



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

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

(11)



1-0032276

(51)⁷ C10G 75/00; G01N 21/49; C10G 9/00; (13) B
C10G 11/00

(21) 1-2015-01543

(22) 30/10/2013

(86) PCT/IB2013/059788 30/10/2013

(87) WO 2014/068498 08/05/2014

(30) RM2012A000520 30/10/2012 IT

(45) 25/06/2022 411

(43) 25/08/2015 329A

(73) CHIMEC S.P.A. (IT)

Via delle Ande 19, I-00144 Roma RM, Italy

(72) Marco BUCCOLINI (IT); Milena MANTARRO (IT); Michele BANCONE (IT);
Vincenzo SIANO (IT).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP THEO DÕI VÀ ĐIỀU CHỈNH CÁC ĐIỀU KIỆN VẬN HÀNH
CỦA THIẾT BỊ CRACKING NHIỆT VÀ/HOẶC XÚC TÁC VÀ THIẾT BỊ LIÊN
QUAN

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp theo dõi và điều chỉnh các điều kiện vận hành của thiết bị cracking nhiệt và/hoặc xúc tác và thiết bị liên quan. Các thiết bị chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác, mà có thể thấy được trong chu trình sản xuất ở nhà máy tinh chế, thường sử dụng cặn của quá trình chưng cất dầu mỏ, theo cách khác, chuyên dùng cho nhựa bitum hoặc dầu nhiên liệu (các sản phẩm hiên nhiên có giá trị thương mại thấp), để chuyển hóa một phần các sản phẩm này thành các sản phẩm nhẹ hơn và có giá trị lớn hơn. Việc chuyển hóa này cho phép thu được lượng đáng kể các sản phẩm chưng cất, như khí, benzen, dầu hỏa và dầu diesel. Quy trình chuyển hóa được thực hiện sao cho tối đa hóa hiệu suất sản xuất các sản phẩm chưng cất, theo đó làm giảm tổng hiệu suất sản xuất cặn nặng. Việc điều chỉnh các thông số vận hành của thiết bị được mô tả ở trên cho mục đích tối ưu hóa hiệu suất sản xuất các sản phẩm nhẹ và kiểm soát các thiết bị có điều kiện gây tắc nghẽn được kiểm soát được thực hiện bằng phương pháp xác định asphalten bị kết tụ và các hạt cacbon được tạo huyền phù trong cặn đáy được tạo ra. Sáng chế đề cập đến quy trình cải tiến dùng để xác định xu hướng dịch đáy gây tắc nghẽn trong các điều kiện đã xác định được của thiết bị mà cho phép thu được các sản phẩm chưng cất nhẹ với hiệu suất lớn hơn, kiểm soát tốt hơn sự gây tắc nghẽn trong thiết bị, và do đó làm mức tiêu thụ năng lượng đi kèm. Ngoài ra, quy trình được mô tả trong sáng chế cho phép xác định xu hướng gây tắc nghẽn trong mẫu ngay khi đang vận hành và theo thời gian thực mà không cần bất kỳ bước xử lý nào.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các quy trình và thiết bị chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác và các thiết bị liên quan, và đề cập đến quy trình cải tiến dựa trên việc đo một thông số mới gọi là CV/IR để xác định xu hướng cặn đáy gây tắc nghẽn trong thiết bị và cho phép nâng cao sản lượng của các sản phẩm chưng cất nhẹ, kiểm soát tốt hơn hiện tượng gây tắc nghẽn xuất hiện trong thiết bị, và do đó, giảm mức tiêu thụ năng lượng. Ngoài ra, quy trình mới được mô tả trong sáng chế cho phép xác định xu hướng gây tắc nghẽn ngay cả khi thiết bị đang vận hành và theo thời gian thực giống như mẫu được phân tích mà không cần đến bất kỳ bước xử lý hoặc pha loãng nào.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các thiết bị chuyển hóa nhiệt, như các thiết bị phá nhót (visbreaking - VSB), và/hoặc các thiết bị xúc tác (cả loại tầng sôi lẫn loại tầng cố định, như thiết bị FCC, LC Finer, H-Oil và các thiết bị tương tự), mà có thể được tìm thấy trong chu trình sản xuất tại các nhà máy tinh chế, tập trung vào việc sử dụng cặn của quá trình chưng cất dầu mỏ, mặt khác, nhựa bitum hoặc dầu nhiên liệu (các sản phẩm được biết là có giá trị thương mại thấp), để chuyển hóa các sản phẩm này, một phần thành các sản phẩm nhẹ hơn có giá trị lớn hơn. Việc chuyển hóa này cho phép thu được các sản phẩm đã chưng cất với lượng đáng kể, như khí, ét-xăng, dầu hỏa và dầu diesel.

Thông thường, quy trình chuyển hóa được thực hiện sao cho tối đa hóa hiệu suất sản xuất các sản phẩm chưng cất, nhờ đó làm giảm tổng hiệu suất các cặn nặng.

Việc điều chỉnh các thông số vận hành của thiết bị được mô tả ở trên nhằm mục đích tối ưu hóa hiệu suất sản xuất các sản phẩm nhẹ và kiểm soát thiết bị có các điều kiện gây tắc nghẽn được kiểm soát được thực hiện bằng phương pháp xác định lượng asphalten bị kết tụ và lượng hạt cacbon được tạo huyền phù trong nhiên liệu và trong cặn đáy được tạo ra. Cặn này là dịch dạng dầu rất đục, có tỷ trọng cao, còn được gọi là hắc ín.

Để tăng hiệu suất của thiết bị và theo đó, làm giảm lượng hắc ín được tạo ra

bằng với lượng nhiên liệu, cần thiết phải tăng yêu cầu đối với điều kiện vận hành của chu trình, ví dụ tăng nhiệt độ của lò đốt. Tuy nhiên, việc vận hành thiết bị ở yêu cầu cao nhất có thể có một số nhược điểm. Nhược điểm thứ nhất là hiện tượng gây tắc nghẽn của thiết bị. Hiện tượng này xuất hiện do sự tạo thành cặn cacbon rắn và các chất rắn gây tắc nghẽn khác. Các cặn gây tắc nghẽn này là các hạt, và phân đoạn không mong muốn của sản phẩm trung gian trong quá trình sản xuất và phân đoạn của thành phẩm, cụ thể là hắc ín. Phân đoạn hạt này chứa các hạt than cốc (cacbon vô định hình), đã được biết là ‘các hạt tối’, nói một cách khác là giai đoạn loại hydro hóa tối đa của asphalten, còn được gọi là giai đoạn các hạt asphalten bị loại hydro ở mức cao, nếu không nói là bị loại hydro hoàn toàn. Do bản chất rắn của chúng nên các hạt này có xu hướng lắng đọng trên bề mặt bên trong của thiết bị, do đó gây tắc nghẽn cho chính thiết bị này và dẫn tới việc cần dừng chu trình chuyển hóa nhiệt để loại bỏ các hạt nêu trên.

Nhược điểm thứ hai là do yêu cầu cao đối với điều kiện vận hành do sự không ổn định của hắc ín. Trong thực tế, hắc ín được tạo ra từ nền dầu chứa các thành phần thơm, các nhựa và asphalten. Asphalten, thường không tan trong nền dầu, được giữ trong dung dịch/thể phân tán theo cách ổn định bằng các nhựa. Tuy nhiên, nếu yêu cầu đối với các điều kiện vận hành (ví dụ, nhiệt độ cao của lò đốt) tăng thì tỷ lệ của asphalten: các nhựa bị thay đổi và lượng nhựa sẵn có không còn đủ để giữ asphalten trong dung dịch. Theo thời gian, điều này gây ra sự thay đổi bất thường của asphalten và sự bất ổn sau đó của cặn (hắc ín), do đó làm cho nó không thể sử dụng.

Nhiều phương pháp giám sát quy trình chuyển hóa nhiệt đã được biết đến trong giải pháp kỹ thuật đã biết.

Có một mối liên hệ giữa (a) hiệu suất sản xuất các sản phẩm chưng cất và tinh chế, (b) mức độ gây tắc nghẽn, và (c) độ ổn định của cặn (hắc ín). Việc tăng yêu cầu đối với các điều kiện vận hành, ví dụ tăng nhiệt độ của lò đốt hoặc nhiệt độ tại phần xả ra từ lò đốt, sẽ làm tăng hiệu suất sản xuất các sản phẩm chưng cất, nhưng cũng làm tăng mức gây tắc nghẽn và sẽ làm giảm độ ổn định của hắc ín.

Ngay sau khi các điều kiện vận hành tối ưu đạt được, trạng thái mà sự phù hợp giữa các thông số nêu trên được xác định, chu trình chuyển hóa nhiệt phải được theo dõi đều đặn dựa trên các thông số mà cho phép xác định, trong các sản phẩm thu được,

sự sai lệch bất kỳ so với các đặc tính đã xác định trước đó và do đó, cho phép hiệu chỉnh các điều kiện vận hành, đưa các đặc tính này về mức mong muốn.

Các phương pháp thường được dùng để xác định các điều kiện vận hành và để theo dõi quá trình phá nhót được đánh giá theo một trong bốn thông số sau: PV (giá trị peptit hóa), FR (tỷ lệ keo tụ), MB (đương lượng xylen) và HFT (thí nghiệm lọc nóng), mà xác định độ ổn định của hắc ín và sự có mặt của các chất rắn phân tán mịn sử dụng các phương pháp khác nhau. Xem patent IT 1811979 (Chimec).

Các phương pháp nêu trên có rất nhiều nhược điểm đã biết. Chúng kéo dài do các bước cần thiết bao gồm pha loãng, gia nhiệt (30 phút) và làm nguội liên tiếp (30 phút) và không dễ thực hiện. Kết quả bị ảnh hưởng nặng nề bởi độ nhạy của thiết bị được dùng và người vận hành. Nói cách khác, các phương pháp này mang tính chủ quan, rất không tin cậy, và không cho phép theo dõi nhanh thiết bị.

Một nhược điểm khác nữa là các phương pháp này xác định độ ổn định của hắc ín, nhưng không có tham chiếu trực tiếp bất kỳ (tỷ lệ) đến hiện tượng gây tắc nghẽn trong thiết bị, mà như đã thấy, chủ yếu do sự có mặt của hắc ín và các sản phẩm trung gian khác của các hạt than cốc rắn và các hạt asphalten ở giai đoạn loại hydro hóa tối đa gây ra.

Một ưu điểm đáng kể của các phương pháp dựa trên một trong bốn thông số nêu trên được tạo ra bởi việc đưa vào thông số CV tức thời của người nộp đơn (xem patent IT 1211978 và EP0529397-B1).

Thông số tham chiếu CV mới này đối với độ ổn định của hắc ín và đối với sự gây tắc nghẽn tương ứng với số lượng hạt hình đốm tối màu có mặt trong cặn đáy (hắc ín) được đo sử dụng kỹ thuật dùng kính hiển vi quang học và có kích thước thông thường bao gồm khoảng xuất hiện tối đa nằm trong khoảng từ 1 đến 20 μm . Các hạt này được tạo thành bởi than cốc (cacbon vô định hình), mà là giai đoạn loại hydro tối đa của asphalten. Phương pháp này, sử dụng mức độ gây tắc nghẽn làm thuật ngữ tham chiếu, cho phép kiểm soát nhiệt độ xử lý, và do đó hiệu suất, đạt tới giá trị lớn nhất mà ngưỡng gây tắc nghẽn đã xác định trước không vượt qua.

Việc theo dõi thông số CV cần quan sát trực tiếp mẫu hắc ín dưới kính hiển vi, mà không bổ sung dung môi kết tụ bất kỳ, và đếm hạt than cốc có mặt trong mẫu. Do đó, hệ số CV cho phép thực hiện quy trình theo dõi chu trình phá nhót theo thời gian

thực (các lần phân tích được thực hiện trong vài phút) và cũng cho phép điều chỉnh tức thì các điều kiện vận hành mà tại đó CV cho thấy hiện tượng gây tắc nghẽn diễn ra quá mức.

Tuy nhiên, phương pháp này không phải không có nhược điểm. Thông số CV tức thì được đưa ra từ việc cộng các diện tích mà có thể là tham chiếu cho hạt có mặt trong cặn và trong thực tế được đo bằng đơn vị μm^2 . Hạt này được xác định bằng cách nhỏ một giọt cặn đã gia nhiệt (trong thực tế cặn là chất rắn ở nhiệt độ môi trường) lên kính mang vật của kính hiển vi, làm vỡ giọt cặn này bằng kính mang vật có lá kính phủ để thu được lớp mỏng và trong suốt, quan sát bằng mắt thường ảnh đã phóng to bằng kính hiển vi trên máy quay, và cuối cùng, đếm diện tích chứa các hạt nhìn thấy trong ảnh sử dụng phần mềm thích hợp. Tuy nhiên, tất cả các bước này đều liên quan đến việc xử lý mẫu ban đầu quen thuộc, hoặc tạo ra lớp mỏng bằng tay, mà có thể đọc được bằng kính hiển vi hoạt động trong phổ có bước sóng nhìn thấy. Nếu giọt cặn không phải là lượng nhỏ (vài mg) và nếu lớp thu được không đủ mỏng (vài chục micron), thì việc quan sát bằng kính hiển vi quang học sẽ bị che khuất hoàn toàn. Trong thực tế, các hạt thường lẫn vào với nền tối do lớp mẫu hoàn toàn màu đen, một lớp mà nguồn sáng của kính hiển vi không xuyên qua, mà thực hiện chức năng theo kiểu truyền qua.

Những giải pháp khắc phục vấn đề nêu trên đã được nêu trong các tài liệu chuyên ngành. Công bố đơn quốc tế số WO- 2001/38459 "*Method for improving thermal cracking process and product yields therefrom (Baker Hughes Inc.)*"

Quy trình được mô tả trong sáng chế dựa trên việc ước giá hai thông số: một thông số liên quan đến độ ổn định của cặn và một thông số (số đếm hạt) liên quan đến hiện tượng gây tắc nghẽn. Thông số thứ nhất tương ứng với PV truyền thống và được xác định bằng cách bổ sung liên tiếp dung môi làm mất sự ổn định của asphalten (n-heptan) vào hắc ín.

Một phân ước của cặn được pha loãng nhiều lần bằng dung môi thứ nhất mà hòa tan hoàn toàn asphalten (toluen, xylen, v.v.). Bước này là cần thiết bởi cặn rất tối màu và chắn sáng và do đó, nếu ban đầu không pha loãng để làm cho dung dịch trở lên trong suốt thì không thể thực hiện phép đo bất kỳ. Loạt bổ sung dung môi thứ hai sau đó được thực hiện liên tiếp (bằng máy chuẩn độ điện thế tự động), nhờ đó dung môi

làm mất sự ổn định của asphalten (n-heptan) nêu trên, gây ra hiện tượng peptit hóa asphalten này (kết bông, mà lại được phân tán lại trong cặn). Khi lượng cần thiết của dung môi thứ hai được bổ sung vào, asphalten bị mất ổn định kết tủa và có thể được xác định bằng đầu dò NIR (hồng ngoại gần). Trong trường hợp này, thông số thu được gọi là ISI (chỉ số ổn định trong vùng hồng ngoại), không phải là giá trị đếm diện tích chứa hạt, nhưng được biểu thị dưới dạng lượng dung môi n-heptan được bổ sung vào mẫu cần để đánh dấu kết tủa dễ thấy của asphalten. Tốt hơn, nếu nó được biểu thị dưới dạng tỷ lệ của thể tích bổ sung so với thể tích mẫu ban đầu. Như đã nêu, việc xử lý khá phức tạp và cần pha loãng cặn nhiều lần để thu được chỉ số này.

Thông số thứ hai được đo là số đếm hạt than cốc bằng cách pha loãng mẫu nhiều lần và đếm hạt than cốc trong dung dịch thu được bằng cách sử dụng đầu dò laze. Mặc dù tia laze là nguồn mang năng lượng lớn, hoạt động trong phổ nhìn thấy và do đó, để đếm được hạt, cần dung dịch phải không quá đục và ít nhất là trong suốt một phần đối với bức xạ ánh sáng. Do cặn có màu đen sẫm, nên mẫu phải được pha loãng nhiều lần. Tỷ lệ giữa dung môi và cặn phải nằm trong khoảng từ 1.000.000:1 đến 5:1, nhưng tốt hơn là bằng 100.000:1

Giải pháp thứ hai để khắc phục các vấn đề nêu trên liên quan đến việc xác định thông số CV được mô tả trong EP1092976 – Xác định hạt bằng đốm âm thanh (Baker Hughes Inc.).

Tài liệu nêu trên hướng dẫn việc đếm các hạt phân tán trong cặn sử dụng đầu dò siêu âm. Mặc dù tác giả của tài liệu nêu trên khẳng định rằng mẫu dò có thể là giải pháp khả thi để thực hiện phép đo trực tuyến theo thời gian thực trong khi vận hành thiết bị, phương pháp này rất phức tạp và không có ví dụ về việc thực hiện trong thực hành được cung cấp trong sáng chế. Khả năng không áp dụng được và tính cực kỳ phức tạp của kỹ thuật này được chứng minh bằng thực tế là hệ thống đo được mô tả dường như không chuyên dùng cho các thiết bị thực tế.

Cuối cùng, công đơn quốc tế số WO2011068612 “*Application of Visbreaker analysis tools to optimize performances*” (General Electric) mô tả quy trình hoàn toàn tương đương với quy trình được mô tả trong các patent của người nộp đơn này, Chimec (ở trên) và dựa trên việc đo thông số tương đương với CV. Trong quy trình theo WO’612, hạt cacbon có mặt trong cặn đáy được đếm trên mẫu bằng máy đọc (đầu

dò laze) mà quét trên kính mang vật đặt dưới kính hiển vi; cũng trong trường hợp này, việc đếm được thực hiện với dung dịch trong suốt và trong vùng ánh sáng nhìn thấy. Các kết quả luôn luôn được biểu thị bằng diện tích chứa hạt đếm được, và việc xử lý mẫu giống như được mô tả trong phương pháp được bộc lộ trong patent số IT 1211978 và EP0529397-B1.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là khắc phục các nhược điểm của các quy trình và phương pháp đã biết.

Sáng chế dựa trên phát hiện đáng ngạc nhiên là các hạt tối có mặt trong môi trường mà có độ chấn sáng cao (độ đục cao) có thể được nhìn thấy và đếm theo cách cực nhanh, hiệu quả và cho kết quả ổn định bằng phương pháp phân tích mẫu sử dụng bức xạ trong vùng hồng ngoại (IR).

Dựa vào khả năng xuyên qua chất lỏng tối và mờ đục của tia IR nên kỹ thuật dựa trên tia IR đặc biệt hữu dụng để đếm hạt cacbon trong cặn đáy của thiết bị chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác, mà không cần pha loãng hoặc tạo thành lớp mỏng từ mẫu cặn như trong các kỹ thuật đã biết.

Do đó, mục đích thứ nhất sáng chế đề xuất phương pháp xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc asphalten đã loại hydro trong dịch dạng dầu mờ đục trong vùng nhìn thấy, đặc trưng ở chỗ, mẫu dịch được chiếu ánh sáng hồng ngoại và bức xạ đi qua mẫu đã chiếu được xử lý lại thành tín hiệu tương quan với nồng độ của các hạt nêu trên.

Cụ thể, tín hiệu nêu trên tương quan với nồng độ các hạt trong mẫu được biểu thị dưới dạng số lượng hạt trên thể tích cặn (n/v hoặc n/ml), dưới dạng số lượng hạt trên trọng lượng (n/w hoặc n/gr), dưới dạng tỷ lệ phần trăm của tổng diện tích hạt trên diện tích trường quan sát (%), dưới dạng thể tích hạt trên trọng lượng mẫu (v/w hoặc $\mu l/gr$ hoặc l/kg), hoặc dưới dạng tỷ lệ phần trăm thể tích hạt trên thể tích của mẫu cặn được phân tích (%).

Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, dịch dầu mờ đục là cặn đáy (hắc ín) của quy trình chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác dầu mỏ.

Dịch dầu mờ đục nên được chiếu xạ IR ở dạng không pha loãng.

Theo phương án khác của sáng chế, việc xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc asphalten đã loại hydro được thực hiện bằng thiết bị trong hoạt động chuyển hóa nhiệt.

Theo phương án khác của sáng chế, mẫu được phân tích bằng kính hiển vi quang học hồng ngoại.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, phương pháp bao gồm kiểu đọc pha giữa (giữa pha rắn và pha lỏng) của cacbon bổ sung bằng ánh sáng IR phân cực.

Mục đích thứ hai của sáng chế là đề xuất thiết bị dùng để xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong dịch dạng dầu mờ đục trong vùng nhìn thấy, bao gồm nguồn ánh sáng IR có thể hội tụ trên mẫu được phân tích, phương tiện để nhận bức xạ đi qua mẫu, phương tiện để chuyển đổi bức xạ đi qua mẫu thành tín hiệu tương quan với nồng độ của hạt có mặt trong mẫu.

Thiết bị này có thể bao gồm các bộ phận sau: bộ lấy mẫu tự động, buồng đọc, bộ xử lý lại tín hiệu, hoặc theo cách khác, bộ xử lý lại và truyền tín hiệu.

Theo phương án cụ thể, buồng đọc bao gồm kính hiển vi quang học hồng ngoại.

Theo phương án khác, sáng chế bao gồm kính phân cực ánh sáng IR được lắp vào giữa nguồn và máy quay video.

Theo phương án khác, bộ phận xử lý lại tín hiệu bao gồm máy quay video được nối với màn hình để hiển thị ảnh của mẫu được phân tích.

Thiết bị này tùy ý bao gồm buồng ổn nhiệt ở phía trước buồng đọc, và tùy ý, phương tiện để lấy mẫu khỏi buồng đọc.

Theo phương án khác, thiết bị nêu trên được tích hợp vào thiết bị chuyển hóa nhiệt thông qua đường vòng từ dây chuyền.

Mục đích thứ ba của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chỉnh các điều kiện vận hành thiết bị chuyển hóa nhiệt dầu mỏ, bao gồm các bước sau:

- xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro có mặt trong cặn đáy của thiết bị bằng cách chiếu xạ mẫu cặn bằng ánh sáng IR,
- chuyển đổi bức xạ đi qua mẫu đã chiếu xạ thành tín hiệu (thông số CV/IR) tương quan với nồng độ của hạt nêu trên,

khác biệt ở chỗ, các điều kiện vận hành của thiết bị được hiệu chỉnh theo giá trị CV/IR xác định được. Cụ thể, khi thông số CV/IR cho thấy lượng nhiên liệu cacbon cao hơn ngưỡng giới hạn đặt trước thì sẽ thực hiện thao tác giảm nhiệt độ của lò đốt và/hoặc tăng lượng chất phụ gia làm ổn định trong nhiên liệu của thiết bị, để làm giảm khả năng gây tắc nghẽn của thiết bị.

Khi thông số CV/IR cho thấy lượng nhiên liệu cacbon thấp hơn ngưỡng đặt trước thì sẽ thực hiện thao tác tăng nhiệt độ của lò đốt, đồng thời tăng các phân đoạn của sản phẩm chưng cất nhẹ theo yêu cầu.

Tín hiệu tương quan với nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong mẫu sẽ khởi động tự động một loạt các hoạt động hiệu chỉnh các điều kiện vận hành của thiết bị.

Theo phương án được ưu tiên, mẫu cần được phân tích ở dạng không được pha loãng và/hoặc việc xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong mẫu cần và hiệu chỉnh các điều kiện được thực hiện bằng thiết bị trong khi vận hành và theo thời gian thực.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1: Hộp A: Các ảnh thu được sử dụng CV thông thường. Hộp B: Các ảnh khác thu được sử dụng CV/IR.

Fig.2: Mô hình dựng ba chiều của trường CV $785\ \mu\text{m}^2$; tổng thể tích của hạt xấp xỉ 5%.

Fig.3: Đồ thị thể hiện các giá trị CV (tính bằng μm^2) trên trục hoành theo giá trị CV/IR (tính bằng % diện tích) trên trục tung: đường xu hướng, mà chỉ tất cả các điểm, có hệ số R^2 bằng 0,95, cho thấy mối tương quan tốt giữa hai bộ giá trị này.

Fig.4: Kết quả thu được từ các phép phân tích thông số CV/IR.

Fig.5: Ví dụ về hệ thống hoàn toàn tự động của thiết bị theo sáng chế.

Fig.6: Đồ thị của các ống kính được dùng trong thiết bị theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Yếu tố sáng tạo của phương pháp và quy trình của sáng chế là nguồn chiếu sáng mẫu: theo phương pháp thông thường dùng để xác định hạt, như hạt cacbon rắn (của

than cốc) và hạt của asphalten đã loại hydro, vùng nhìn thấy được dùng, trong khi đó theo kỹ thuật mới mà tạo ra cơ sở cho sáng chế, thông số CV hoạt động trong vùng hồng ngoại, và do đó, thông số mới này được gọi là CV/IR.

Việc lựa chọn kiểu chiếu xạ được quy định dựa trên một số khía cạnh cơ bản. Trong vùng nhìn thấy, trừ khi làm việc trên các lớp kính hiển vi (vài chục micron) hoặc ở dung dịch đã pha loãng nhiều lần, các mẫu có màu đen hoàn toàn và do đó, theo phương pháp thông thường, mẫu sẽ được chuẩn bị với lượng tối thiểu; chỉ theo cách này mới có thể phân biệt được hạt chứa cacbon với phần còn lại của nền màu đen.

Tuy nhiên, với nguồn IR, quy trình được thực hiện theo kiểu truyền qua do ánh sáng có thể xuyên qua mẫu, thường dày 1-2 mm; điều này có nghĩa là có thể xét nghiệm mẫu với lượng được coi là lớn hơn rất nhiều và do đó, có tính đại diện cao. Độ dày tối ưu của lớp mẫu thay đổi trong khoảng từ 0,05 đến 3 mm, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2 mm, ví dụ bằng 0,5 hoặc bằng 1,0 mm. Độ dày lớn hơn cũng có thể được dùng. Trong thực tế, việc xuất hiện tính chắn sáng có thể khắc phục được bằng cách tăng năng lượng của nguồn bức xạ IR, và do đó, tăng khả năng đâm xuyên của nó. Tuy nhiên, nếu mẫu được phân tích là cặn đáy của thiết bị chuyển hóa nhiệt thì cần thấy rằng nếu cường độ bức xạ lớn hơn cường độ nhất định thì năng lượng nhiệt của các bức xạ điện từ sẽ hóa lỏng mẫu. Do đó, độ dày lớn hơn 3 mm không được khuyến cáo do nó sẽ không làm cho mẫu đen hoàn toàn ở cường độ bức xạ ở mức chấp nhận được. Độ dày nhỏ hơn 0,05 mm chắc chắn có thể được dùng, nhưng ít được ưu tiên hơn do nhiều ưu điểm của kỹ thuật mới, như được thảo luận dưới đây, sẽ không còn.

Một yếu tố khác dễ thay đổi trong các phép đo thông thường là lượng mẫu được phân tích: trong tất cả các phương pháp đã biết, lượng cặn được lấy mẫu để đo trên kính mang vật là nhỏ (vài mg). Ngay cả khi xác định ISI và khi đếm trong dịch pha loãng mà cần thu được dung dịch trong suốt thì lượng cặn được phân tích nhỏ hơn 1g. Các phân ước này, rõ ràng rất nhỏ, không đủ tính đại diện cho vài tấn dịch chảy qua thiết bị. Do đó, có nguy cơ cao là kết quả của các lần phân tích được thực hiện trên các mẫu không đủ tính đại diện. Theo phương pháp mới, lượng mẫu được phân tích tính bằng g. Lượng này trong thực tế có thể thay đổi từ 1 đến 15 g, ví dụ 3, 5, 8, 10 và 13 g, và do đó, có tính đại diện cao hơn cho tổng khối lượng so với giọt do vài mg. Lượng

mẫu này có thể được đặt lên trên cơ chất trong suốt với bức xạ IR, ví dụ cơ chất thủy tinh hoặc thạch anh, như đĩa (đĩa Petri), cuvet, tế bào hoặc vật chứa tương đương hoặc đơn giản là hệ thống kính mang vật/kính mang vật có lá kính phủ. Lượng đã định được đặt trên cơ chất sao cho tạo ra các lớp có độ dày như nêu trên.

Theo phương pháp của sáng chế, khả năng sử dụng các lớp mẫu có độ dày tính bằng mm chứ không tính bằng micron có nhiều ưu điểm bổ sung so với các phương pháp đã biết. Ưu điểm này nằm ở khả năng thực hiện phân loại “lớp” cho mẫu để quan sát và đếm hạt đã phân lớp theo ba chiều trên các mặt phẳng khác nhau trong độ dày của chính mẫu.

Đối với mẫu có độ gây tắc nghẽn thấp và do đó, chứa rất ít hạt được phân tán trong cặn, phương pháp sử dụng kính hiển vi thông thường sẽ cố gắng quan sát các hạt, dựa trên việc mẫu được hội tụ rất nhỏ và mỏng. Điều này do độ ổn định thấp của phép đo, đó là diện tích được đo phụ thuộc vào số hạt được hội tụ. Ngược lại, phương pháp theo sáng chế giải quyết vấn đề này bằng cách thực hiện việc đọc trên mỗi lần chụp (mỗi ảnh) trên nhiều mặt phẳng hội tụ hơn. Nói cách khác, việc đo được thực hiện cho toàn bộ độ dày của lớp cặn. Khi độ dày được đo vào khoảng vài micron thì các mặt phẳng hội tụ là rất nhỏ hoặc thậm chí chỉ là một mặt phẳng, thay vì, nếu độ dày vào khoảng vài mm như trong phương pháp theo sáng chế, số lượng mặt phẳng hội tụ có thể khá lớn. Việc chụp chỉ một lần nhưng cho phép thực hiện đọc trên “n” mặt phẳng hội tụ và thực hiện đếm với độ chính xác hơn nhiều. Ưu điểm này dễ dàng được tạo ra. Trong vùng nhìn thấy, việc làm việc trên một lớp dày xấp xỉ 5 micron và với thị kính với độ phóng đại 10 hoặc 20 lần, tương tự với độ phóng đại thường được dùng, có thể hội tụ và theo đó đếm hạt trên nhiều nhất là một hoặc hai lớp. Ngược lại, việc sử dụng kỹ thuật IR và làm việc trên một lớp dày 0,5-2 mm cho phép thực hiện “n” lần hội tụ phân lớp, ví dụ từ 5 micron mỗi lớp “n” tỷ lệ trực tiếp với độ dày của mẫu được phân tích.

Ví dụ, việc đánh giá mặt phẳng hội tụ đơn dày 5 micron, n sẽ bằng $1 \text{ mm}/5 \text{ micron} = 1000/5 \text{ micron} = 200$ mặt phẳng hội tụ. Do đó, có thể quan sát được các hạt được phân bố trên toàn bộ 200 mặt phẳng hội tụ, chỉ đơn giản bằng cách hội tụ tăng dần trên 200 mặt phẳng mà không cần di chuyển thị kính của kính hiển vi. Đây là quy trình có thể được thực hiện dễ dàng bằng thiết bị bất kỳ được xử lý bằng máy tính, ví dụ kính hiển vi, được hỗ trợ bởi phần mềm thích hợp.

Việc chuyển đổi lượng cặn đọc (trong thực tế là ở cùng thời điểm) thành thể tích, trong trường hợp các kỹ thuật nằm trong vùng nhìn thấy bằng kính mang vật, thể tích đọc là $3.000.000 \text{ micron}^3$ (trường quan sát của thị kính: xấp xỉ 600.000 micron^2 được nhân với độ dày của lớp bằng 5 micron). Đối với công nghệ mới, thể tích đọc, trong trường hợp độ dày 1 mm (1000 micron), bằng $600.000.000 \text{ micron}^3$ (600.000 micron^2 cho độ dày 1.000 micron) hoặc lớn hơn 200 lần.

Hạt trong môi trường, là không gian ba chiều, có thể được quan sát thấy trong nhiều hơn một mặt phẳng, điều này có thể dẫn tới việc ước giá quá cao số lượng hạt. Tuy nhiên, hạt sẽ được đo bằng cách hội tụ rõ chỉ trong một mặt phẳng. Nếu thiết bị được trang bị phần mềm mà hoạt động ở chế độ EDF (extended depth of field - độ sâu của trường được mở rộng – trong một số phần mềm cũng được gọi là EFI – extensible firmware interface - giao diện phần mềm có thể mở rộng) được dùng, tuy nhiên, hạt được xem xét và đếm chỉ khi nó nằm trong mặt phẳng mà trong đó điểm đen của nó (điểm hội tụ) là lớn nhất và được xác định rõ nhất. Do đó, quy trình này cho phép thu được các kết quả với độ tin cậy cao.

Việc đếm hạt cũng có thể được hỗ trợ thuận tiện bằng phần mềm thích hợp có thể cộng với các diện tích của toàn bộ các hạt được quan sát trong điểm xác định sự hội tụ lớn nhất của nó, thay vì loại bỏ các hạt không hội tụ (chế độ EDF): trong chế độ này, chỉ một ảnh duy nhất sẽ thu được và sẽ chứa tất cả các hạt có mặt trong thể tích được phân tích.

Ngoài ra, việc lắp kính phân cực ánh sáng IR cho phép xác định và thể hiện vùng có pha giữa pha rắn và lỏng của cacbon, mà có thể phân biệt rõ với phần còn lại của cặn.

Pha giữa pha rắn và pha lỏng của cacbon, hoặc than cốc ở dạng tinh thể lỏng thường được tạo thành khi nhiên liệu của thiết bị cracking chứa chất thơm có số vòng thấp, một vài mạch nhánh và chứa dị nguyên tử với hàm lượng thấp.

Sự có mặt của pha giữa pha rắn và pha lỏng của cacbon là dấu hiệu rõ ràng cho thấy sự có mặt của tiền chất của than cốc và do đó có thể gây tắc nghẽn.

Việc sử dụng ánh sáng IR phân cực góp phần tạo ra phương pháp định lượng và định tính rất hiệu quả dùng để đánh giá sự chuyển hóa các cặn và cơ chế hòa tan của của asphalten đã loại hydro.

Các thiết bị thích hợp để thực hiện phương pháp theo sáng chế được cấu tạo từ nhiều chi tiết đã biết và có thể mua được trên thị trường.

Mặc dù các chi tiết cụ thể của thiết bị sẽ được mô tả dưới đây, nhưng cần hiểu rằng sáng chế đề cập chung đến việc sử dụng bức xạ là ánh sáng IR để định lượng hạt rắn hoặc bán rắn trong môi trường lỏng mà thường đặc và thường mờ đục, chứ không phải là đen. Do đó, sáng chế không đề cập đến dụng cụ chuyên dụng để thực hiện việc định lượng này, các dụng cụ này theo cách bất kỳ không giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Hệ thống bất kỳ chứa nguồn ánh sáng IR, có thể hội tụ trên mẫu được phân tích, phương tiện để nhận bức xạ đi qua mẫu, và phương tiện để xử lý bức xạ đã đi ra khỏi mẫu và để chuyển đổi bức xạ nêu trên thành tín hiệu tương quan với nồng độ của hạt có mặt trong mẫu, do đó có thể được dùng thuận tiện để thực hiện sáng chế.

Thiết bị nêu trên có thể bao gồm các công cụ khác, thường được hỗ trợ bởi phần mềm thích hợp, có khả năng chuyển đổi tín hiệu thành dạng có thể dùng được. Ví dụ, tín hiệu có thể được tái tạo ở dạng ảnh chụp hai chiều (Fig.1) hoặc ba chiều (Fig.2) cho phép đếm một lần hoặc tích hợp việc đếm số lượng và/hoặc đo nồng độ và/hoặc tổng số các diện tích chứa hạt. Tín hiệu có thể được tái tạo ở dạng đồ thị, phản ánh số lượng, nồng độ và/hoặc diện tích của hạt trong mẫu. Tín hiệu cũng có thể được chuyển đổi thành lệnh để khởi động một loạt các thao tác nhằm hiệu chỉnh một hoặc nhiều điều kiện vận hành của thiết bị chuyển hóa nhiệt. Không có tùy chọn bất kỳ trong số các tùy chọn nêu trên loại trừ lẫn nhau.

Theo một phương án của sáng chế, cấu hình có thể của thiết bị bao gồm hoặc được cấu tạo từ kính hiển vi quang học hồng ngoại. Kính hiển vi được trang bị bằng ống kính có độ phóng đại đã xác định, ví dụ 10, 20, 30, 40 hoặc 50 lần. Tốt hơn, nếu ống kính là ống kính 10x hoặc 20x.

Thiết bị này có thể bao gồm hệ thống thu nhận, xử lý, truyền và phân tích dữ liệu (DOCU FIVE hoặc ImagePro hoặc Stream Essential, v.v.). Ví dụ, phương tiện để nhận tín hiệu IR, phương tiện để chuyển đổi bức xạ IR thành ảnh hoặc thành tín hiệu, phương tiện để sao chép quang học, ví dụ màn hình. Thiết bị này có thể bao gồm máy quay video, ví dụ máy quay video Olympus XC10 IR hoặc QImaging QIClick hoặc QImaging QICAM.

Nguồn sáng LED, cụ thể là để phát xạ trong vùng IR, có thể là nguồn sáng sau: Dragon1IR PowerStars.

Hàng chục chi tiết khác được bán trên thị trường cho mỗi một giai đoạn của phương pháp phân tích bằng kính hiển vi. Ngoài ra, có thể lắp đặt các bộ phận thích hợp theo mẫu kính hiển vi truyền quang thông thường để thu được dụng cụ được cá biệt hóa theo yêu cầu này.

Bộ phân tích mẫu có thể rời hoặc lắp vào trong hệ thống điều khiển tích hợp đặt trực tiếp trên thiết bị chuyển hóa nhiệt hoặc thiết bị xúc tác, để cho phép theo dõi tính chất của cặn đáy hoặc theo dõi nhiên liệu của thiết bị theo thời gian thực và trong chu trình làm việc, do đó cũng vận hành với thiết bị này.

Việc theo dõi này có thể được thực hiện bằng tay bởi người vận hành hoặc bằng hệ thống điều khiển tự động bằng máy tính theo các khoảng thời gian định kỳ, ví dụ cứ 24, 12, 6 hoặc 3 giờ, hoặc mỗi giờ, hoặc cũng có thể liên tục, điều chỉnh từng bước quy trình bằng bộ lấy mẫu liên tiếp bằng một đường vòng từ dây chuyền thiết bị. Ví dụ cụ thể về hệ thống hoàn toàn tự động được minh họa trên Fig.5.

Đường vòng từ dây chuyền thiết bị

Đường vòng từ đường ống nóng chứa cặn là cần thiết để:

- đảm bảo tính ổn định của dịch được lấy mẫu. Trong thực tế, trong đường vòng này, dịch chảy liên tục và việc lấy mẫu định kỳ được thực hiện trên một phân ước mà hoàn toàn đại diện cho dịch xử lý.
- đưa dịch xử lý vào vị trí mong muốn để bố trí dụng cụ khi đang vận hành. Điều này có thể thực hiện mà không cần lắp đặt dây chuyển với kích thước lớn hơn và không phải di chuyển lượng lớn dịch ở nhiệt độ cao.
- các đường ống tạo ra đường vòng phải được làm ổn nhiệt sao cho duy trì được nhiệt độ của đường ống chính. Do đó, nó sẽ phụ thuộc vào tính chất của bộ lấy mẫu tự động nếu bộ trao đổi được lắp vào điều chỉnh nhiệt độ trước khi đưa vào chính bộ lấy mẫu. Bộ trao đổi có thể hoạt động bằng nước hoặc dịch làm lạnh (ví dụ, glycol).

Bộ lấy mẫu tự động

Mục đích của bộ lấy mẫu tự động là để lấy mẫu trực tiếp từ đường vòng của

dây chuyền sản xuất. Phân ước thu được được chuyển bên trong các vật mang thích hợp (ví dụ, các đĩa Petri thủy tinh có đường kính 80 hoặc 100 hoặc 150 mm).

Các kiểu của bộ lấy mẫu khác nhau có thể được dùng để lấy mẫu dịch ở nhiệt độ và độ nhớt cao sẵn có trên thị trường (loại thiết bị Isolok-Sentry hoặc Dopak-Sampling Systems). Theo cách khác, có thể tạo ra bộ lấy mẫu có thiết kế đặc biệt, ví dụ có khả năng làm sạch chính mẫu này ngay khi cần được lấy mẫu, sử dụng dung môi thích hợp (ví dụ, dầu diesel).

Bộ lấy mẫu có thể được dùng có thể được cấu tạo, ví dụ từ:

- Một loạt van có thể mở tự động bằng phương tiện điện hoặc vận hành bằng khí nén, cho phép lấy mẫu, làm sạch và đóng mạch. Tốt hơn, nếu các van này là van piston được chế tạo từ thép không gỉ PTFE, polyuretan, cao su EPDM hoặc Kalrez.
- Hệ thống làm sạch, vận hành bằng dung môi thích hợp (dầu diesel, glycol, v.v.), hoặc vận hành bằng khí thích hợp (không khí hoặc nitơ) hoặc bằng kim chỉ thị. Hệ thống này đảm bảo thực hiện chức năng của bộ lấy mẫu và tránh được hiện tượng tắc nghẽn do cặn bị cứng và hóa rắn gây ra. Ngoài ra, nó ngăn sự ô nhiễm do việc nhiễm bẩn khi lấy mẫu trước đó. Vật chứa dùng để chứa dung môi được dùng để làm sạch có thể là cần thiết.
- Theo dõi tự động các van, ví dụ dựa trên PLC, nối với phần mềm quản lý toàn bộ hệ thống lấy mẫu và đọc kết quả.

Di chuyển mẫu (buồng ổn nhiệt và buồng đọc)

Một bộ phận dùng để di chuyển mẫu sẽ thực hiện nhiệm vụ lấy đĩa ra khỏi bộ lấy mẫu và di chuyển nó cho đến khi nó tiến tới thiết bị đọc. Bộ phận này có thể được cấu tạo từ:

- hệ thống để di chuyển tuyến tính trên ba trục. Hai trục đầu tiên sẽ di chuyển trên mặt phẳng nằm ngang (X và Y) để bố trí đĩa này nằm bên dưới hệ thống đầu đọc, trong khi đó trục thứ ba chuyên để di chuyển mặt phẳng hội tụ. Đĩa này được điều khiển bởi kim điện, mà sẽ di chuyển nó khỏi bộ lấy mẫu và giữ nó ở vị trí này cho đến khi quy trình đọc hoàn thành, sau đó lại giải phóng nó ở khu vực tháo thích hợp. Việc quét diện tích hữu dụng của đĩa, tại

đây mẫu sẽ được đặt, luôn luôn được kiểm soát bằng hệ thống chuyển động chính xác.

- hệ thống được chế tạo hoàn toàn bằng thép không gỉ (AISI 304), được tạo ra bằng hai đĩa quay tương đối với nhau, một đĩa được cố định khi nhiệm vụ hỗ trợ mô tơ hạ áp được cung cấp để di chuyển và đĩa thứ hai có nhiệm vụ hỗ trợ các đĩa Petri và cho phép di chuyển các đĩa này ở các vị trí khác nhau (nạp liệu, định lượng, gia nhiệt, làm lạnh, phân tích, tháo).

Do đó, các đĩa này được xử lý và khuấy bên trong bộ lấy mẫu và sẵn sàng vào cuối quy trình tại khu vực thu nhận.

Sự có mặt của các cảm biến an toàn thuộc nhiều loại khác nhau kèm theo toàn bộ đường được phủ bởi đĩa này cũng được dự định cho mục đích tránh sự va chạm với các chi tiết của dụng cụ hoặc định vị không chính xác chính đĩa này.

Cần phải cung cấp bộ nạp đĩa Petri, mà sẽ cho phép lắp đặt riêng các đĩa và do đó, được lắp đặt bên trong bộ lấy mẫu, theo đó cho phép thiết bị được tái nạp dễ dàng và nhanh chóng.

Cuối cùng, hệ thống điều khiển (HW+SW được cung cấp), cho phép bố trí mẫu được phân tích ở bước có thể lập trình được, tương ứng với bộ phận định lượng. Do đó, nó gửi tín hiệu để định lượng đến bộ định lượng. Ngay sau khi việc định lượng hoàn thành, nó sẽ nhận tín hiệu chấp thuận và sẽ di chuyển đĩa này trong buồng ổn nhiệt. Khu vực này, được cung cấp cùng với hệ thống ổn nhiệt thực hiện chức năng bằng hơi hoặc bằng điện trở, ban đầu sẽ được làm nóng đến 100°C (để đồng hóa mẫu trên đĩa) và sau đó, làm nguội xuống 40°C, theo dõi nhiệt độ bằng nhiệt kế hồng ngoại.

Khi đĩa Petri cùng với nguyên liệu cần phân tích được đặt vào vị trí phân tích thì hệ thống điều khiển sẽ gửi tín hiệu để bật kính hiển vi, để sau đó sẽ bắt đầu phân tích, sau đó sẽ ở trạng thái chờ cho đến khi nó nhận được tín hiệu hoặc tín hiệu cho thấy việc phân tích đã hoàn thành.

Bộ lấy mẫu sẽ được lắp thêm bảng chuyển mạch, có bộ phận cảnh báo mọi trục trặc (vỡ hệ thống gia nhiệt/làm lạnh mẫu, hành trình nhiệt cho mô tơ giảm áp, tạo tín hiệu cho thấy sự có mặt của 4 đĩa cuối cùng trong bộ nạp), cũng như một loạt các hồng hóc và khu vực khác. Buồng đọc sẽ được trang bị hệ thống IR một ống kính chuyên

dụng, tụ sáng LED và đèn chiếu sáng IR và với máy quay video kỹ thuật số đơn sắc có độ nhạy mở rộng trong vùng IR.

Đọc và truyền tín hiệu

Toàn bộ chi tiết sẽ được kiểm soát bằng trạm làm việc cục bộ mà sẽ theo dõi toàn bộ quy trình di chuyển và chụp ảnh. Trạm làm việc sẽ được điều khiển từ xa (kết nối internet) từ trạm phân tích chính đặt tại phòng điều khiển.

Phần mềm quản lý toàn bộ phần cứng có mặt trong bộ thu phải được phát triển tổng thể *ad hoc*. Do đó, bộ phân tích được tạo ra bởi trạm làm việc PC thứ hai, được tạo cấu hình phù hợp để thực hiện chức năng điều khiển trên bộ thu và lấy mẫu sẽ là cần thiết. Toàn bộ quy trình này sẽ được kiểm soát bằng bộ phận này, mà không cần người vận hành có mặt trong khu vực lấy mẫu (ngoại trừ quy trình nạp đĩa và duy trì hệ thống). Ảnh thu được bởi bộ được chỉ định sẽ tự động được truyền đến trạm phân tích và định lượng theo quy trình CV. Do đó, chúng sẽ giữ ở trạng thái hoạt động cho lần kiểm tra sau đó. Cũng trong trường hợp này, phần mềm quản lý và phân tích sẽ được phát triển ngang hàng (*ad hoc*).

Tháo bỏ các đĩa

Các đĩa mang mẫu đã đọc sẽ được tháo vào vật chứa thích hợp, mà được người vận hành làm rỗng định kỳ.

Việc đo thông số CV/IR theo sáng chế có thể được dùng trong tất cả các ứng dụng đã được mô tả trong các giải pháp đã biết cho thông số CV trước đó để kiểm soát thiết bị chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác dầu mỏ. Do đó, sáng chế còn đề cập đến quy trình tối ưu hóa các điều kiện vận hành thiết bị dựa trên việc theo dõi CV/IR. Cuối cùng, tất cả các ứng dụng được mô tả và yêu cầu trong các patent trước đó của cùng người nộp đơn, đó là IT 1211978, EP0529397 và IT1211979, đều được kết hợp vào trong sáng chế.

Cụ thể, việc tối ưu hóa các điều kiện vận hành được hoàn thành bằng cách làm giảm khả năng gây tắc nghẽn của thiết bị hoặc tăng phân đoạn của sản phẩm chưng cất nhẹ. Trong trường hợp đầu tiên, khi thông số CV/IR cho thấy nhiên liệu cacbon cao hơn ngưỡng giới hạn đặt trước thì sẽ giảm nhiệt độ của lò đốt hoặc tăng lượng chất phụ gia làm ổn định trong nhiên liệu của thiết bị. Trong trường hợp thứ hai, khi thông

số CV/IR cho thấy lượng nhiên liệu cacbon thấp hơn ngưỡng tối đa chấp nhận được thì sẽ tăng nhiệt độ của lò đốt, đồng thời tăng phân đoạn của sản phẩm chưng cất nhẹ theo yêu cầu.

Sáng chế có rất nhiều ưu điểm so với các phương pháp đã biết dựa trên việc tính toán thông số CV. Việc xác định đầu ra bằng tay của các phương pháp đã biết (bao gồm tính toán CV) là khá phức tạp, việc xử lý mẫu bao gồm một loạt thao tác khá chuyên dụng, và cuối cùng, chúng được phản ánh vào trong tính kém ổn định của phép đo. Đã được chứng minh rằng cách thức vận hành khác nhau sẽ cho kết quả khác nhau với cùng một mẫu. Phương pháp mới không bao gồm việc xử lý mẫu: mẫu cần được thu gom và không cần bất kỳ sự pha loãng nào, đơn giản chỉ phải rót một lượng cố định vào chỗ chứa để đo. Trong quy trình được tự động hóa, mẫu thường được đặt trực tiếp vào buồng đọc mà không pha loãng sơ bộ. Quy trình này cho độ chính xác rất cao, và kết quả ổn định, đặc biệt là trong các trường hợp lượng hạt thấp.

Ngoài ra, như đã thấy ở trên, phương pháp này cho phép phân tích mẫu với khối lượng cực cao (từ 3 đến 15 g mỗi lần đọc), do đó hoàn toàn có thể đại diện cho toàn bộ cần được tạo ra bởi thiết bị.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần nêu trên mô tả tổng quát sáng chế, phần dưới đây sẽ mô tả sáng chế cùng với tất cả chi tiết thí nghiệm và các kết quả thu được từ các ví dụ thí nghiệm sau đây. Các ví dụ này được cung cấp chỉ để minh họa và không nhằm mục đích giới hạn phạm vi của sáng chế.

Các dụng cụ được dùng

Cấu hình có thể của thiết bị được chọn từ vô số các giải pháp kỹ thuật bán trên thị trường được cấu tạo từ:

Kính hiển vi quang học Olympus BX51M IR.

Kính hiển vi này được trang bị ống kính có độ phóng đại định trước, tốt hơn là ống kính 10x hoặc 20x. Ống kính có thể được dùng là LMPL10XIR/0.25.

Ống kính bán tiêu sắc phức florit IR có khoảng cách làm việc (WD - working distance) là 18,5 mm có đặc tính quang học được minh họa trong đồ thị được nêu trên Fig.6.

Kính phân cực 900 nm IR-DIC, bộ phân tích không méo ảnh IR trung gian quay 360°, Optical Cast Plastic IR Longpass Filter 2" Diam., tụ sáng tiêu sắc/tương phản Universal, 4 vị trí.

Máy quay video XC10 IR hoặc QImaging QIClick và QImaging QICAM.

Hệ thống dùng để thu nhận, xử lý và phân tích ảnh (DOCU FIVE hoặc ImagePro hoặc Stream Essential, v.v.).

Nguồn sáng LED, đặc biệt để phát xạ trong vùng IR, có thể là nguồn sáng sau: Dragon1IR PowerStars;

Hàng chục chi tiết khác được bán trên thị trường để dùng cho mỗi giai đoạn trong phương pháp phân tích bằng kính hiển vi. Ngoài ra, có thể lắp đặt các bộ phận thích hợp vào mẫu kính hiển vi truyền quang thông thường để thu được dụng cụ được cá biệt hóa theo các yêu cầu này.

Thu nhận ảnh

Các ảnh có thể được thu nhận để so sánh với ảnh tham chiếu (ví dụ A) hoặc theo cách độc lập hoàn toàn (ví dụ B):

Ví dụ A

- Cường độ nguồn: bằng cách so sánh với tham chiếu.
- Độ mở của màng chắn: bằng cách so sánh với tham chiếu.
- Chiều cao của ống chuẩn trực: được cố định.
- Độ mở của tụ sáng: được cố định.
- Phơi sáng tự động.
- Không lọc.
- Độ đặc của mẫu: 400 μm – 600 μm .
- Thu nhận EDF (chiều sâu mở rộng của trường quan sát).

Ví dụ B

- Cường độ nguồn: ánh sáng chụp ảnh; theo cách này, bức xạ rất ổn định và thu được cường độ định trước.

- Độ mở của màng chắn: 0,3.
- Chiều cao của ống chuẩn trực: được cố định.
- Độ mở của tụ sáng: thay đổi, phụ thuộc vào ống kính được dùng.
- Phơi sáng tự động.
- Lọc nhanh 900+.
- Độ đặc của mẫu: $400\mu\text{m} - 600\mu\text{m}$.
- Thu nhận EDF (chiều sâu mở rộng của trường quan sát).

Xử lý ảnh

Phụ thuộc vào kiểu thu nhận, có thể xử lý các ảnh thu được sử dụng các quy trình khác nhau. Hai ví dụ không giới hạn phạm vi được đưa ra dưới đây:

Ví dụ A

- Sử dụng bộ lọc để hiệu chỉnh nền. Hàng chục bộ lọc đã biết, nhưng tốt hơn là sử dụng DCE (dynamic channel equalizer - bộ cân bằng kênh động học), mà tối ưu hóa diện tích bậc ba của điểm ảnh để loại bỏ càng nhiều tín hiệu lệch khỏi giá trị trung bình trọng lượng gần.
- Có thể thực hiện hai phép phân tích pha: RYB và HSI. RYB (đỏ vàng xanh) thường được thể hiện nhiều hơn để nghiên cứu ảnh màu, và do đó, ưu tiên nghiên cứu kiểu HSI (cường độ bão hòa màu).

Ví dụ B

- Hiệu chỉnh nền.
- Nhận diện các mép để xác định hạt, tuy nhiên có vài chục hệ thống khác dùng để xác định hạt.
- Chèn ngưỡng để phân biệt sự tương phản giữa các mép đã nhận biết.
- Loại trừ hạt có kích thước nhỏ hơn độ phân giải của kính hiển vi.
- Loại trừ hạt bất kỳ có giá trị xám gần với giá trị của nền, do chúng có thể xuất hiện do bóng gây ra và không phải là hạt thực sự.

Các ảnh thu được

Các ảnh phân tích bằng phương pháp EDF được thể hiện trên Fig.1.

Ngoài ảnh EDF thì việc thu nhận theo trình tự của chuỗi ảnh cũng cho phép xử lý liên tiếp để thu được ảnh ba chiều. Ảnh ba chiều liên quan đến mẫu có CV 785 được thể hiện trên Fig.2.

Kết quả được so sánh với CV thông thường

Các kết quả nêu trong bảng 1 dưới đây thu được trên các mẫu cặn của quy trình phá nhót hoặc của dầu nhiên liệu. Các phép đo CV thực hiện song song, và cũng trên cùng một mẫu, các phép đo đếm hạt sử dụng kính hiển vi IR mới.

Giá trị		
	CV (μm^2)	CV/IV (% diện tích)
1	35	0,43
2	105	1,58
3	900	10,02
4	24	0,13
5	71	1,10
6	251	6,14
7	263	3,89
8	84	3,21
9	103	2,59
12	251	6,14
11	419	9,46
12	116	4,61
13	191	6,92
14	2137	28,68
15	158	1,61
16	49	1,24
17	125	0,85
18	48	0,57
19	104	1,67
20	637	12,17

21	1298	16,41
22	1841	25,16
23	984	11,98
24	78	1,31
25	123	1,67
26	55	0,84

Các giá trị phát hiện được, ngay cả khi được đo sử dụng các đơn vị đo khác nhau (μm^2 so với % tổng diện tích), thể hiện xu hướng tương ứng, ngoại trừ một vài giá trị thấp. Hoàn toàn có thể hiểu rằng sự khác biệt lớn nhất được phát hiện thấy giữa CV thông thường và CV/IR nằm ở các giá trị thấp này, mà tại đó CV cố gắng hội tụ đủ số lượng hạt để thu được giá trị đáng tin cậy; với CV/IR, tại đó đếm được số lượng hạt lớn hơn nhiều, giá trị này đáng tin cậy hơn. Trong thực tế, với CV/IR, tất cả các mặt phẳng hội tụ có thể được đếm cho mỗi lần chụp trên độ dày vài mm; do đó, mỗi lần đọc IR thì việc đọc thông thường được lặp lại n lần. Như được minh họa trên đồ thị của giá trị CV (tính bằng μm^2) trên trục hoành và giá trị CV/IR (tính bằng % diện tích) trên trục tung, sự phân bố trên mặt phẳng Cartesian của giá trị thu được: đường xu hướng, mà chỉ tất cả các điểm, có hệ số R^2 bằng 0,95, cho thấy mối tương quan tốt giữa hai bộ giá trị. (Fig.3).

Kết quả của các thí nghiệm cho kết quả lặp lại

Phân bố thống kê của 20 lần thu nhận sử dụng CV/IR được thực hiện trên mẫu có CV thấp nhất có thể được tính toán, trong trường hợp này, CV/IR được biểu thị bằng % diện tích được phủ bởi hạt so với tổng diện tích của ảnh. Trong đồ thị được minh họa trên Fig.4, sự phân bố của giá trị thu được sử dụng CV/IR được thể hiện.

Kết quả khác của các thí nghiệm cho kết quả lặp lại

CV/IR được đọc sau khi có 6 đĩa Petri đã chuẩn bị, điền đầy chúng bằng cùng mẫu cặn. Cùng mẫu cặn này sau đó được phân tích sáu lần sau khi được đồng hóa, lấy 6 phân ước xấp xỉ 4 g, và thực hiện đọc IR 5 lần ngẫu nhiên trong đĩa Petri thu được. Sáu mẫu được gọi là a, b, c, d, e và f, và được đo tổng diện tích hạt được biểu thị bằng % diện tích.

Kết quả với độ lệch chuẩn được thể hiện trong bảng dưới đây.

a	3,77			
	3,61		trung bình	3,59
	3,52		độ lệch chuẩn	0,23
	3,81		độ lệch chuẩn tương đối	6,36
	3,24			
b	3,23			
	3,17		trung bình	3,24
	3,31		độ lệch chuẩn	0,08
	3,16		độ lệch chuẩn tương đối	2,41
	3,33			
c	3,38			
	3,14		trung bình	3,42
	3,66		độ lệch chuẩn	0,23
	3,65		độ lệch chuẩn tương đối	6,75
	3,27			
d	3,19			
	3,68		trung bình	3,29
	3,40		độ lệch chuẩn	0,27
	3,23		độ lệch chuẩn tương đối	8,13
	2,96			
e	3,25			
	3,12		trung bình	3,42
	3,71		độ lệch chuẩn	0,26
	3,33		độ lệch chuẩn tương đối	7,72
	3,68			
f	3,29			
	3,08		trung bình	3,09

	3,02		độ lệch chuẩn	0,14
	3,15		độ lệch chuẩn tương đối	4,61
	2,91			

Như được minh họa trong bảng dưới đây mà thể hiện tóm tắt tất cả các phép đo được thực hiện như nhau, với sai số 8%; ngoài ra, không quan sát thấy sự khác biệt giữa các đĩa, điều này khẳng định rằng lượng mẫu xấp xỉ 4 g là hoàn toàn có thể đại diện cho toàn bộ mẫu cặn lấy từ thiết bị.

của 6 trung bình			của 30 phép đo	
trung bình	3,34		trung bình	3,34
độ lệch chuẩn	0,17		độ lệch chuẩn	0,25
độ lệch chuẩn tương đối	5,18		độ lệch chuẩn tương đối	7,54

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc nồng độ của asphalten đã loại hydro trong dịch dạng dầu mờ đục đối với bức xạ yếu trong vùng nhìn thấy, khác biệt ở chỗ, mẫu dịch được chiếu xạ bằng ánh sáng hồng ngoại (infrared - IR) và bức xạ này đi qua mẫu đã chiếu xạ được xử lý lại bằng thiết bị đọc quang học thành tín hiệu tương quan với nồng độ hạt nêu trên, trong đó mẫu của dịch dạng dầu mờ đục, được chiếu xạ bằng ánh sáng IR, được đặt lên giá đỡ trong suốt với bức xạ IR, ở dạng lớp mỏng có độ dày nằm trong khoảng từ 0,05 đến 3 mm, và trong đó thiết bị nêu trên thực hiện đếm các hạt nêu trên trên nhiều mặt phẳng hội tụ, nhờ đó thu được số đo ba chiều.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tín hiệu tương quan với nồng độ hạt được biểu thị dưới dạng số lượng hạt trên khối lượng cặn (n/v hoặc n/ml), dưới dạng số lượng hạt trên trọng lượng (n/w hoặc n/g), dưới dạng tỷ lệ phần trăm tổng diện tích hạt trên diện tích trường (%), dưới dạng thể tích hạt trên trọng lượng mẫu (v/w hoặc $\mu l/g$ hoặc l/kg), dưới dạng tỷ lệ phần trăm thể tích hạt trên thể tích của mẫu cặn được phân tích (%).
3. Phương pháp theo điểm kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dịch dạng dầu mờ đục là cặn đáy (hắc ín) của quy trình chuyển hóa nhiệt và/hoặc xúc tác dầu mỏ.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó mẫu của dịch dạng dầu mờ đục được chiếu ánh sáng IR ở dạng không được pha loãng.
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó việc xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro được thực hiện bằng quy trình chuyển hóa nêu trên.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó mẫu được phân tích bằng kính hiển vi IR.
7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó kính hiển vi nêu trên có kính phân cực ánh sáng IR, và bao gồm bước đọc bổ sung pha giữa pha rắn và pha lỏng của cacbon.
8. Thiết bị dùng để xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong dịch dạng dầu mờ đục đối với bức xạ yếu trong vùng nhìn thấy, thiết bị này bao gồm nguồn ánh sáng IR có thể hội tụ trên mẫu cần được phân tích, ánh sáng IR có khả năng xuyên qua mẫu có độ dày nằm trong khoảng từ 0,05 đến 3 mm, phương tiện để đếm các hạt nêu trên trên nhiều mặt phẳng hội tụ, phương tiện để thu

nhận bức xạ đi qua mẫu, phương tiện để chuyển đổi bức xạ đi qua mẫu thành tín hiệu tương quan với nồng độ hạt có mặt trong mẫu, buồng đọc và buồng ổn nhiệt nằm phía trước buồng đọc.

9. Thiết bị theo điểm 8, trong đó thiết bị này bao gồm các bộ phận sau: bộ lấy mẫu tự động, bộ xử lý lại tín hiệu, hoặc theo cách khác, bộ xử lý lại và truyền tín hiệu.

10. Thiết bị theo điểm 8 hoặc 9, trong đó buồng đọc bao gồm kính hiển vi quang học hồng ngoại.

11. Thiết bị theo điểm 10, trong đó kính hiển vi quang học hồng ngoại nêu trên bao gồm kính phân cực ánh sáng IR.

12. Thiết bị theo điểm 11, trong đó kính hiển vi nêu trên có thể thực hiện đọc trên các mặt phẳng hội tụ khác nhau chồng lên nhau, nhờ đó thu được số đo ba chiều.

13. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 12, trong đó bộ xử lý lại tín hiệu là buồng nối với màn hình để hiển thị ảnh của mẫu được phân tích.

14. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 13, trong đó thiết bị này tùy ý còn bao gồm phương tiện để lấy mẫu từ buồng đọc.

15. Thiết bị theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 14, trong đó thiết bị này được tích hợp vào thiết bị chuyển hóa nhiệt thông qua đường vòng từ dây chuyền thiết bị.

16. Phương pháp điều chỉnh các điều kiện vận hành của thiết bị chuyển hóa nhiệt hoặc xúc tác dầu hỏa, phương pháp này bao gồm các bước sau:

xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro có mặt trong cặn đáy của thiết bị bằng cách chiếu xạ bằng ánh sáng IR qua mẫu cặn, trong đó mẫu này được đặt trên giá đỡ trong suốt với bức xạ IR, ở dạng lớp có độ dày nằm trong khoảng từ 0,05 đến 3 mm;

chuyển đổi bức xạ đi qua mẫu đã chiếu xạ thành tín hiệu (thông số CV/IR) tương quan với nồng độ của hạt nêu trên,

khác biệt ở chỗ, các điều kiện vận hành của thiết bị được hiệu chỉnh theo giá trị CV/IR xác định được.

17. Phương pháp theo điểm 16, khác biệt ở chỗ, khi thông số CV/IR cho thấy nhiên liệu cacbon cao hơn ngưỡng giới hạn đặt trước, thì sẽ giảm nhiệt độ của lò đốt hoặc

tăng lượng chất phụ gia làm ổn định trong nhiên liệu của thiết bị, để giảm khả năng gây tắc nghẽn của thiết bị.

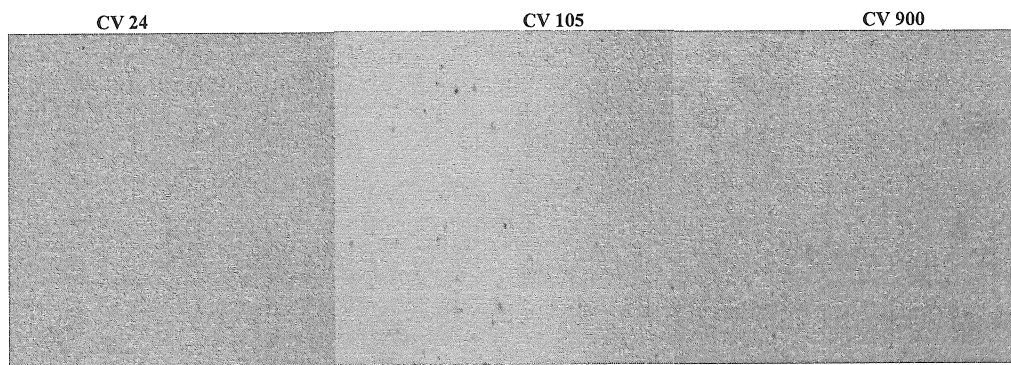
18. Phương pháp theo điểm 17, khác biệt ở chỗ, khi thông số CV/IR cho thấy lượng nhiên liệu cacbon thấp hơn ngưỡng lớn nhất chấp nhận được thì tăng nhiệt độ của lò đốt, đồng thời tăng các phân đoạn của sản phẩm chưng cất nhẹ theo yêu cầu.

19. Phương pháp theo điểm 17 hoặc 18, trong đó tín hiệu tương quan với nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong mẫu tự động khởi động một loạt hoạt động hiệu chỉnh các điều kiện vận hành của thiết bị.

20. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 17 đến 19, trong đó mẫu cặn được phân tích ở dạng không được pha loãng.

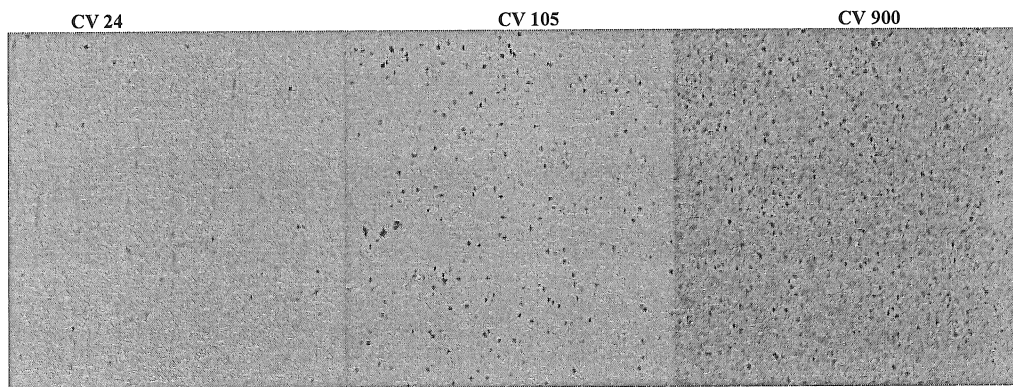
21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 17 đến 20, trong đó bước xác định nồng độ của các hạt cacbon hoặc của asphalten đã loại hydro trong mẫu cặn và bước hiệu chỉnh các điều kiện được thực hiện bằng thiết bị trong khi vận hành và theo thời gian thực.

A



Các hình ảnh thu được sử dụng CV

B



Các hình ảnh thu được sử dụng CV/IR

FIG. 1

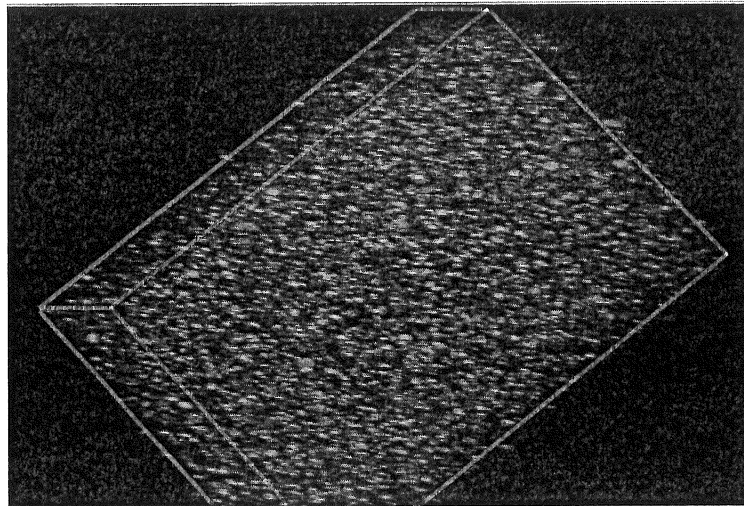


FIG. 2

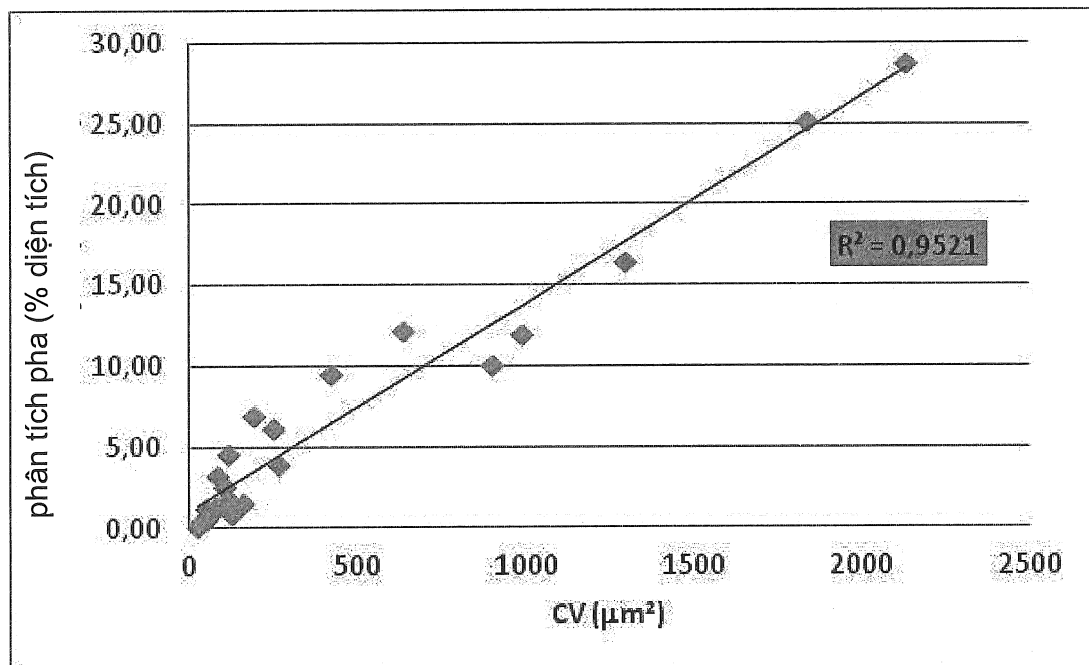
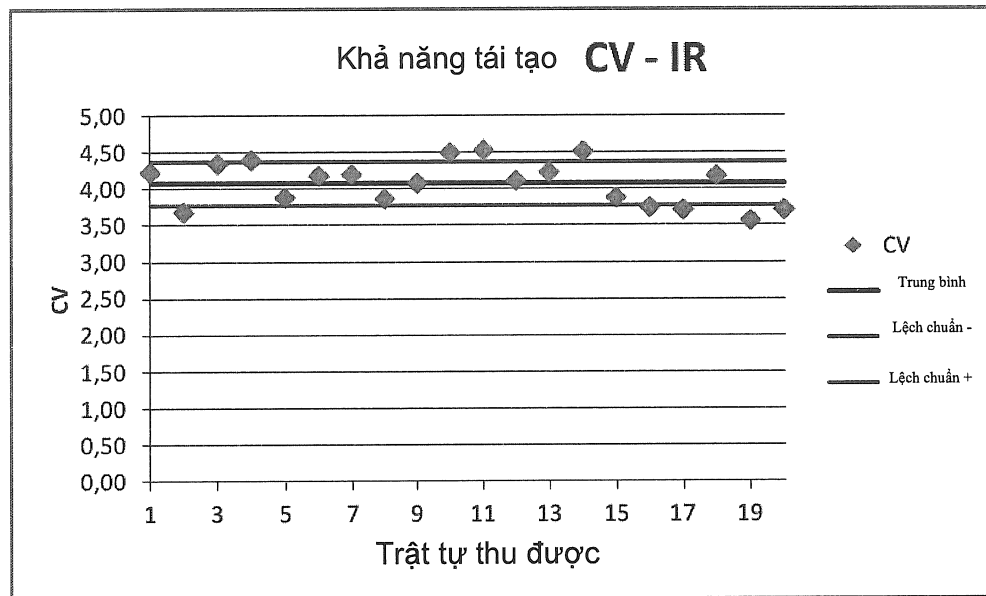


FIG. 3



CV trung bình	Độ lệch chuẩn	Độ lệch chuẩn tương đối
4.08	0.30	7.40%

FIG. 4

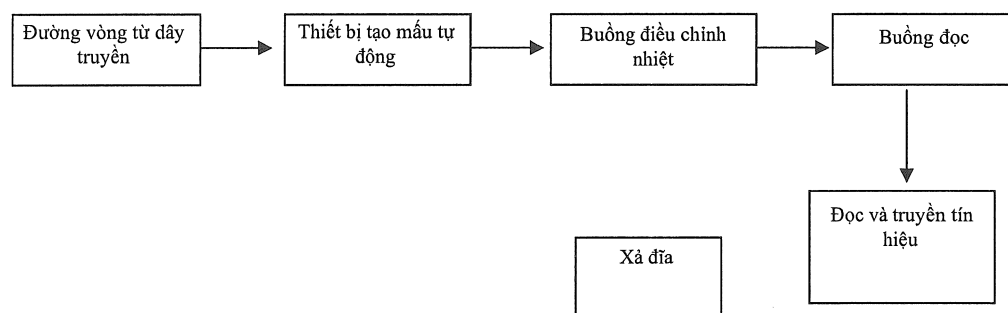


FIG. 5

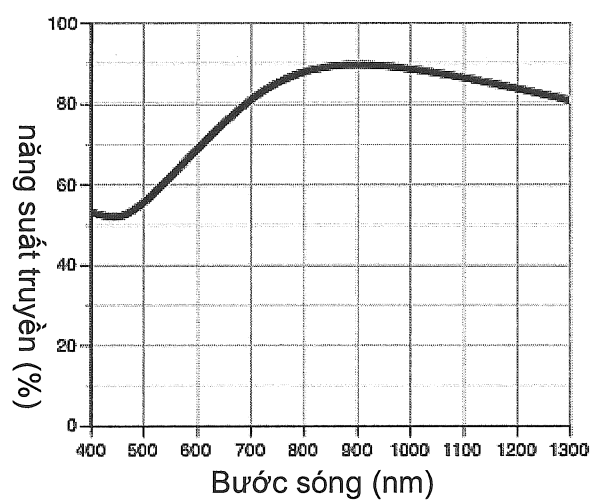


FIG. 6