



(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)



1-0034675

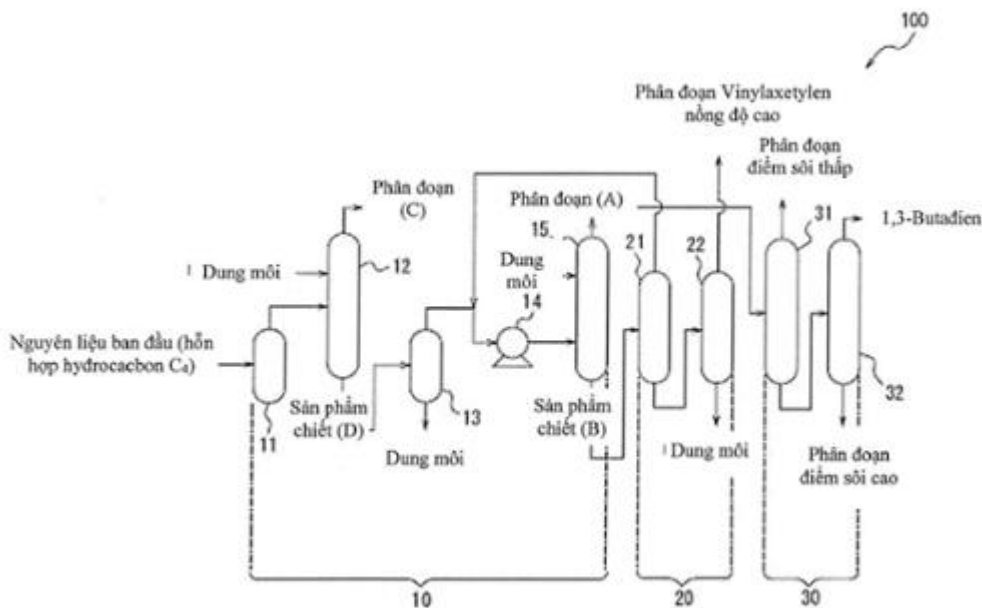
(51)⁷ C07C 7/08; C07C 11/167; B01D 3/40;
C07B 61/00

(13) B

- (21) 1-2019-02470 (22) 20/11/2017
(86) PCT/JP2017/041722 20/11/2017 (87) WO 2018/092910 24/05/2018
(30) 2016-226163 21/11/2016 JP
(45) 25/01/2023 418 (43) 26/08/2019 377A
(73) 1. TOHOKU UNIVERSITY (JP)
2-1-1, Katahira, Aoba-ku, Sendai-shi, Miyagi 9808577, Japan
2. ZEON CORPORATION (JP)
6-2, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku Tokyo 1008246, Japan
(72) SHIRAI Yasuyuki (JP); TAKEDA Iwao (JP).
(74) Công ty TNHH Sáng chế ACTIP (ACTIP PATENT LIMITED)

(54) PHƯƠNG PHÁP VÀ HỆ THỐNG ĐIỀU CHẾ HYĐROCACBON KHÔNG NO

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp và hệ thống điều chế hydrocacbon không no cho phép điều chế hydrocacbon không no một cách hiệu quả trong thời gian dài. Phương pháp điều chế hydrocacbon không no bao gồm bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no sử dụng ít nhất một thiết bị được chọn từ nhóm bao gồm cột chưng cất, thiết bị trao đổi nhiệt, bình phản ứng, bơm, đường ống và van. Ít nhất một bộ phận của thiết bị tiếp xúc với chế phẩm là bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế này đề cập đến phương pháp và hệ thống điều chế hydrocacbon không no.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các hydrocacbon không no như 1,3-butadien và isopren được sử dụng làm đơn phân dưới dạng nguyên liệu thô của polyme trong nhiều lĩnh vực khác nhau như cao su tổng hợp và sơn. Theo một ví dụ về phương pháp như vậy thường sử dụng để thu hydrocacbon không no có độ tinh khiết cao, hỗn hợp hydrocacbon như phân đoạn C₄ hoặc phân đoạn C₅ thu được từ quá trình sản xuất etylen bằng cách bể gãy naphta đã được chưng cất để tách và thu hồi hydrocacbon không no mong muốn. Việc chưng cất hỗn hợp hydrocacbon được thực hiện bằng cột chưng cất loại đĩa hoặc đệm.

Vấn đề đối với những hydrocacbon không no được đề cập ở trên chính là sản phẩm của quá trình polyme hóa có thể bám dính vào các bộ phận của các thiết bị khác nhau trong hệ thống điều chế hydrocacbon không no. Ví dụ, khi tách và thu hồi hydrocacbon không no bằng cột chưng cất như mô tả ở trên, phản ứng polyme hóa không mong muốn của hydrocacbon không no có thể xảy ra trong cột chưng cất. Sản phẩm của phản ứng polyme hóa bị lắng đọng, bám dính vào các bộ phận bên trong cột chưng cất và gây ra nhiều vấn đề như làm cản trở dòng khí lỏng, giảm hiệu suất tách của cột chưng cất. Hậu quả là, để loại bỏ sản phẩm polyme hóa đó, phải định kỳ dừng hoạt động của toàn bộ hệ thống tách và thu hồi bao gồm cả cột chưng cất để làm sạch bằng ngoại lực vật lý hoặc tương tự.

Tài liệu patent 1 đã đề xuất giải pháp điều chỉnh lượng hợp chất chứa lưu huỳnh trong nguyên liệu thô, trên cơ sở điều chỉnh lượng lưu huỳnh, trong phạm vi cụ thể nhằm ngăn cản quá trình lắng đọng sản phẩm polyme hóa như mô tả ở trên cũng như hạn chế việc giảm hiệu suất do yêu cầu định kỳ dừng hoạt động của hệ thống tách và thu hồi gây ra.

Tài liệu patent: công bố đơn Nhật Bản số JP 2003-128595 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Nhu cầu về giải pháp kỹ thuật mới đã và đang được đặt ra để có thể giải quyết hậu

quả gây ra do sản phẩm polyme hóa như được mô tả ở trên theo cách đơn giản hơn. Theo đó, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp và hệ thống điều chế hydrocacbon không no, có khả năng điều chế hiệu quả hydrocacbon không no trong thời gian dài.

Các tác giả sáng chế đã nỗ lực tiến hành nghiên cứu để tìm cách giải quyết vấn đề nêu trên. Kết quả là, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng việc phủ oxit kim loại và/hoặc oxit á kim lên bề mặt của bộ phận bên trong thiết bị như cột chưng cất có thể làm giảm độ bám dính của sản phẩm polyme hóa như mô tả ở trên lên bề mặt của bộ phận bên trong thiết bị, giúp ổn định dòng khí và chất lỏng, cũng như vận hành hiệu quả quy trình hay quá trình hoạt động mong muốn trong một thời gian dài. Theo cách này, các tác giả sáng chế đã hoàn thành sáng chế.

Cụ thể, mục đích của sáng chế là giải quyết thỏa đáng vấn đề nêu trên bằng cách đề xuất phương pháp điều chế hydrocacbon không no bao gồm bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no sử dụng ít nhất một loại thiết bị được chọn trong nhóm bao gồm cột chưng cất, bộ trao đổi nhiệt, bình phản ứng, bơm, đường ống và van, trong đó ít nhất một bộ phận của thiết bị tiếp xúc với chế phẩm này là chi tiết có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim. Theo cách này, sản phẩm polyme hóa lắng đọng trong quá trình polyme hóa hydrocacbon không no khó có thể bám dính vào bộ phận được phủ bởi màng oxit kim loại và/hoặc oxit á kim. Do đó, thiết bị chứa bộ phận này có thể được sử dụng để điều chế hiệu quả hydrocacbon không no trong một thời gian dài.

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, hydrocacbon không no có thể là hydrocacbon không no có số lượng cacbon ít nhất là 4 và không quá 10.

Hơn nữa, trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, chế phẩm có thể là hỗn hợp hydrocacbon có nồng độ 1,3-butadien tối thiểu là 0,1% và tối đa 99,9% khối lượng hoặc hỗn hợp hydrocacbon có nồng độ isopren tối thiểu là 0,1% khối lượng và tối đa 99,9% khối lượng.

Ngoài ra, trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là màng có độ dày trung bình tối thiểu 0,5 μm và tối đa 100 μm . Trong trường hợp độ dày trung bình của màng nằm trong phạm vi nêu trên, có thể hạn chế tốt hơn tính

bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Cần lưu ý rằng độ dày trung bình của màng trên bề mặt của bộ phận được đề xuất theo sáng chế có thể đo được bằng phương pháp quang phổ phát xạ phát quang vô tuyến (radio frequency glow discharge optical emission spectroscopy: rf-GD-OES).

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là oxit kim loại là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm crom oxit, nhôm oxit, thiếc oxit, ziricon oxit và ytri oxit, và tốt nhất là oxit á kim là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm bo oxit, silic oxit, germani oxit, arsen oxit, telur oxit và poloni oxit. Khi bất kỳ một trong số oxit kim loại và oxit á kim được liệt kê ở trên được sử dụng làm màng trên bề mặt của bộ phận, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim có thể là bộ phận bao gồm vật liệu gốc và màng trên bề mặt vật liệu gốc, và trong đó vật liệu gốc chứa ít nhất một trong số sắt và titan.

Hơn nữa, trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim có góc tiếp xúc với nước là 70° hoặc nhỏ hơn. Nếu góc tiếp xúc của bề mặt bộ phận đó với nước là 70° hoặc nhỏ hơn, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Góc tiếp xúc bề mặt của bộ phận với nước được đề cập trong sáng chế có thể đo được bằng phương pháp nhỏ giọt. Cụ thể, góc tiếp xúc bề mặt của bộ phận với nước có thể đo được bằng cách thực hiện các phép đo tại 10 điểm tùy ý trên bề mặt của bộ phận trong điều kiện nhiệt độ đo là $23^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$, độ ẩm $50\% \text{ RH} \pm 20\% \text{ RH}$ (Relative humidity: độ ẩm tương đối), thể tích giọt nước là $1 \mu\text{L}$ và thời gian chờ từ khi giọt nước tiếp xúc với bề mặt đến khi đo là 5 giây, sau đó tính giá trị trung bình của các phép đo chính là kết quả đo góc tiếp xúc.

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là chế phẩm này còn chứa muối kim loại kiềm. Trong trường hợp chế phẩm chứa muối kim loại kiềm, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Mặc dù chưa rõ ràng để lý giải vì sao sự xuất hiện của muối kim loại kiềm trong chế phẩm này giúp hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận nhưng lý do được cho là như sau. Khi chế phẩm chứa muối kim loại kiềm, ion kim loại kiềm (ví dụ, ion natri hoặc ion kali) có nguồn gốc từ muối kim loại kiềm được hấp phụ bởi màng tại bề mặt của bộ phận nhờ lực tương tác tĩnh điện, làm tăng đáng kể tính ưa nước của bề mặt bộ phận này. Theo đó, việc cải thiện đáng kể tính ưa nước của bề mặt bộ phận giúp giảm đáng kể ái lực của nó với sản phẩm polyme hóa của hydrocacbon không no có tính kỵ nước, và nhờ vậy có thể hạn chế tốt hơn nữa tính bám dính của sản phẩm polyme hóa.

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là muối kim loại kiềm là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm NaNO_3 , NaNO_2 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2SO_4 , KNO_3 , KNO_2 , K_3PO_4 , K_2HPO_4 , KH_2PO_4 , và K_2SO_4 . Khi chế phẩm chứa bất kỳ trong số muối kim loại kiềm nào được liệt kê ở trên, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Ví dụ về phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, phương pháp này có thể là phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu, và ví dụ, bước điều chế chế phẩm là bước chung cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no. Nói cách khác, phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế có thể là phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu, bao gồm bước chung cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no bằng cột chưng cất, trong đó ít nhất một bộ phận của cột chưng cất tiếp xúc với hỗn hợp này là bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim. Phương pháp nêu trên cho phép tách và thu hồi hydrocacbon không no một cách hiệu quả trong thời gian dài.

Trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, nguyên liệu

ban đầu được sử dụng để tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu có thể là phân đoạn C₄ hoặc phân đoạn C₅.

Hơn nữa, trong phương pháp điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, bước chưng cất hỗn hợp trong quá trình tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu có thể là bước chưng cất kiểu chiết.

Hơn nữa, nhằm giải quyết thỏa đáng vấn đề nêu trên, sáng chế đề xuất hệ thống điều chế hydrocacbon không no bao gồm thiết bị điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no, trong đó thiết bị này là ít nhất một thiết bị được chọn từ nhóm bao gồm cột chưng cất, bộ trao đổi nhiệt, bình phản ứng, bơm, đường ống và van, và ít nhất một bộ phận của thiết bị tiếp xúc với chế phẩm này là bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim. Nhờ đó, có thể điều chế hiệu quả hydrocacbon không no trong thời gian dài bằng thiết bị có bộ phận được phủ bởi lớp oxit kim loại và/hoặc oxit á kim.

Trong hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là màng có độ dày trung bình tối thiểu 0,5 μm và tối đa 100 μm . Trong trường hợp độ dày trung bình của màng nằm trong phạm vi nêu trên, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Trong hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là oxit kim loại ít nhất là một loại được chọn từ nhóm bao gồm crom oxit, nhôm oxit, thiếc oxit, ziricon oxit và ytri oxit, và tốt nhất là oxit á kim ít nhất là một loại được chọn từ nhóm bao gồm bo oxit, silic oxit, germani oxit, arsen oxit, telur oxit và poloni oxit. Trong trường hợp sử dụng bất kỳ một trong các oxit kim loại và oxit á kim được liệt kê ở trên làm màng tại bề mặt của bộ phận, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Trong hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim có thể là bộ phận bao gồm vật liệu gốc và màng trên bề mặt của vật liệu gốc này, trong đó vật liệu gốc chứa ít nhất một kim loại trong số sắt và titan.

Hơn nữa, trong hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là

bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim có góc tiếp xúc với nước là 70° hoặc nhỏ hơn. Trong trường hợp góc tiếp xúc của bề mặt bộ phận với nước là 70° hoặc nhỏ hơn, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Ví dụ, hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế có thể là hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no, và ví dụ, thiết bị có thể là cột chưng cất, và ví dụ cột chưng cất có thể thực hiện chưng cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no. Nói cách khác, hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế có thể là hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no bao gồm cột chưng cất giúp tiến hành chưng cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no, trong đó ít nhất một bộ phận của cột chưng cất tiếp xúc với hỗn hợp này là bộ phận có màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim. Hệ thống đề cập ở trên cho phép tách và thu hồi hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài.

Trong một ví dụ khác, hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế là hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no, cột chưng cất có thể là cột chưng cất kiểu chiết.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp và hệ thống điều chế hydrocacbon không no cho phép điều chế hiệu quả hydrocacbon không no trong thời gian dài.

Hơn nữa, sáng chế còn đề xuất phương pháp tách và thu hồi và hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no cho phép tách và thu hồi hydrocacbon không no trong thời gian dài.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 minh họa giản đồ của một ví dụ về cột chưng cất được sử dụng trong phương pháp tách và thu hồi theo sáng chế và hệ thống tách và thu hồi theo sáng chế; và

Fig.2 minh họa giản đồ của một ví dụ về hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phần dưới đây mô tả chi tiết các phương án thực hiện của sáng chế.

Phương pháp theo sáng chế là phương pháp điều chế hydrocacbon không no. Hơn nữa, hệ thống theo sáng chế là hệ thống điều chế hydrocacbon không no, ví dụ, có thể được sử dụng để điều chế hydrocacbon không no bằng phương pháp theo sáng chế.

Phương pháp theo sáng chế để điều chế hydrocacbon không no bao gồm bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no bằng thiết bị cụ thể. Hơn nữa, hệ thống điều chế hydrocacbon không no theo sáng chế bao gồm thiết bị cụ thể để thực hiện bước điều chế chế phẩm.

Không có giới hạn cụ thể nào được đặt ra đối với bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no bằng cách sử dụng thiết bị cụ thể này ngoài quy trình hoặc quá trình hoạt động trong đó thiết bị cụ thể tiếp xúc với chế phẩm (ví dụ, bên trong thiết bị). Ví dụ về bước điều chế chế phẩm bằng cách sử dụng thiết bị cụ thể này bao gồm bước chung cất chế phẩm bên trong cột chưng cất; bước gia nhiệt hoặc làm lạnh chế phẩm bằng cách cho chế phẩm đi qua thiết bị trao đổi nhiệt; bước đưa chế phẩm tham gia vào phản ứng hóa học (ví dụ, phản ứng polyme hóa của hydrocacbon không no) bên trong bình phản ứng; bước vận chuyển chế phẩm bằng bơm (ví dụ, máy nén); bước vận chuyển chế phẩm bên trong đường ống; và bước kiểm soát hướng, áp suất và/hoặc tốc độ dòng vận chuyển của chế phẩm bằng van.

Không có giới hạn cụ thể nào đối với chế phẩm chứa hydrocacbon không no miễn là nó chứa hydrocacbon không no. Ví dụ, chế phẩm này có thể là chế phẩm bao gồm duy nhất một hoặc nhiều hydrocacbon không no hoặc có thể là chế phẩm chứa một hoặc nhiều hydrocacbon không no và một hoặc nhiều chất khác không phải là hydrocacbon không no. Ví dụ, chế phẩm chứa hydrocacbon không no có thể là nguyên liệu ban đầu chẳng hạn như phân đoạn C₄ hoặc phân đoạn C₅ được mô tả dưới đây trong phần “Phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no”.

Thiết bị cụ thể bao gồm bộ phận có bề mặt được phủ một phần hoặc toàn bộ bởi màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim tại vị trí tiếp xúc với chế phẩm có chứa hydrocacbon không no (sau đây gọi là “bộ phận được phủ oxit”). Màng tại bề mặt của bộ phận được phủ oxit này bền và không dễ bong khỏi bề mặt của bộ phận cũng như không dễ tham gia vào các phản ứng hóa học không cần thiết. Màng này có thể ngăn cản tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bề mặt của bộ phận trong trường hợp sản phẩm polyme hóa lắng đọng bên trong thiết bị cụ thể này trong quá trình

điều chế hydrocacbon không no.

Trong bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no bằng thiết bị cụ thể, nhiệt độ của chế phẩm có thể đặt ở 30°C hoặc cao hơn, hoặc có thể là 40°C hoặc cao hơn, hoặc cũng có thể là 200°C hoặc thấp hơn, hoặc 180°C hoặc thấp hơn. Trong trường hợp sử dụng phương pháp và/hoặc hệ thống theo sáng chế, có thể hạn chế một cách hiệu quả tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bề mặt bộ phận, ngay cả khi nhiệt độ chế phẩm được thiết đặt trong phạm vi nêu trên tại đó sự lắng đọng sản phẩm polyme hóa có xu hướng xảy ra.

Phần dưới đây mô tả phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no như sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu (phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no) theo một ví dụ về phương pháp được bộc lộ trong sáng chế, cũng như mô tả hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no như một sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu (hệ thống tách và thu hồi cho hydrocacbon không no) theo một ví dụ về hệ thống được bộc lộ trong sáng chế. Tuy nhiên, phương pháp và hệ thống theo sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ sau đây.

Phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo một khía cạnh của phương pháp theo sáng chế (sau đây, được gọi đơn giản là “phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế”) có thể được sử dụng để tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu chứa hydrocacbon không no. Tốt hơn là, hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no theo một khía cạnh của hệ thống theo sáng chế (sau đây, được gọi đơn giản là “hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế”) có thể sử dụng trong quá trình tách và thu hồi hydrocacbon không no bằng phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no như đề cập ở trên.

Phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no

Trong phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế, có thể thực hiện bước chưng cất bằng cột chưng cất một hoặc nhiều lần đối với hỗn hợp có chứa hydrocacbon không no trong quá trình tách và thu hồi hydrocacbon không no từ nguyên liệu ban đầu. Đặc điểm của phương pháp là cần thực hiện ít nhất một lần chưng cất bằng cột chưng cất bao gồm bộ phận được phủ oxit như mô tả bên trên tại vị trí tiếp xúc với hỗn hợp chứa hydrocacbon không no.

Màng tại bề mặt của bộ phận được phủ oxit duy trì ổn định và không dễ bong ra khỏi bề mặt của bộ phận này hoặc tham gia vào các phản ứng hóa học không cần thiết ngay cả trong điều kiện khắc nghiệt bên trong cột chưng cất. Hơn nữa, màng có thể ngăn cản sản phẩm polyme hóa bám dính vào bề mặt bộ phận khi sản phẩm polyme hóa bị lắng đọng bên trong cột chưng cất trong quá trình tách và thu hồi hydrocacbon không no. Kết quả là, hiện tượng bất ổn định của dòng khí và chất lỏng có thể không xảy ra nếu sử dụng phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế, ngay cả khi quá trình tách và thu hồi được thực hiện liên tục trong thời gian dài. Điều này giúp giảm thiểu tần suất cần thiết để vệ sinh tổng thể đi kèm với việc tạm dừng hoạt động của toàn bộ hệ thống tách và thu hồi.

Nguyên liệu ban đầu

Không có giới hạn cụ thể nào được đặt ra đối với nguyên liệu ban đầu miễn là nó chứa hydrocacbon không no và các ví dụ về nó bao gồm bất kỳ hỗn hợp hydrocacbon C_4 nào có chứa hydrocacbon không no có số lượng cacbon là 4, chẳng hạn như phân đoạn C_4 thu được từ quá trình sản xuất etylen bằng cách bẻ gãy naphta; bất kỳ hỗn hợp hydrocacbon C_5 nào chứa hydrocacbon không no có số lượng cacbon là 5, chẳng hạn như phân đoạn C_5 thu được trong sản xuất etylen theo cách tương tự như phân đoạn C_4 ; và hỗn hợp thô chứa hydrocacbon không no trơ thu được sau bất kỳ phản ứng polyme hóa nào.

Trong các ví dụ này, tốt hơn là phân đoạn C_4 và phân đoạn C_5 có thể được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu.

Hydrocacbon không no và hỗn hợp chứa hydrocacbon không no

Ví dụ về hydrocacbon không no có trong nguyên liệu ban đầu và là sản phẩm đích cho quá trình tách và thu hồi bao gồm nhưng không giới hạn cụ thể ở các hydrocacbon không no có số lượng cacbon ít nhất là 4 và không quá 10 như isopren, piperylen, đixyclopentadien và 1,3-butadien.

Lưu ý rằng hỗn hợp chứa hydrocacbon không no là sản phẩm đích của quá trình chưng cất có thể là nguyên liệu ban đầu được mô tả trước đó hoặc là phân đoạn thu được nhờ quá trình chưng cất nguyên liệu ban đầu. Cụ thể hơn, hỗn hợp này, ví dụ, có thể là hỗn hợp hydrocacbon chứa 1,3-butadien ở nồng độ tối thiểu 0,1% khối lượng và tối đa 99,9% khối lượng hoặc hỗn hợp hydrocacbon chứa isopren ở nồng độ tối thiểu 0,1%

khối lượng và tối đa 99,9% khối lượng.

Tốt nhất là, hỗn hợp chứa hydrocacbon không no còn chứa muối kim loại kiềm. Trong trường hợp hỗn hợp có chứa muối kim loại kiềm, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn.

Tốt nhất là, xét về hiệu quả hạn chế tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, muối kim loại kiềm là NaNO_3 , NaNO_2 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2SO_4 , KNO_3 , KNO_2 , K_3PO_4 , K_2HPO_4 , KH_2PO_4 , hoặc K_2SO_4 và tốt hơn nữa là NaNO_2 , nhưng không giới hạn cụ thể ở những muối này.

Có thể sử dụng riêng một trong những muối kim loại kiềm này hoặc kết hợp hai hoặc nhiều muối kim loại kiềm này với nhau.

Chung cất bằng cột chưng cất

Tốt hơn là, để thu được hydrocacbon không no đích từ nguyên liệu ban đầu nêu trên, quá trình chưng cất cần được thực hiện nhiều lần để tách được càng nhiều các thành phần có điểm sôi khác nhau. Trong phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế, ít nhất một trong những lần chưng cất này được thực hiện bằng cột chưng cất bao gồm bộ phận được phủ oxit.

Bộ phận có màng tại bề mặt trong cột chưng cất có thể là bất kỳ bộ phận nào tiếp xúc với hỗn hợp có chứa hydrocacbon không no trong quá trình chưng cất. Ví dụ, bộ phận này có thể là đĩa, vỏ chính của cột chưng cất, miệng phun, tấm chắn, gờ tràn, bộ chưng, bộ cất hoặc ống dẫn khí trên đĩa.

Trong một ví dụ, phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế bao gồm bước chưng cất chiết của quá trình chưng cất chiết nguyên liệu ban đầu để thu được phân đoạn chứa hydrocacbon không no đích và bước loại bỏ tạp chất không phải là hydrocacbon không no đích từ phân đoạn thu được trong bước chưng cất chiết. Trong phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế, cột chưng cất gồm cả bộ phận được phủ oxit có thể được sử dụng trong chưng cất chiết theo bước chưng cất chiết nêu trên hoặc sử dụng trong bước loại bỏ tạp chất nêu trên.

Cột chưng cất

Trong một ví dụ, cột chưng cất có thể được sử dụng trong phương pháp tách và

thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế là cột chưng cất chiết như thể hiện trên Fig.1.

Cần lưu ý rằng mặc dù phần dưới đây mô tả trường hợp trong đó cột chưng cất chiết được thể hiện trên Fig.1 bao gồm “đĩa được phủ oxit” (đĩa có bề mặt được phủ một phần hoặc toàn bộ bởi màng chứa ít nhất một trong số oxit kim loại và oxit á kim) đóng vai trò như bộ phận được phủ oxit, tuy nhiên sáng chế không chỉ giới hạn ở trường hợp này.

Ví dụ về cấu tạo cột chưng cất

Cột chưng cất 1 như được thể hiện trên Fig.1 bao gồm thân chính 2, bộ ngưng tụ 3 làm mát và hóa lỏng khí (hơi) được thoát ra từ đỉnh của thân chính 2, trống ngưng hồi lưu 4 giữ lại phân đoạn do bộ ngưng tụ 3 hóa lỏng, dòng hồi lưu 5 hồi lưu một phần của phân đoạn được giữ trong trống ngưng hồi lưu 4 tại vị trí gần đỉnh của thân chính 2, thiết bị gia nhiệt đáy cột 6 nằm ở chân thân chính 2 và các đĩa 7 ngăn cách không gian bên trong của thân chính 2. Lưu ý rằng mỗi đĩa 7 gồm có nhiều lỗ. Mặc dù số lượng đĩa 7 được minh họa là 7, nhưng số lượng đĩa 7 không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, số lượng đĩa 7 có thể được thiết lập từ 50 đến 300 đĩa tùy thuộc vào mức hao tổn năng lượng cho quá trình chưng cất.

Khi cột chưng cất 1 được sử dụng để thực hiện chưng cất hỗn hợp có chứa hydrocacbon không no, hỗn hợp chứa hydrocacbon không no có thể được khí hóa nếu cần thiết và sau đó được đưa vào thân chính 2. Lưu ý là cũng có thể đưa bất kỳ dung môi nào vào thân chính 2 nếu cần. Dung môi này có thể là dung môi bất kỳ trong số dung môi được mô tả sau đây trong phần “hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no”. Hơn nữa, dung môi này có thể chứa muối kim loại kiềm hoặc chất ức chế polyme hóa được mô tả bên trên cũng như trình bày dưới đây trong phần “hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no” để cho phép bổ sung chúng vào hỗn hợp chứa hydrocacbon không no. Hỗn hợp chứa hydrocacbon không no và dung môi này, được đưa vào nếu cần, được đun nóng và chuyển thành thể khí bằng bộ đun lại 6, và dâng lên bên trong thân chính 2 nhờ chủ yếu đi qua các lỗ trên đĩa 7. Trong cột chưng cất được sử dụng trong phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế, tốt nhất là có ít nhất một trong các đĩa là đĩa được phủ oxit. Bằng cách sử dụng đĩa được phủ oxit làm đĩa trong trường hợp dùng cột chưng cất như được thể hiện trên Fig.1, có thể ngăn cản

hiện tượng bít lỗ trên đĩa gây ra do lắng đọng sản phẩm polyme hóa và đặc biệt là giúp duy trì dòng khí ngay cả khi tiến hành chưng cất liên tục trong thời gian dài.

Bộ phận được phủ oxit

Màng của bộ phận được phủ oxit chứa oxit kim loại và/hoặc oxit á kim. Các ví dụ về oxit kim loại bao gồm crom oxit như crom (II) oxit, crom (III) oxit, crom (IV) oxit và crom (VI) oxit; nhôm oxit Al_2O_3 ; thiếc oxit như thiếc (II) oxit và thiếc (VI) oxit; ziricon oxit ZrO_2 ; và ytri (III) oxit Y_2O_3 . Các ví dụ về oxit á kim bao gồm bo oxit như điboron trioxit (B_2O_3); silic đioxit (SiO_2); germani oxit như germani đioxit GeO_2 ; arsen oxit như arsen trioxit (As_2O_3) và arsen pentaoxit (As_2O_5); telur oxit như telur đioxit (TeO_2) và telur trioxit (TeO_3); và poloni oxit như poloni monoxit (PoO), poloni đioxit (PoO_2) và poloni trioxit (PoO_3). Một trong những oxit kim loại và oxit á kim này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hay nhiều các oxit kim loại và oxit á kim này với nhau. Trong số các oxit kim loại và oxit á kim này, tốt hơn là màng có ít nhất một trong số crom oxit và silic oxit, và tốt hơn nữa là có chứa crom oxit, dựa trên khả năng hạn chế tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận.

Mặc dù không có giới hạn cụ thể nào đối với độ dày trung bình của màng của bộ phận được phủ oxit, dựa theo khả năng hạn chế tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, tốt hơn là độ dày trung bình từ 0,5 μm trở lên, tốt hơn nữa là 10 μm trở lên, và tốt nhất là 30 μm trở lên. Mặt khác, tốt hơn là độ dày trung bình của màng trên bộ phận được phủ oxit từ 100 μm trở xuống, và tốt nhất là 50 μm hoặc trở xuống tùy thuộc cân đối giữa chi phí và tác dụng ngăn cản tính bám dính của sản phẩm polyme hóa nói trên.

Loại vật liệu gốc mà trên đó hình thành màng này không bị giới hạn cụ thể. Theo một ví dụ, vật liệu gốc chứa sắt và/hoặc titan có thể phù hợp để sử dụng. Độ dày của vật liệu gốc có thể được điều chỉnh tương thích với loại bộ phận được sử dụng vật liệu gốc mà trên đó hình thành màng cũng như phụ thuộc vào chi phí sản xuất và độ cứng của bộ phận được phủ oxit.

Tốt nhất là, bộ phận được phủ oxit có góc tiếp xúc với nước là 70° hoặc nhỏ hơn. Khi góc tiếp xúc của bề mặt bộ phận được phủ oxit với nước là 70° hoặc nhỏ hơn, có thể hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, và giúp vận hành quá trình điều chế hydrocacbon không no hiệu quả trong thời gian dài hơn. Mặc

dù không có giới hạn cụ thể nào đối với giới hạn dưới của góc tiếp xúc với nước của bộ phận được phủ oxit, thông thường góc tiếp xúc tối thiểu là 30° .

Không có giới hạn cụ thể về phương pháp tạo màng oxit lên bề mặt vật liệu gốc. Ví dụ, có thể tạo màng oxit lên bề mặt vật liệu gốc bằng cách nhúng vật liệu gốc vào dung dịch chứa oxit kim loại và/hoặc oxit á kim, sau đó nung vật liệu gốc, và tiếp tục lặp lại thao tác nhúng và nung như vậy. Lưu ý là bằng cách bổ sung axit metaphosphoric hoặc tương tự vào dung dịch dùng để nhúng, có thể làm giảm góc tiếp xúc với nước, qua đó ngăn cản tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa.

Ví dụ về phương pháp tạo màng oxit lên bề mặt vật liệu gốc bao gồm cả các phương pháp được mô tả trong công bố đơn patent Nhật Bản số JP S63-57783 A, công bố đơn patent Nhật Bản số JP H10-18052 A và patent Nhật Bản số JP 3220012 B.

Hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no

Hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế có thể được sử dụng để tách và thu hồi hydrocacbon không no từ nguyên liệu ban đầu bằng phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế đã mô tả ở trên. Trong một ví dụ, hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no theo sáng chế có thể có cấu tạo như được thể hiện trên Fig.2. Phần dưới đây mô tả hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no được thể hiện trên Fig.2 với phương án ví dụ nguyên liệu ban đầu là hỗn hợp hydrocacbon C_4 và hydrocacbon không no là sản phẩm đích của quá trình tách và thu hồi là 1,3-butadien.

Hệ thống tách và thu hồi 100 được thể hiện như trên Fig.2 bao gồm khối chưng cất chiết 10 thu phân đoạn (A) chứa 1,3-butadien và sản phẩm chiết (B) thông qua quá trình chưng cất chiết hỗn hợp hydrocacbon C_4 làm nguyên liệu ban đầu, khối cất 20 thu hồi 1,3-butadien và dung môi có trong sản phẩm chiết (B) thu được từ khối chưng cất chiết 10, và khối loại bỏ tạp chất 30 loại bỏ các tạp chất không phải là 1,3-butadien từ phân đoạn (A) thu được từ khối chưng cất chiết 10. Cột chưng cất được mô tả bên trên bao gồm bộ phận được phủ oxit được sử dụng làm cột chưng cất của ít nhất một trong số khối chưng cất chiết 10, khối cất 20 và khối loại bỏ tạp chất 30 của hệ thống tách và thu hồi 100. Tốt hơn là, trong hệ thống tách và thu hồi 100, cột chưng cất có bộ phận được phủ oxit được sử dụng là cột chưng cất chiết trong khối chưng cất chiết 10, và tốt hơn nữa là, cột chưng cất có đĩa được phủ oxit được dùng làm cột chưng cất chiết trong khối

chưng cất chiết 10. Phần dưới đây mô tả trường hợp trong đó sử dụng cột chưng cất bao gồm đĩa được phủ oxit làm cột chưng cất chiết trong khối chưng cất chiết 10.

Khối chưng cất chiết

Ví dụ, khối chưng cất chiết 10 bao gồm cột bay hơi 11 khí hóa hỗn hợp hydrocacbon C₄, cột chưng cất chiết thứ nhất 12 (ví dụ, cột chưng cất bao gồm đĩa được phủ oxit có cấu trúc được thể hiện trên Fig.1) tách hỗn hợp hydrocacbon được khí hóa trong cột bay hơi 11 thành phân đoạn (C) và sản phẩm chiết (D) bằng chưng cất chiết, cột cất 13 loại bỏ dung môi khỏi sản phẩm chiết (D), máy nén 14 nén phần thu được sau khi tách dung môi từ sản phẩm chiết (D), và cột chưng cất chiết thứ hai 15 (ví dụ, cột chưng cất bao gồm đĩa được phủ oxit có cấu trúc được thể hiện trên Fig.1) tách phần được nén bởi máy nén 14 thành phân đoạn (A) và sản phẩm chiết (B) bằng chưng cất chiết.

Trong cột chưng cất chiết thứ nhất 12, bằng cách cấp dung môi từ tầng trên tương ứng với tầng cấp hỗn hợp hydrocacbon C₄ và thực hiện chưng cất chiết hỗn hợp hydrocacbon C₄, phân đoạn (C) có chứa butan, buten và tương tự có độ tan thấp hơn so với 1,3-butadien trong dung môi được chưng cất từ đỉnh cột và sản phẩm chiết (D) chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen được rút ra từ đáy cột. Dung môi được đưa vào cột chưng cất chiết thứ nhất 12 này có thể là dung môi đã biết được dùng trong chưng cất chiết hỗn hợp hydrocacbon C₄ (ví dụ, dimetylformamit (DMF) như được mô tả trong công bố đơn patent Nhật bản số JP 2003-128595 A). Hơn nữa, để hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, tốt nhất là muối kim loại kiềm như được mô tả trên được đưa vào cột chưng cất chiết thứ nhất 12. Hơn nữa, để giảm thiểu quá trình tạo sản phẩm polyme hóa, có thể đưa chất ức chế polyme hóa đã biết (ngoại trừ các chất tương ứng với muối kim loại kiềm) vào cột chưng cất chiết thứ nhất 12. Mặc dù không có giới hạn cụ thể nào đối với phương pháp cấp muối kim loại kiềm và chất ức chế polyme hóa, nhưng tốt hơn là muối kim loại kiềm và chất ức chế polyme hóa được hòa tan trong dung môi và đưa vào cột chưng cất chiết thứ nhất 12 cùng với dung môi.

Trong cột cất 13, dung môi được rút ra từ đáy cột và phân đoạn chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen được chưng cất từ đỉnh cột. Lưu ý rằng dung môi thu hồi trong cột cất 13 có thể tái sử dụng tùy ý trong cột chưng cất chiết thứ nhất 12, cột chưng cất chiết thứ hai 15 hoặc tương tự.

Trong cột chưng cất chiết thứ hai 15, bằng cách cấp dung môi từ tầng trên tương ứng với tầng cấp của phân đoạn chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen được chưng cất từ cột cất 13 và thực hiện chưng cất chiết phân đoạn chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen, phân đoạn (A) chứa 1,3-butadien được chưng cất từ đỉnh cột và sản phẩm chiết (B) có chứa vinylaxetylen và tương tự có độ hòa tan cao hơn so với 1,3-butadien trong dung môi được chiết rút từ đáy cột. Dung môi được cấp vào cột chưng cất chiết thứ hai 15 có thể là dung môi đã biết được sử dụng trong chưng cất chiết hỗn hợp hydrocacbon C₄ (ví dụ, DMF), như được mô tả trong công bố đơn patent Nhật Bản số JP 2003-128595 A. Hơn nữa, để hạn chế tốt hơn tính bám dính của sản phẩm polyme hóa lên bộ phận, tốt nhất là muối kim loại kiềm như được mô tả bên trên được đưa vào cột chưng cất chiết thứ hai 15. Ngoài ra, để giảm thiểu quá trình tạo sản phẩm polyme hóa, có thể đưa chất ức chế polyme hóa đã biết (ngoại trừ các chất tương ứng với muối kim loại kiềm) vào cột chưng cất chiết thứ hai 15. Mặc dù không có giới hạn cụ thể nào đối với phương pháp cấp muối kim loại kiềm và chất ức chế polyme hóa, nhưng tốt hơn là muối kim loại kiềm và chất ức chế polyme hóa được hòa tan trong dung môi và đưa vào cột chưng cất chiết thứ hai 15 cùng với dung môi.

Khối cất

Ví dụ, khối cất 20 bao gồm cột cất thứ nhất 21 để thu hồi 1,3-butadien bị trộn lẫn với sản phẩm chiết (B) và cột cất thứ hai 22 để thu hồi dung môi từ sản phẩm chiết (B) sau khi thu 1,3-butadien.

Trong cột cất thứ nhất 21, thu được phân đoạn chứa 1,3-butadien bị trộn lẫn với sản phẩm chiết (B) từ đỉnh cột và dịch lỏng đáy chứa vinylaxetylen và tương tự được rút từ đáy cột. Phân đoạn chứa 1,3-butadien được chưng cất ở đỉnh cột cất thứ nhất 21 có thể tùy ý đưa trở lại cột chưng cất chiết thứ hai 15.

Trong cột cất thứ hai 22, phân đoạn (phân đoạn VA cao) chứa vinylaxetylen và tương tự có trong dịch lỏng đáy thu được từ cột cất thứ nhất 21 được chưng cất từ đỉnh cột và dung môi ra được chiết rút từ đáy cột. Lưu ý rằng dung môi thu được trong cột cất thứ hai 22 có thể tái sử dụng trong cột chưng cất chiết thứ nhất 12, cột chưng cất chiết thứ hai 15 hoặc tương tự.

Khối loại bỏ tạp chất

Ví dụ, khối loại bỏ tạp chất 30 bao gồm cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 loại

bỏ tạp chất có điểm sôi thấp hơn 1,3-butadien trong phân đoạn (A) thu được từ cột chưng cất chiết thứ hai 15 và cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 loại bỏ tạp chất có điểm sôi cao hơn 1,3-butadien.

Trong cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31, thu được phân đoạn chứa tạp chất có điểm sôi thấp như methyl axetylen (phân đoạn điểm sôi thấp) ở đỉnh cột và dịch lỏng đáy được làm giàu 1,3-butadien được chiết rút ở đáy cột.

Trong cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32, phân đoạn được làm giàu 1,3-butadien được chưng cất ở đỉnh cột và phân đoạn chứa tạp chất có điểm sôi cao như 1,2-butadien (phân đoạn điểm sôi cao) được chiết rút từ đáy cột.

Mặc dù ví dụ trên mô tả hệ thống tách và thu hồi hydrocarbon không no theo sáng chế, hệ thống tách và thu hồi hydrocarbon không no theo sáng chế không bị giới hạn ở ví dụ này. Chẳng hạn, ví dụ được mô tả bên trên cho phép tách và thu hồi 1,3-butadien từ hỗn hợp hydrocarbon C₄ dùng làm nguyên liệu ban đầu, nhưng cũng có thể sử dụng hỗn hợp hydrocarbon C₅ làm nguyên liệu ban đầu để tách ra và thu hồi isopren từ nguyên liệu ban đầu này trong hệ thống tách và thu hồi hydrocarbon không no theo sáng chế, hoặc có thể dùng hỗn hợp thô chứa hydrocarbon không no trở thu được sau bất kỳ phản ứng polyme hóa nào làm nguyên liệu ban đầu để tách và thu hồi hydrocarbon không no mong muốn bằng hệ thống tách và thu hồi hydrocarbon không no theo sáng chế.

Ví dụ thực hiện của sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây thông qua các ví dụ thực hiện. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ thực hiện này.

Ví dụ 1

Đĩa được phủ oxit

Chuẩn bị đĩa có màng chứa thành phần chính là crom (III) oxit (vật liệu gốc: SUS (thép không gỉ), độ dày trung bình của màng: 30 μ m) làm đĩa được phủ oxit. Góc tiếp xúc của đĩa được phủ oxit với nước được đo là 63°.

Tách và thu hồi 1,3-butadien

Tiến hành quá trình tách và thu hồi 1,3-butadien từ hỗn hợp hydrocarbon C₄ tạo thành từ phân đoạn C₄ thu được trong sản xuất etylen bằng cách bể gãy naphta sử dụng hệ thống tách và thu hồi là hệ thống tách và thu hồi được thể hiện trên Fig.2 bao gồm

cột chưng cất có đĩa được phủ oxit được mô tả bên trên làm cột chưng cất chiết thứ hai 15. Quá trình thực hiện cụ thể như sau:

Bước chưng cất chiết

Trước tiên, đưa phân đoạn C₄ (nồng độ 1,3-butadien: 40% khối lượng) được sử dụng làm nguyên liệu ban đầu vào cột bay hơi 11 và khí hóa nó.

Tiếp theo, cấp phân đoạn C₄ đã khí hóa vào cột chưng cất chiết thứ nhất 12 cùng với DMF (chứa NaNO₂ (natri nitrit) ở nồng độ 20 ppm (phần triệu) tính theo khối lượng) làm chất chiết (dung môi). Vị trí cấp của phân đoạn C₄ được lấy làm tầng gần giữa trong cột chưng cất chiết thứ nhất 12 và vị trí cấp của DMF được lấy làm tầng trên so với vị trí cấp của phân đoạn C₄ đã khí hóa. Đồng thời với bước cấp phân đoạn C₄ và dung môi, tiến hành gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt ở đáy cột chưng cất chiết thứ nhất 12 để thực hiện giai đoạn đầu tiên của quá trình chưng cất chiết. Loại bỏ phân đoạn (C) chứa butan, buten và chất tương tự từ đỉnh cột chưng cất chiết thứ nhất 12. Mặt khác, sản phẩm chiết (D) chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen được chiết rút từ đáy của cột chưng cất thứ nhất 12.

Đưa sản phẩm chiết (D) thu được vào tầng gần giữa trong cột cất 13 và gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt đặt ở đáy cột cất 13 để tiến hành chưng cất. Loại bỏ DMF tách ra từ sản phẩm chiết (D) ở đáy cột cất 13. Mặt khác, thu phân đoạn chứa lượng lớn 1,3-butadien và vinylaxetylen từ đỉnh cột cất 13.

Tiếp theo, cấp phân đoạn chứa 1,3-butadien và vinylaxetylen vào tầng thấp của cột chưng cất chiết thứ hai 15 cùng với DMF (chứa NaNO₂ (natri nitrit) ở nồng độ 20 ppm theo khối lượng) đóng vai trò là chất chiết (dung môi) và gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt đặt ở đáy cột chưng cất chiết thứ hai 15 để tiến hành giai đoạn chưng cất chiết thứ hai. Dùng cột chưng cất 1 như được thể hiện trên Fig.1 làm cột chưng cất chiết thứ hai 15. (Tuy nhiên, lưu ý rằng số lượng đĩa là 60 và tất cả đều là các đĩa được phủ oxit như mô tả bên trên). Vị trí cấp của phân đoạn được lấy làm tầng gần giữa trong cột chưng cất chiết thứ hai 15 và vị trí cấp DMF được lấy làm tầng trên so với vị trí cấp của phân đoạn. Duy trì áp suất đáy của cột chưng cất chiết thứ hai 15 ở áp suất tuyệt đối 5 atm (0,5 Mpa) và kiểm soát nhiệt độ đáy của cột chưng cất chiết thứ hai 15 đến 128°C. Đặt nhiệt độ ở đỉnh cột chưng cất thứ hai 15 là 45°C. Thu lấy khí chứa 1,3-butadien ở nồng độ cao từ đỉnh của cột chưng cất chiết thứ hai 15 làm phân đoạn (A). Mặt khác, các tạp chất có độ

bay hơi (độ hòa tan) thấp hơn butadien, như vinylaxetylen, được loại bỏ từ đáy cột chưng cất chiết thứ hai 15 làm sản phẩm chiết (B).

Đưa sản phẩm chiết (B) đến khối cất 20, tại đó phân đoạn chứa 1,3-butadien bị trộn lẫn với sản phẩm chiết (B) được thu hồi trong cột cất thứ nhất 21. Hồi lưu phân đoạn chứa 1,3-butadien này từ cột cất thứ nhất 21 về cột chưng cất chiết thứ hai 15. Trong cột cất thứ hai 22, phân đoạn VA cao chứa vinylaxetylen ở nồng độ cao được lấy từ đỉnh cột và DMF đã tách được lấy khỏi đáy cột.

Bước loại bỏ tạp chất

Cấp phân đoạn (A) thu được từ bước chưng cất chiết được mô tả bên trên vào tầng gần giữa trong cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 và gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt đặt ở đáy cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 để tiến hành chưng cất. Duy trì áp suất đáy của cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 ở áp suất tuyệt đối 4 atm (0,4 Mpa) và nhiệt độ đáy của cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 ở 50°C. Chất lỏng đáy đã được làm giàu 1,3-butadien được rút từ đáy của cột loại bỏ chất sôi điểm thấp 31. Mặt khác, metylaxetylen (tạp chất có điểm sôi thấp hơn butadien) được loại bỏ từ đỉnh của cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp 31 làm phân đoạn điểm sôi thấp.

Tiếp theo, đưa chất lỏng đáy thu được vào tầng gần giữa của cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 và gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt đặt ở đáy cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 để tiến hành chưng cất. Duy trì áp suất đáy của cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 ở áp suất tuyệt đối 5 atm (0,5 Mpa) và nhiệt độ đáy của cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 ở 60°C. Các tạp chất có điểm sôi cao hơn butadien (ví dụ, cis-2-buten và penten) được loại bỏ từ đáy của cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 làm phân đoạn điểm sôi cao. Mặt khác, phân đoạn được làm giàu 1,3-butadien thu được từ đỉnh của cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32. Lúc này, nồng độ 1,3-butadien trong phân đoạn thu được từ đỉnh cột loại bỏ chất có điểm sôi cao 32 đo được là 99% khối lượng hoặc lớn hơn.

Hoạt động liên tục

Các đĩa trong cột chưng cất chiết thứ hai 15 được kiểm tra liên tục sau khi thực hiện bước chưng cất chiết được mô tả bên trên và bước loại bỏ tạp chất trong 300 ngày. Kết quả cho thấy lượng sản phẩm polyme hóa bám dính trên bề mặt của mỗi đĩa là rất nhỏ và không quan sát thấy hiện tượng bít lỗ trên đĩa.

Ví dụ so sánh 1

Tiến hành bước chưng cất chiết và bước loại bỏ tạp chất theo cùng cách như mô tả trong ví dụ 1, ngoại trừ cột chưng cất chiết bao gồm các đĩa làm bằng SUS không được phủ lớp oxit, thay cho đĩa được phủ oxit, được dùng làm cột chưng cất chiết thứ hai 15. Góc tiếp xúc của các đĩa làm bằng SUS với nước là 80° .

Các đĩa trong cột chưng cất chiết thứ hai được kiểm tra liên tục sau khi thực hiện bước chưng cất chiết được mô tả bên trên và bước loại bỏ tạp chất trong 300 ngày. Kết quả là lượng sản phẩm polyme hóa bám dính trên bề mặt của mỗi đĩa lớn hơn (gần gấp đôi) lượng tìm thấy trong ví dụ 1 và quan sát thấy hiện tượng bít lỗ trên đĩa.

Khả năng áp dụng trong công nghiệp

Theo sáng chế, phương pháp và hệ thống điều chế hydrocacbon không no cho phép tách và thu hồi hydrocacbon không no một cách hiệu quả trong thời gian dài.

Danh sách các số chỉ dẫn

1	Cột chưng cất	2	Thân chính
3	Bộ ngưng tụ	4	Trống ngưng hồi lưu
5	Dòng hồi lưu	6	Thiết bị gia nhiệt đáy cột
7	Đĩa	10	Khối chưng cất chiết
11	Cột bay hơi	12	Cột chưng cất chiết thứ nhất
13	Cột cất	14	Máy nén
15	Cột chưng cất chiết thứ hai	20	Khối cất
21	Cột cất thứ nhất	22	Cột cất thứ hai
30	Khối loại bỏ tạp chất	31	Cột loại bỏ chất có điểm sôi thấp
32	Cột loại bỏ chất có điểm sôi cao	100	Hệ thống tách và thu hồi

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế hydrocacbon không no bao gồm bước điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no sử dụng ít nhất một thiết bị được chọn từ nhóm bao gồm cột chưng cất, bộ trao đổi nhiệt, lò phản ứng, bơm, đường ống và van, trong đó ít nhất một bộ phận của thiết bị tiếp xúc với chế phẩm là bộ phận có màng, và màng chứa ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm crom oxit, nhôm oxit, thiếc oxit, ziricon oxit, ytri oxit, bo oxit, silic oxit, germani oxit, arsen oxit, telur oxit và poloni oxit.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hydrocacbon không no là hydrocacbon không no có số lượng cacbon ít nhất là 4 và không quá 10.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm là hỗn hợp hydrocacbon có nồng độ 1,3-butadien tối thiểu là 0,1% khối lượng và tối đa 99,9% khối lượng hoặc hỗn hợp hydrocacbon có nồng độ isopren tối thiểu là 0,1% khối lượng và tối đa 99,9% khối lượng.
4. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 1 đến 3, trong đó màng có độ dày trung bình tối thiểu 0,5 μm và tối đa 100 μm .
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 1 đến 4, trong đó:
bộ phận có màng bao gồm vật liệu gốc và màng trên bề mặt của vật liệu gốc, và vật liệu gốc chứa ít nhất một trong số sắt và titan.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 1 đến 5, trong đó bộ phận có màng có góc tiếp xúc với nước là 70° hoặc nhỏ hơn.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 1 đến 6, trong đó chế phẩm còn chứa muối kim loại kiềm.
8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó muối kim loại kiềm là ít nhất một muối được chọn từ nhóm bao gồm NaNO_3 , NaNO_2 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2SO_4 , KNO_3 , KNO_2 , K_3PO_4 , K_2HPO_4 , KH_2PO_4 và K_2SO_4 .
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ từ 1 đến 8, trong đó phương pháp này là phương pháp tách và thu hồi hydrocacbon không no là sản phẩm đích từ nguyên liệu ban đầu, và bước điều chế chế phẩm là bước chưng cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no.
10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó nguyên liệu ban đầu là phân đoạn C_4 hoặc phân

đoạn C₅.

11. Phương pháp theo điểm 9 hoặc 10, trong đó bước chung cất hỗn hợp là bước chung cất chiết.

12. Hệ thống điều chế hydrocacbon không no bao gồm thiết bị điều chế chế phẩm chứa hydrocacbon không no, trong đó:

thiết bị là ít nhất một thiết bị được chọn từ nhóm bao gồm cột chưng cất, thiết bị trao đổi nhiệt, bình phản ứng, bơm, đường ống và van, và

ít nhất một bộ phận của thiết bị tiếp xúc với chế phẩm là bộ phận có màng, và màng chứa ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm crom oxit, nhôm oxit, thiếc oxit, ziricon oxit, ytri oxit, bo oxit, silic oxit, germani oxit, arsen oxit, telur oxit và poloni oxit.

13. Hệ thống theo điểm 12, trong đó màng có độ dày trung bình tối thiểu 0,5 μm và tối đa 100 μm .

14. Hệ thống theo điểm 12 hoặc 13, trong đó:

bộ phận có màng bao gồm vật liệu gốc và màng trên bề mặt vật liệu gốc, và vật liệu gốc chứa ít nhất một trong số sắt và titan.

15. Hệ thống theo điểm bất kỳ từ 12 đến 14, trong đó bộ phận có màng có góc tiếp xúc với nước là 70° hoặc nhỏ hơn.

16. Hệ thống theo điểm bất kỳ từ 12 đến 15, trong đó:

hệ thống là hệ thống tách và thu hồi hydrocacbon không no,

thiết bị là cột chưng cất, và

cột chưng cất thực hiện chưng cất hỗn hợp chứa hydrocacbon không no.

17. Hệ thống theo điểm 16, trong đó cột chưng cất là cột chưng cất chiết.

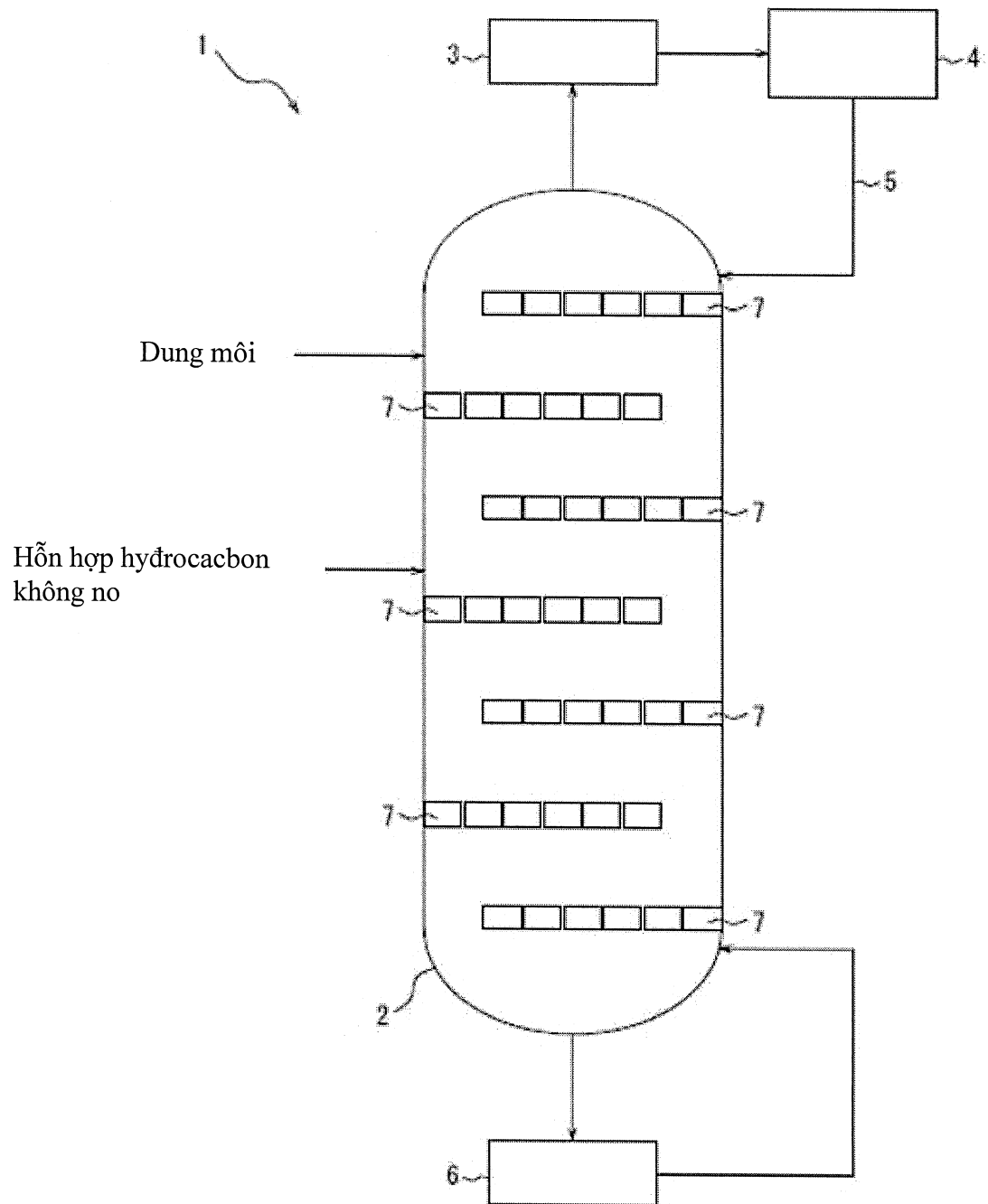


Fig.1

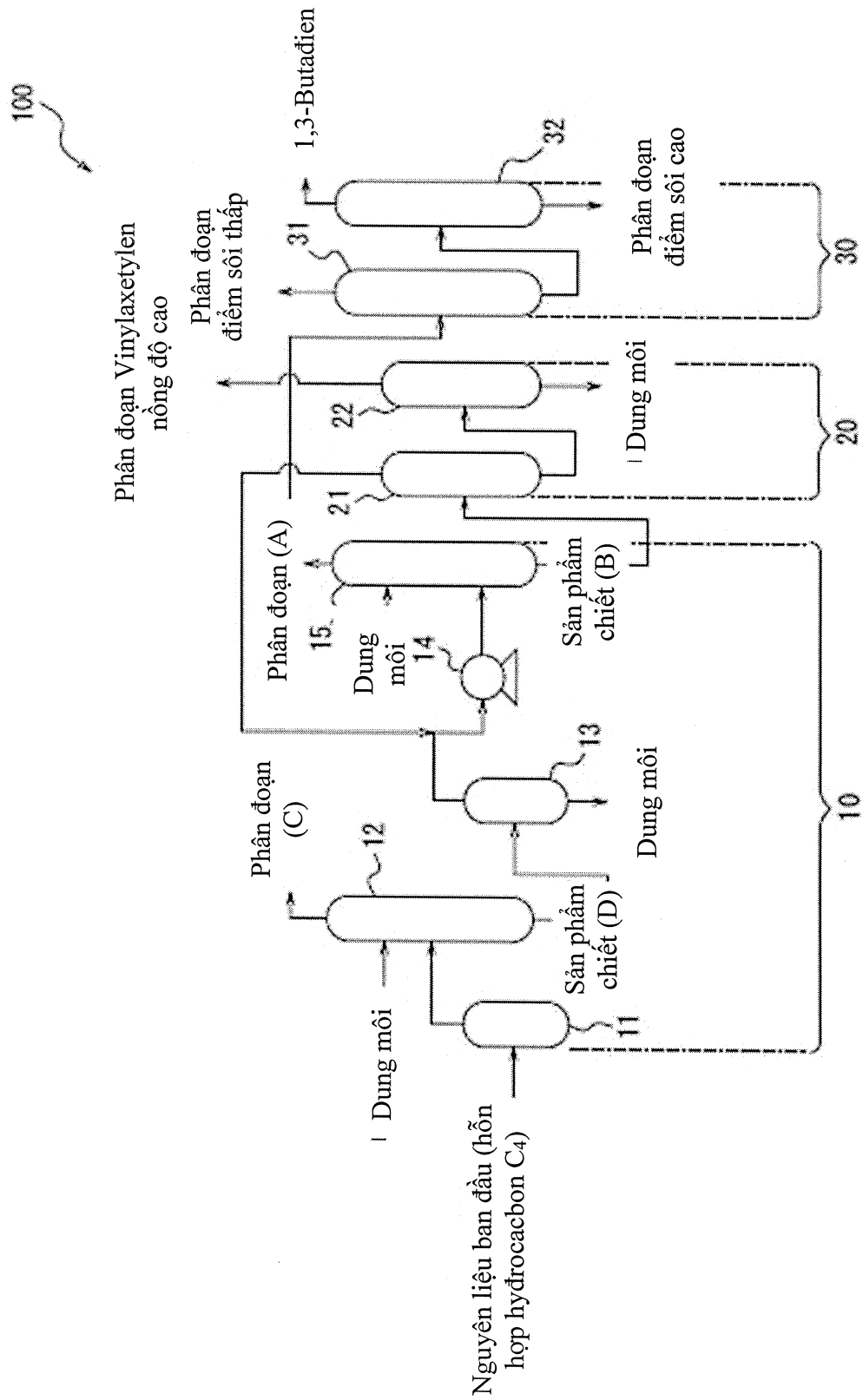


Fig.2