phân huỷ hơi lỏng bằng nguồn nhiệt, trong đó có kết hợp phương pháp tăng diện tích bề mặt của bộ phận thu hồi nhằm ngăn cản quá trình phân tán sản phẩm ống nano cacbon đơn thành (Single walled nanotubes – SWCNTs) thất thoát ra ngoài; đồng thời tăng cường tiếp xúc dòng khí thoát qua dung dịch lỏng nhằm ngưng tụ sản phẩm ống nano cacbon đơn thành và thu hồi hơi nguyên liệu thừa. Ứng dụng hệ thống thu hồi và làm

sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành có mục đích gia tăng năng suất của hệ thống, nâng cao chất lượng sản phẩm và giảm thiểu ô nhiễm môi trường.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1: Hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành theo giải pháp hữu ích.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Như được thể hiện trên hình 1, dòng chất lưu đi ra từ buồng lò phản ứng của hệ thống FB-CVD gồm 03 loại như sau: sản phẩm cacbon hoá như ống nano cacbon đơn thành (Single walled Nanotubes –SWNTs), ống nano cacbon đa thành (Multi walled nanotube –MWNTs) hoặc cacbon vô định hình; khí argon; tạp chất (sương hydrocacbon lỏng chưa phản ứng; hạt xúc tác).

Chức năng của hệ thống thu hồi là thu hồi sản phẩm cacbon hoá và loại bỏ khí argon, tạp chất đưa vào hệ thống xử lý trước khi đưa ra môi trường.

Mỗi sản phẩm cacbon hoá có trọng lượng lớn hơn trọng lượng khí argon và các tạp chất trong chất lưu đi ra từ buồng nhiệt phản ứng, chưa kể các sản phẩm cacbon hoá có khả năng kết tụ lại trong quá trình di chuyển từ buồng phản ứng tới buồng phân tách của hệ thống thu hồi, nên lớp sản phẩm cacbon hoá càng có trọng lượng lớn hơn rất nhiều so với trọng lượng của hai lớp còn lại.

Để thu hồi sản phẩm cacbon hoá từ chất lưu thì hệ thống này phải phân tách được lớp sản phẩm cacbon hoá với các lớp chất khác trong chất lưu. Dựa vào sự khác nhau về khối lượng của các lớp chất trong chất lưu, nên bộ phân phân tách lớp chất được thiết kế theo nguyên lý tầng sôi.

Cấu tạo của hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành bằng phương pháp phân tách lớp chất lưu theo nguyên lý tầng sôi bao gồm các bộ phận: bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng 4; bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng khí thoát 3; bộ phận buồng phân tách 1; bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon 2.

Trong đó:

a) Bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng 4: bộ phận này cần kín khí, đường dẫn chất lưu đơn giản đảm bảo dòng chất lưu dễ dàng đưa đến được buồng phân tách.

b) Bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng khí thoát 3: bộ phận này rất quan trọng, nó quyết định khả năng thành công trong việc phân tách sản phẩm cacbon hoá thu được trong chất lưu. Nên bộ phận này được thiết kế cần điều chỉnh được áp suất và lưu lượng thoát của phân tầng chất khí của chất lưu trong buồng phân tách.

c) Buồng phân tách 1: cần có đủ không gian chiều dài và đường kính và bộ phận này kết hợp với bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng khí thoát để cho quá trình phân tầng dễ dàng xảy ra.

d) Bồn chứa sản phẩm ống nano cacbon 2: có thể tích cần thiết để chứa được sản phẩm cacbon trong khoảng thời gian phù hợp.

Chất xúc tác được cấp và phân tán trực tiếp vào nguồn nguyên liệu đầu vào trước khi đi vào buồng phản ứng nên tạo hiệu suất phản ứng cao. Phương án này ưu việt hơn các hệ thống sản xuất ống nano cacbon (Carbon Nanotubes-CNTs) từ nguồn lỏng khác bởi chất xúc tác được đưa trực tiếp vào buồng phản ứng và việc phân tán chất xúc tác này phụ thuộc vào dòng khí trong buồng phản ứng, nên chất xúc tác kết hợp với nguồn lỏng ở dạng sương trong buồng phản ứng cho hiệu quả thấp hơn nhiều, gây lãng phí chất xúc tác.

Theo một phương án ưu tiên, giải pháp hữu ích đề xuất hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành bao gồm:

a) Buồng phân tách 1 có hình trụ, đáy côn có kích thước đường kính 300mm, chiều dài 1500mm tương đương thể tích 140 lít và cùng với thể tích buồng phản ứng là 6,5 lít thì lưu lượng khí Ar cung cấp cho hệ thống phản ứng và thu hồi nằm trong khoảng từ 4 tới 6 lít/phút. Cần có sự chênh lệch áp suất từ 1 tới 1,3 bar trong buồng phân tách 1 để các sản phẩm ống nano cacbon được phân tách khỏi dòng khí luân chuyển trong hệ thống.

b) Bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (Carbon Nanotubes-CNTs) 2 được làm bằng vật liệu thủy tinh chịu nhiệt, có hình dạng trụ tròn đường kính 150mm, chiều cao 250mm, tương ứng với khả năng chứa được 300g sản phẩm CNTs. Bộ phận này làm bằng vật liệu thủy tinh trong suốt nên trong quá trình hoạt động, người vận hành có thể kiểm tra giám sát lượng sản phẩm thu được và tiến hành lấy sản phẩm bằng cách sử dụng hệ thống nâng hạ lấy bộ phận chứa này ra và thay bộ phận chứa khác vào trong khi hệ thống vẫn đang hoạt động.

c) Bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng 4 có buồng phản ứng làm bằng vật liệu thạch anh, chịu nhiệt 1200°C. Buồng phản ứng có hình dạng trụ tròn với đường kính 80mm, chiều dài 1200mm. Xung quanh buồng phản ứng của bộ phận cấp chất lưu có hệ thống gia nhiệt nhằm duy trì nhiệt độ phản ứng trong khoảng 850 – 950°C, tùy lưu lượng lưu chất và lưu lượng khí cấp vào. Hệ thống gia nhiệt này được bảo ôn bằng gạch xốp cao nhôm, chịu nhiệt lớn nhất tới 2000°C. Bao ngoài của bộ phận cấp chất lưu có hình dạng khối chữ nhật, kích thước 500x600x1200 mm. Bộ phận này tạo môi trường nhiệt độ, khí trợ nhằm giúp phản ứng hình thành sản phẩm ống nano cacbon đồng thời hình thành luồng áp khí nhằm đưa sản phẩm ống nano cacbon tới buồng phân tách 1.

d) Bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng khí thoát 3 được làm bằng vật liệu inox US304 chịu nhiệt, chịu ăn mòn. Bộ phận này có hình dạng trụ tròn đường kính 300mm, chiều cao 450mm. Bộ phận này có thể thay đổi vị trí theo chiều thẳng đứng bằng hệ thống nâng hạ để điều chỉnh mực lưu chất trong bộ phận này so với miệng thoát khí từ buồng phân tách 1. Mục đích là để giảm nhiệt, lưu giữ lại các xúc tác kim loại nặng từ khí thoát ra của quá trình phản ứng và đồng thời đảm bảo áp suất trong hệ thống không được vượt quá áp suất cho phép.

Hiệu quả của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề xuất hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm trong hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành giúp cải tiến hệ thống sản xuất ống nano cacbon đơn thành trên 3 phương diện:

- chất lượng sản phẩm,
- năng suất hệ thống, và
- vấn đề môi trường.

Cụ thể như: tạo ra sản phẩm có chất lượng tốt, độ tinh khiết cao và khả năng ứng dụng rộng; giảm thất thoát sản phẩm ra ngoài theo đường thoát hơi của hệ thống, sản phẩm sẽ được kết tụ trong bộ phận thu hồi, do đó năng suất hệ thống được gia tăng, chi phí sản xuất giảm; khí thoát ra từ hệ thống có chứa nguyên liệu thừa độc hại không thải trực tiếp ra ngoài môi trường mà qua bộ ngưng tụ và làm sạch sản phẩm, khí thải ra ngoài môi trường hoàn toàn sạch và không chứa các thành phần gây độc hại.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hệ thống thu hồi và làm sạch sản phẩm ống nano cacbon đơn thành bao gồm các bộ phận sau:

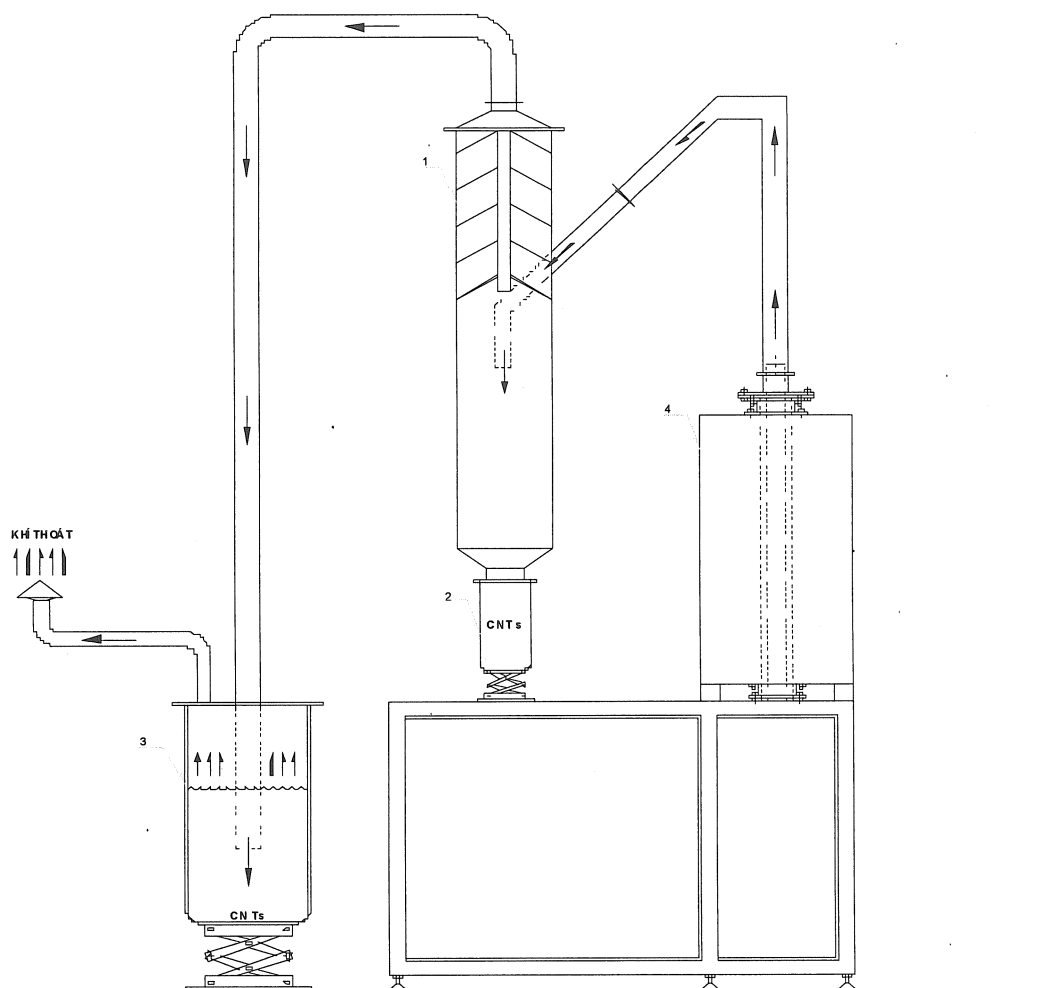
bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4); bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3); bộ phận buồng phân tách (1); và bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2); trong đó:

bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4) được nối với đầu ra của thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi (FB-CVF) để nhận chất lưu là các sản phẩm phản ứng từ buồng phản ứng của thiết bị kết tụ hơi hóa học tầng sôi, bộ phận này kín khí và có đường dẫn để dẫn chất lưu đến buồng phân tách (1);

bộ phận buồng phân tách (1) dạng hình trụ, đầu trên được nối với bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3) và đầu dưới được nối với bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2), ở giữa được nối với bộ phận cấp chất lưu từ buồng phản ứng (4);

bộ phận chứa sản phẩm ống nano cacbon (2) có thể tích cần thiết để chứa được sản phẩm cacbon trong khoảng thời gian phù hợp; và

bộ phận điều phối áp suất và lưu lượng chất lưu (3) được tạo cấu hình để điều chỉnh được áp suất và lưu lượng thoát khí của chất lưu trong buồng phân tách (1) sao cho áp suất chất lưu trong buồng phân tách (1) này được kiểm soát để quá trình phân tầng và tách chất lưu xảy ra.



Hình 1