



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

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

(11)



1-0040946

(51)^{2020.01} C10G 1/00; C02F 1/42; C10G 1/02;
C10G 31/08; C10G 1/10; C10G 3/00;
C10G 31/06; B01J 47/00; C10G 1/06

(13) B

(21) 1-2020-02955

(22) 09/11/2018

(86) PCT/EP2018/080747 09/11/2018

(87) WO2019/092173 16/05/2019

(30) PA201770844 10/11/2017 DK

(45) 26/08/2024 437

(43) 26/10/2020 391A1

(73) STEEPER ENERGY APS (DK)

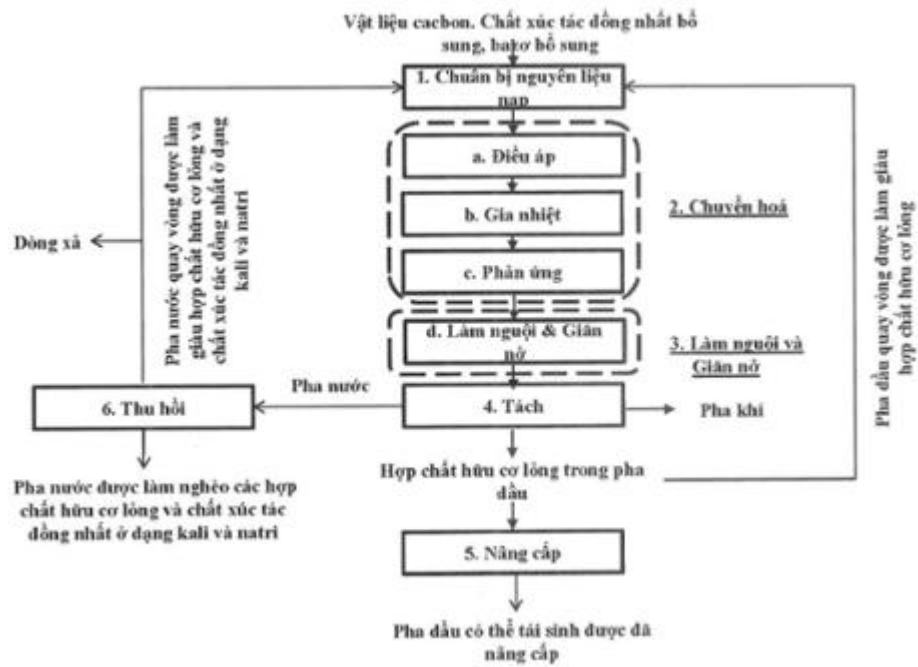
Sandbjergvej 11, 2970 Hørsholm, Denmark

(72) IVERSEN, Steen Brummerstedt (DK); RODRIGUEZ GUERRERO, Julie Katherine
(CA); IRONSIDE, Andrew (CA).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÁCH VÀ TINH CHẾ CÁC SẢN PHẨM TỪ HỆ THỐNG XỬ
LÝ CAO ÁP

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp tách và tinh chế các sản phẩm từ hệ thống xử lý cao áp được cải tiến để xử lý hỗn hợp nạp bao gồm các vật liệu cacbon ở áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 150 ba đến khoảng 400 ba ($15 \cdot 10^3$ - $40 \cdot 10^3$ kPa) và nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 300°C đến khoảng 430 °C với sự có mặt của các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri với hàm lượng ít nhất là 0,5 % khối lượng và các hợp chất hữu cơ lỏng với hàm lượng từ khoảng 5 % đến khoảng 40 % khối lượng trong thời gian đã định, nhờ đó tạo ra hỗn hợp nạp đã chuyển hóa, trong đó hỗn hợp nạp đã chuyển hóa được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 250°C, và được giảm áp xuống áp suất trong khoảng từ 1 đến 150 ba ($1 \cdot 10^2$ - $15 \cdot 10^3$ kPa), và trong đó hỗn hợp nạp đã chuyển hóa được tách thành pha khí bao gồm cacbon dioxit, hydro, và metan, pha dầu bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu, và pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước, muối hòa tan và các hạt huyền phù tùy ý.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực hệ thống tách để dùng cho hệ thống xử lý liên tục cao áp, cụ thể là hệ thống thu hồi để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng và/hoặc các chất xúc tác đồng nhất từ sản phẩm pha nước tách được từ hệ thống xử lý cao áp liên tục để chuyển hoá vật liệu cacbon như sinh khối.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vô số ứng dụng của các quy trình cao áp liên tục hiện có hoặc đang được phát triển hoặc ở giai đoạn đầu của quá trình thương mại hoá. Ví dụ về các quy trình này là các quy trình thủy nhiệt và nhiệt phân, ví dụ, để sản xuất hydrocacbon như nhiên liệu vận tải, chất bôi trơn hoặc hoá chất chuyên dụng và khí từ vật liệu cacbon như sinh khối.

Các sản phẩm từ quy trình chuyển hoá cao áp thường bao gồm hỗn hợp đã điều áp gồm các hợp chất hydrocacbon lỏng; pha khí bao gồm cacbon dioxit, cacbon monoxit, hydro, C₁-C₄ hydrocacbon; pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và muối hoà tan, và tùy ý chất rắn huyền phù như chất vô cơ và/hoặc than và/hoặc vật liệu cacbon không được chuyển hoá, tùy thuộc vào vật liệu cacbon cụ thể đang được xử lý và điều kiện xử lý cụ thể.

Một số kỹ thuật tách là đã biết trong lĩnh vực sản xuất dầu. Trong lĩnh vực áp dụng các kỹ thuật này với hydrocacbon được tạo ra từ vật liệu cacbon bằng cách sử dụng các quy trình thủy nhiệt hoặc nhiệt phân, các thông tin về việc tách bị giới hạn. Hydrocacbon được tạo ra theo cách này sẽ có một vài các đặc điểm tương tự với hydrocacbon hoá thạch và sẽ còn khác nhau trong các lĩnh vực khác. Hydrocacbon được tạo ra như vậy sẽ, so với dầu hoá thạch, thường phân cực hơn, có độ nhớt cao do hàm lượng oxy tương đối cao và thường có tỷ trọng gần với tỷ trọng của nước. Việc sử dụng các phương pháp tách thông thường đã biết từ các ứng dụng dầu hoá thạch

với hydrocacbon được tạo ra như vậy đã cho thấy rằng hydrocacbon sau khi tách còn chứa quá nhiều nước và/hoặc quá nhiều chất vô cơ trong nhiều ứng dụng.

Thông thường, dòng sản phẩm từ quy trình chuyển hoá cao áp được giảm áp xuống điều kiện môi trường và được làm nguội xuống nhiệt độ dưới điểm sôi của nước để cho phép tách tiếp thành từng pha riêng biệt. Tuy nhiên, trong khi các kỹ thuật khác nhau đã được đề xuất để tách từng pha gồm cả chiết dung môi (Downie (WO 2014/197928)), chưng cất (Downie (WO 2014/197928)), xyclon như hydrocyclon (Iversen (US921,317), Humfreys (WO2008AU00429), Annee, (EP0204354), Van de Beld (EP1184443),), lọc (Iversen (WO2015/092773), Iversen (US 9,213,17B2), Annee (EP0204354), Downie (WO 2014/197928), Iversen (WO 2006/117002)), gạn (Yokoyama (US 4935567), Modar (WO 81/00855)), ly tâm (Iversen (WO2015/092773), Iversen (US 921,317), Iversen (WO2006/117002), Annee (EP0204354)) tách màng (Modar (WO81/00855), Iversen (WO2006/117002)), chỉ có các chi tiết hạn chế về thiết kế của thiết bị và điều kiện tách và vận hành được bộc lộ trong tình trạng kỹ thuật.

Để xử lý liên tục, nước phải được chiết ra khỏi quy trình với cùng lượng như lượng được bổ sung vào quy trình với các vật liệu cacbon, chất xúc tác v.v. Pha nước thu được từ các quy trình tách này thường còn bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước cũng như muối hoà tan như các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri muối và/hoặc chất rắn huyền phù cũng như các hợp phần khác, và yêu cầu tinh chế để đáp ứng tiêu chuẩn môi trường về chất thải. Ngoài vấn đề về môi trường, các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước dẫn đến sự hao hụt cacbon làm giảm hiệu suất hydrocacbon lỏng trong pha dầu. Elliott et al (US 9,758,728) áp dụng hệ thống hoá lỏng thủy nhiệt và khí hoá thủy nhiệt có xúc tác kết hợp để gia tăng hiệu suất cacbon tổng, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước được khử bằng cách khí hoá thủy nhiệt và được chuyển hoá thành khí sản phẩm BTU trung bình mà có thể được sử dụng cho quy trình gia nhiệt. Việc tinh chế tiếp được đề xuất bằng cách quay vòng pha nước và/hoặc phân đoạn chất rắn cho giai đoạn sinh trưởng như quá trình sản xuất tảo. Tuy nhiên, cho dù Elliott et al đã gợi ý rằng để gia tăng hiệu suất

cacbon tổng, có thể đạt được bằng sản phẩm phụ và hiệu suất của sản phẩm hydrocacbon lỏng trong pha dầu mong muốn vẫn không đổi. Ngoài ra, Elliott et al không bộc lộ về việc thu hồi các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri.

Do đó, mong muốn thu hồi được cả các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước cũng như các chất xúc tác đồng nhất như kali và natri từ pha nước một cách hiệu quả cũng như lý do kinh tế. Hiện có rất ít thông tin về hệ thống thích hợp về việc thu hồi này và việc quay vòng đến bước chuẩn bị nạp liệu được bộc lộ trong tình trạng kỹ thuật.

Iversen (đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 15/787393) bộc lộ quy trình thu hồi, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và/hoặc các chất xúc tác đồng nhất được thu hồi từ pha nước bằng cách sử dụng kỹ thuật làm bay hơi và/hoặc chưng cất.

Mặc dù đến một chừng mực nhất định, tài liệu này cung cấp việc thu hồi một vài hợp phần mong muốn, vẫn còn có các hợp phần khác có thể cần tinh chế, cụ thể là pha hữu cơ lỏng trong nước.

Vấn đề chung của các hệ thống tách trong tình trạng kỹ thuật là sản phẩm dầu tách được thường chứa lượng nước và chất vô cơ quá cao, mà nó làm giới hạn chất lượng của dầu (hydrocacbon) và việc sử dụng chúng trong ví dụ, các quy trình nâng cấp có xúc tác với nhiên liệu vận tải, chất bôi trơn hoặc hoá chất chuyên dụng.

Vấn đề chung của các hệ thống tách trong tình trạng kỹ thuật là sản phẩm dầu tách được thường chứa lượng tạp chất tổ hợp quá cao, như ví dụ, clorua, mà có thể tác động bất lợi tới quy trình và thiết bị của quy trình và do vậy, có thể ảnh hưởng trực tiếp hoặc gián tiếp đến hiệu suất thu được từ quy trình, chất lượng của sản phẩm được tạo ra và/hoặc tuổi thọ của thiết bị quy trình.

Do đó, mong muốn tìm ra các sơ đồ tách được cải tiến và hiệu quả hơn để tinh chế/khử tạp chất như clorua từ pha nước.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất hệ thống tinh chế và tách được cải tiến cũng như phương pháp vận hành hệ thống này sao cho thu hồi ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri, trước khi đưa chúng quay trở lại bước tách vữa nạp.

Theo một khía cạnh của sáng chế, mục đích của sáng chế đạt được nhờ phương pháp tách và tinh chế các sản phẩm từ hệ thống xử lý cao áp được cải tiến để xử lý hỗn hợp nạp bao gồm các vật liệu cacbon ở áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 150 ba đến khoảng 400 ba ($15 \cdot 10^3 - 4 \cdot 10^4$ kPa) và nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 300°C đến khoảng 430 °C với sự có mặt của các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri với hàm lượng ít nhất là 0,5 % khối lượng và các hợp chất hữu cơ lỏng với hàm lượng từ khoảng 5 % đến khoảng 40 % khối lượng trong thời gian đã định, nhờ đó tạo ra hỗn hợp nạp đã chuyển hoá, trong đó hỗn hợp nạp đã chuyển hoá được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 250°C, và được giảm áp xuống áp suất trong khoảng từ 1 đến 150 ba ($1 \cdot 10^2 - 15 \cdot 10^3$ kPa), và trong đó hỗn hợp nạp đã chuyển hoá được tách thành pha khí bao gồm cacbon dioxit, hydro, và metan, pha dầu bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu, và pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước, muối hoà tan và các hạt huyền phù tùy ý, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan ở dưới dạng kali và/hoặc natri được thu hồi ít nhất một phần từ pha nước này, nhờ đó tạo ra dòng pha nước thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, và dòng pha nước thứ hai được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, trong đó pha nước thứ nhất được quay vòng ít nhất một phần đến hỗn hợp nạp này để tạo ra ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng và các chất xúc tác đồng nhất trong hỗn hợp nạp, và trong đó dòng xả khác nữa được rút ra từ pha nước này được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri trước khi quay vòng dòng quay vòng thứ nhất đến hỗn hợp nạp.

Bằng cách rút dòng xả này từ dòng pha nước thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, có thể tránh được các nguyên tố vết như clorua tích tụ trong pha nước do việc thu hồi này. Trong khi các nguyên tố vết khác như ion kim loại đa hoá trị kém hoà tan trong pha nước và có thể được loại bỏ ra khỏi quy trình này ở dạng chất rắn, đây không phải là trường hợp clorua có độ tan cao trong nước và còn làm tăng sự ăn mòn.

Theo phương án được ưu tiên khác, các hợp chất hữu cơ lỏng trong hỗn hợp nạp còn bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu được tái sinh.

Thông thường, tỷ lệ khối lượng giữa dòng xả được rút ra từ dòng pha nước thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri với tổng dòng pha nước được nạp vào hệ thống thu hồi trong khoảng từ 0,01 đến 0,5, như trong khoảng từ 0,02 đến 0,4, tốt hơn là tỷ lệ khối lượng giữa dòng xả được rút ra với tổng dòng pha nước nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,25 như trong khoảng từ 0,04 đến 0,15.

Bằng cách rút dòng xả trong khoảng tỷ lệ khối lượng nêu trên có thể đạt được là hàm lượng clorua trong pha nước được kiểm soát đến hàm lượng chấp nhận được.

Theo phương án được ưu tiên, lượng chất xả được rút ra được chọn sao cho thu được hàm lượng của clorua trong hỗn hợp nạp nhỏ hơn 600 ppm khối lượng, như nhỏ hơn 400 ppm khối lượng; tốt hơn là nhỏ hơn 200 ppm khối lượng, như nhỏ hơn 100 ppm khối lượng.

Theo phương án có lợi của sáng chế, dòng xả được xử lý tiếp ở một hoặc nhiều bước trao đổi ion.

Theo phương án được ưu tiên, một hoặc nhiều bước trao đổi ion bao gồm một hoặc nhiều nhựa trao đổi ion được chứa trong một hoặc nhiều tầng cố định được lắp

song song với van khoá ở trước và sau mỗi tầng sao cho ít nhất một tầng trao đổi ion là trực tuyến và ít nhất một tầng trao đổi ion là ngoại tuyến.

Có lợi, nếu nhựa trao đổi ion ở bước trao đổi ion bao gồm nhựa chọn lọc clorua.

Có lợi, nếu hàm lượng của clorua trong pha nước thứ nhất nhỏ hơn 250 ppm khối lượng, như nhỏ hơn 200 ppm khối lượng; tốt hơn là hàm lượng của clorua trong pha nước thứ nhất nhỏ hơn 150 ppm khối lượng, như nhỏ hơn 100 ppm khối lượng.

Dòng xả có thể theo phương án được ưu tiên của sáng chế được lọc để loại bỏ các hạt huyền phù trước khi đi vào bước trao đổi ion.

Theo phương án được ưu tiên khác của sáng chế, tầng trao đổi ion còn được lắp sự bố trí van cho phép tái sinh/làm sạch chất trao đổi ion bằng cách tạo ra dòng ngược và/hoặc sự xối ngược bằng dung dịch làm sạch trong khi đang ngoại tuyến.

Theo phương án có lợi, dung dịch làm sạch bao gồm nước khử khoáng.

Độ pH tại cửa vào của bước trao đổi ion theo phương án được ưu tiên của sáng chế được duy trì trong khoảng từ 8 đến 14, như trong khoảng từ 9 đến 14, tốt hơn là độ pH tại cửa vào của chất trao đổi ion nằm trong khoảng từ 10 đến 13,5.

Việc duy trì của pH tại cửa vào của có thể theo một phương án của sáng chế được tiến hành bằng cách đo độ pH của dòng xả trước khi đi vào bước trao đổi ion, và cuối cùng bổ sung bazơ như natri hydroxit vào dòng xả trước khi đi vào bước trao đổi ion hoặc có thể được bổ sung ngược dòng vào bước xử lý chất xả, ví dụ, bằng cách bổ sung bazơ như natri hydroxit ở bước thu hồi.

Pha nước đi vào hệ thống thu hồi theo sáng chế thường bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có điểm sôi thấp hơn nước và các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có điểm sôi cao hơn nước.

Các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước đang được thu hồi và đưa vào bước chuẩn bị nạp theo sáng chế thường bao gồm một hoặc nhiều hợp phần được chọn từ một hoặc nhiều nhóm:

- a. Keton như axeton, propanon, butanon, pentanon, pentenon, xyclopentanon như 2,5-dimetyl xyclopentanon, xyclopentenon, hexanon và xyclohexanon như 3-metyl hexanon, quionon
- b. Rượu và rượu đa chức như metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol như 2-butyl-1-octanol, hydroquinon, benzen diol
- c. Phenol, phenol alkyl hoá, poly-phenol, monome và oligome phenol, creosol, thymol, alkoxy phenol, rượu p-coumarylic, rượu coniferylic, rượu sinapylic, flavenol, catechol
- d. Axit carboxylic như axit formic, axit axetic và axit phenolic như axit sắt, axit benzoic, axit coumarin, axit xinamic, axit abietic, axit oleic, axit linoleic, axit palmetic, axit steric
- e. Furan như tetrahydrofuran (THF)
- f. Alkan, alken, toluen, cumen

Hàm lượng của từng hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước được tạo ra bằng quy trình trong pha nước đi vào hệ thống thu hồi thường nhỏ hơn 2,0 % khối lượng, như nhỏ hơn 1,0 % khối lượng.

Tuy nhiên, theo một số phương án của sáng chế như trong đó còn các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước như rượu hoặc phenol được bổ sung vào hỗn hợp nạp, hàm lượng của từng hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước trong pha nước đi vào hệ thống thu hồi có thể lên tới 40 % khối lượng, như lên tới 30 % khối lượng, tốt hơn là lên tới 20 % khối lượng, như trong khoảng từ 5 đến 20 % khối lượng.

Các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có thể theo sáng chế còn bao gồm các giọt nhỏ được nhũ hoá chứa pha dầu.

Có lợi, nếu việc thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri từ pha nước bao gồm một hoặc nhiều kỹ thuật được chọn trong số làm bay hơi, chưng cất/phân đoạn chưng cất, thẩm thấu ngược, lọc cỡ nano, siêu lọc và thoát hơi nước qua màng.

Thông thường, việc thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri từ pha nước bao gồm một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất nhờ đó tạo ra pha nước thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri (“cô đặc”) và dòng pha nước thứ hai được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri (“chưng cất”), trong đó lượng pha nước thứ hai được tạo ra được chọn sao cho nó tương ứng với lượng nước đi vào hệ thống xử lý cao áp như được chứa trong một hoặc nhiều nguyên liệu nạp chứa cacbon.

Pha nước đi vào hệ thống thu hồi có thể theo một phương án của sáng chế được lọc sao cho loại bỏ được các hạt rắn huyền phù trước khi đi vào một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất.

Thông thường, hệ thống thu hồi còn bao gồm một hoặc nhiều bước chưng cất nhanh.

Độ pH của pha nước trong hệ thống thu hồi tốt hơn là được duy trì ở điều kiện kiềm như ở độ pH trong khoảng từ 7 đến 14, như trong khoảng từ 9-14, tốt hơn là độ pH được duy trì trong khoảng từ 10 đến 14, như trong khoảng từ 10 đến 13. Việc duy trì ở điều kiện kiềm thường bao gồm việc đo và điều chỉnh độ pH bằng cách bổ sung natri hydroxit vào pha nước.

Có lợi, nếu hơi hoá hơi được tiếp xúc với chất hấp thụ trong thiết bị hấp thụ trước bước ngưng tụ. Thiết bị hấp thụ có thể bao gồm chất hấp thụ kiềm như natri

hydroxit. Natri hydroxit được bổ sung vào thiết bị hấp thụ có thể cấu thành natri hydroxit được bổ sung vào pha nước sao cho duy trì độ pH trong khoảng pH mong muốn ở bước thu hồi và/hoặc ở bước xử lý chất xả được mô tả trên đây.

Bằng cách duy trì độ pH trong hệ thống thu hồi và/hoặc trong thiết bị hấp thụ bước trong khoảng đã định nêu trên, có thể đạt được là hàm lượng của phenol trong phân đoạn chưng cất được giảm xuống.

Một phương án được ưu tiên hệ thống thu hồi bao gồm ít nhất một thiết bị làm bay hơi như thiết bị làm bay hơi màng rơi. Tốt hơn, nếu hơi hoá hơi ở bước làm bay hơi được ngưng tụ ở ít nhất hai bước ngưng tụ có nhiệt độ giảm. Thông thường, hơi hoá hơi đi qua thiết bị khử sương mù và/hoặc bộ kết tụ trước bước ngưng tụ.

Hệ thống thu hồi có thể theo một phương án có lợi của sáng chế bao gồm một hoặc nhiều cột chưng cất bao gồm bộ phận cất và tinh cất.

Một hoặc nhiều nguyên liệu nạp chứa cacbon được chọn từ sinh khối như sinh khối gỗ và chất thải như vỏ bào, mùn cưa, cật tia rừng, cật đường, vỏ cây, cành cây, chất thải vườn và công viên & cỏ dại, cây trồng năng lượng như bãi cây nhỏ, cây liễu, cỏ chè vè, và sậy không lồ; nông nghiệp và các sản phẩm phụ như cỏ, rơm, thân cây, rơm khô, trấu, lõi và vỏ từ ví dụ, lúa mỳ, lúa mạch đen, ngô, lúa, hướng dương; bã ép từ quá trình sản xuất dầu cọ, dịch thải của các nhà sản xuất dầu cọ (POME), bã từ quá trình sản xuất đường như bã mía, mật rỉ, mật đường, chất thải nhà kính; cây trồng năng lượng như cỏ chè vè, cỏ kê Mỹ, lúa miến, dầu mè; sinh khối thủy sinh như tảo lớn, vi tảo, vi khuẩn lam; phân và ổ động vật như phân đoạn sợi từ quá trình sản xuất vật nuôi; dòng chất thải sinh hoạt và công nghiệp như dung dịch đen, bùn giấy, xơ không đạt tiêu chuẩn từ quá trình sản xuất giấy và bột giấy; bã và các sản phẩm phụ từ quá trình sản xuất thực phẩm như quá trình sản xuất nước ép quả hoặc rượu vang; quá trình sản xuất dầu thực vật, chất thải sinh hoạt rắn đã phân loại, nguồn chất thải gia đình đã phân loại, chất thải nhà hàng, chất thải lò mổ, bùn cống, chất dẻo và tổ hợp của chúng.

Bằng cách áp dụng phương pháp tách này so với các phương pháp đã biết trước đây có thể tránh được các hợp phần không mong muốn tích tụ trong hệ thống và các tác động không mong muốn đến quy trình và hệ thống quy trình.

Cần phải lưu ý rằng phương pháp được xác định bao gồm bước tách hỗn hợp sản phẩm trong pha khí, pha dầu (hydrocacbon lỏng), và pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước, muối hoà tan và các hạt huyền phù tùy ý. Điều này có nghĩa là các pha bao gồm chủ yếu là khí, hydrocacbon lỏng và nước, mà cả các hợp phần khác, trong đó quy trình tách tiếp theo dùng cho mục đích tinh chế tiếp, cụ thể là pha hydrocacbon lỏng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế sẽ được mô tả dưới đây có dựa vào một phương án được minh hoạ trong các hình vẽ, trong đó:

FIG. 1 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án của quy trình cao áp liên tục để biến đổi vật liệu cacbon thành các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu có thể tái sinh được;

FIG. 2 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án thứ nhất của quy trình cao áp liên tục để biến đổi vật liệu cacbon thành các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu có thể tái sinh được gồm cả hệ thống để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri theo sáng chế;

FIG. 3 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án khác của quy trình cao áp liên tục để biến đổi vật liệu cacbon thành các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu có thể tái sinh được gồm cả hệ thống để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, và còn gồm cả bước rút dòng xả từ pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước theo sáng chế;

FIG. 4 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án của hệ thống tách theo sáng chế;

FIG. 5 thể hiện hình vẽ dưới dạng giản đồ của phương án được ưu tiên của thiết bị tách 3 pha theo sáng chế;

FIG. 6 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án khác của hệ thống tách theo sáng chế, còn bao gồm thiết bị tách nhanh để thu hồi các hợp chất sôi thấp và nước từ pha dầu sau thiết bị tách pha thứ hai;

FIG. 7 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án được ưu tiên của hệ thống tách theo sáng chế còn bao gồm thiết bị tách nhanh để tách khí từ hỗn hợp nạp đã chuyển hoá trước khi đi vào thiết bị tách pha thứ nhất;

FIG. 8 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án có lợi của hệ thống tách theo sáng chế còn bao gồm bước thu hồi các chất nhẹ thu hồi được từ quá trình tách nhanh và quay vòng chất tẩy rửa đến bước rửa;

FIG. 9 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án có lợi của quy trình cao áp được cải tiến để xử lý dòng nạp bao gồm vật liệu cacbon bao gồm hệ thống tách có lợi gồm cả hệ thống thu hồi để thu hồi chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri;

FIG. 10 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án được ưu tiên của hệ thống thu hồi theo sáng chế bao gồm kỹ thuật làm bay hơi.

FIG. 11 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án khác của hệ thống thu hồi bao gồm hai cột chưng cất để tách dòng nước của quy trình.

FIG. 12 thể hiện sơ đồ của một phương án được ưu tiên của thiết bị thu hồi bao gồm một thiết bị làm bay hơi và hai cột chưng cất.

FIG. 13 thể hiện sơ đồ tổng quan của hệ thống xử lý chất xả có lợi bao gồm thiết bị tách muối bao gồm bộ lọc thứ nhất và hai tầng cố định với nhựa trao đổi ion chọn lọc clorua.

FIG. 14 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án có lợi khác của hệ thống thu hồi bao gồm thiết bị tách muối bao gồm bộ lọc thứ nhất và hai tầng cố định với nhựa trao đổi ion chọn lọc clorua và trong đó dòng xả khác nữa được rút ra từ dòng nước nghèo clorua đi ra từ thiết bị tách muối.

Mô tả chi tiết sáng chế

FIG. 1 thể hiện một phương án của quy trình sản xuất cao áp liên tục để chuyển hoá vật liệu cacbon như sinh khối thành dầu có thể tái sinh được bao gồm:

1. Bước điều chế hỗn hợp nạp

2. Bước chuyển hoá bao gồm các bước
 - a. Tạo áp suất
 - b. Gia nhiệt
 - c. Phản ứng
3. Làm mát & giảm áp
4. Tách
5. Nâng cấp

1. Chuẩn bị nguyên liệu:

Bước thứ nhất của quy trình là điều chế hỗn hợp nạp ở dưới dạng vữa chứa vật liệu cacbon có thể bơm được (1). Bước này thường bao gồm các thiết bị để giảm kích thước và tạo vữa như phân tán các chất hữu cơ với các thành phần khác như nước, các chất xúc tác và các chất phụ gia khác như các chất hữu cơ trong hỗn hợp nạp,

Vật liệu chứa cacbon theo sáng chế có thể ở dạng rắn hoặc có thể có hình thức rắn, nhưng cũng có thể ở dưới dạng bùn hoặc chất lỏng. Ngoài ra, các vật liệu cacbon có thể được chứa trong một hoặc nhiều dòng vào.

Ví dụ không giới hạn về nguyên liệu nạp chứa cacbon theo sáng chế bao gồm sinh khối như sinh khối gỗ và chất thải như vỏ bào, mùn cưa, cắt tia rừng, cắt đường, vỏ cây, cành cây, chất thải vườn và công viên & cỏ dại, cây trồng năng lượng như bãi cây nhỏ, cây liễu, cỏ chè vè, và sậy khổng lồ; nông nghiệp và các sản phẩm phụ như cỏ, rơm, thân cây, rơm khô, trấu, lõi và vỏ từ ví dụ, lúa mỳ, lúa mạch đen, ngô, lúa, hướng dương; bã ép từ quá trình sản xuất dầu cọ, dịch thải của các nhà sản xuất dầu cọ (POME), bã từ quá trình sản xuất đường như bã mía, mật rỉ, mật đường, chất thải nhà kính; cây trồng năng lượng như cỏ chè vè, cỏ kê Mỹ, lúa miến, dầu mè; sinh khối thủy sinh như tảo lớn, vi tảo, vi khuẩn lam; phân và ổ động vật như phân đoạn sợi từ quá trình sản xuất vật nuôi; dòng chất thải sinh hoạt và công nghiệp như dung dịch đen, bùn giấy, xơ không đạt tiêu chuẩn từ quá trình sản xuất giấy; bã và các sản phẩm phụ từ quá trình sản xuất thực phẩm như quá trình sản xuất nước ép quả hoặc rượu vang; quá trình sản xuất dầu thực vật, chất thải sinh hoạt rắn đã phân loại, nguồn chất

thải gia đình đã phân loại, chất thải nhà hàng, chất thải lò mổ, bùn cống và tổ hợp của chúng.

Nhiều vật liệu cacbon theo sáng chế có liên quan đến vật liệu lignoxenluloza như sinh khối gỗ và chất thải nông nghiệp. Các vật liệu cacbon này thường bao gồm lignin, xenluloza và hemixenluloza.

Một phương án của sáng chế bao gồm vật liệu cacbon có a hàm lượng lignin trong khoảng từ 1,0 đến 60 % khối lượng, như hàm lượng lignin trong khoảng từ 10 đến 55 % khối lượng. Tốt hơn, nếu hàm lượng lignin của vật liệu cacbon nằm trong khoảng từ 15 đến 40 % khối lượng, như từ 20-40 % khối lượng.

Hàm lượng xenluloza của vật liệu cacbon tốt hơn là trong khoảng từ 10 đến 60 % khối lượng, như hàm lượng xenluloza trong khoảng từ 15 đến 45 % khối lượng. Tốt hơn, nếu hàm lượng xenluloza của vật liệu cacbon nằm trong khoảng từ 20 đến 40 % khối lượng, như 30-40 % khối lượng.

Hàm lượng hemixenluloza của vật liệu cacbon tốt hơn là trong khoảng từ 10 đến 60 % khối lượng, như hàm lượng xenluloza trong khoảng từ 15 đến 45 % khối lượng. Tốt hơn, nếu hàm lượng xenluloza của vật liệu cacbon nằm trong khoảng từ 20 đến 40 % khối lượng, như 30-40 % khối lượng.

Tuỳ thuộc vào chất hữu cơ cụ thể đang được biến đổi và nó được nhận như thế nào, việc giảm kích thước có thể được tiến hành ở một hoặc nhiều bước ví dụ, vật liệu cacbon có thể được xử lý trực tiếp và tiếp theo, được trộn với các thành phần khác trong cùng một bước hoặc nó có thể được nghiền sơ bộ đến kích thước thích hợp để xử lý tiếp và giảm kích thước ở bước trộn. Thông thường, vật liệu cacbon được giảm kích thước đến kích thước hạt nhỏ hơn 15 mm như kích thước hạt nhỏ hơn 10 mm ở bước nghiền sơ bộ; tốt hơn là đến kích thước hạt nhỏ hơn 5 mm như nhỏ hơn 3 mm.

Việc nghiền sơ bộ có thể theo một phương án của sáng chế được tiến hành bằng cách sử dụng máy hủy, máy cắt, máy nghiền búa, máy nghiền chảo, máy nghiền bánh công tác hoặc tổ hợp của chúng.

Có lợi, nếu bước nghiền sơ bộ còn có thể bao gồm các thiết bị để loại bỏ các tạp chất như kim loại, đá, chất bẩn như cát, và/hoặc để tách xơ không đạt tiêu chuẩn ra khỏi vật liệu cacbon có kích thước hạt với kích thước tối đa. Các thiết bị này có thể bao gồm tách từ, rửa, tách mật độ như tuyển nổi, bàn rung, tách âm, sàng và tổ hợp của chúng. Các thiết bị này có thể được bố trí trước bước nghiền sơ bộ và/hoặc sau bước nghiền sơ bộ.

Tiếp theo, vật liệu cacbon được trộn với các thành phần khác của hỗn hợp nạp. Các thành phần khác có thể bao gồm:

1. Dầu tái sinh (hydrocacbon) được tạo ra từ quy trình hoặc phân đoạn dầu (hydrocacbon được tạo ra từ quy trình; tốt hơn là với tỷ lệ khối lượng so với tro khô không chứa chất hữu cơ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 như với tỷ lệ từ 0,8 đến 1,2; Dầu tái sinh có thể bao gồm phenol, phenol alkyl hoá, poly-phenol, monome và oligome phenol, creosol, thymol, alkoxy phenol, rượu p-coumarylic, rượu coniferylic, rượu sinapylic, flavenol, catechol.

2. Chất cô đặc tái sinh của pha nước từ quy trình bao gồm chất xúc tác đồng nhất thu hồi được và các chất hữu cơ hoà tan trong nước như một hoặc nhiều hợp phần được chọn từ

- a. Keton như axeton, propanon, butanon, pentanon, pentenon, xyclopentanon như 2,5-dimetyl xyclopentanon, xyclopentenon, hexanon và xyclohexanon như 3-metyl hexanon, quionon v.v.

- b. Rượu và rượu đa chức như metanol, etanol, propanol (bao gồm isopropanol), butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol như 2-butyl-1-octanol, hydroquinon, benzen diol v.v.

c. Phenol, phenol alkyl hoá, poly-phenol, monome và oligome phenol, creosol, thymol, alkoxy phenol, rượu p-coumarylic, rượu coniferylic, rượu sinapylic, flavenol, catechol

d. Axit carboxylic như axit formic, axit axetic và axit phenolic như axit sắt, axit benzoic, axit coumarin, axit xinamic, axit abietic, axit oleic, axit linoleic, axit palmetic, axit steric

e. Furan như THF v.v.

f. Alkan, alken, toluen, cumen, xylen v.v.

và tổ hợp của chúng.

Nói chung, các chất hữu cơ hoà tan trong nước cấu thành hỗn hợp phức gồm các chất nêu trên và hỗn hợp nạp có thể bao gồm các chất hữu cơ hoà tan trong nước này với hàm lượng từ khoảng 1 % khối lượng đến khoảng 10 % khối lượng, như trong khoảng từ khoảng 2 % khối lượng đến khoảng 5 % khối lượng.

3. Chất xúc tác đồng nhất bổ sung ở dạng kali cacbonat và/hoặc kali hydroxit và/hoặc kali axetat; tốt hơn là được bổ sung ở dưới dạng dung dịch nước và được bổ sung với lượng sao cho tổng hàm lượng của kali trong hỗn hợp nạp thu được ít nhất là 0,5 % khối lượng, như hàm lượng trong hỗn hợp nạp ít nhất là 1,0 % khối lượng; tốt hơn là hàm lượng của kali ít nhất là 1,5 % khối lượng, như ít nhất 2,0 % khối lượng;

4. Bazơ bổ sung để điều chỉnh độ pH. Tốt hơn là, natri hydroxit được bổ sung vào hỗn hợp nạp với lượng sao cho độ pH đo được trong pha nước được quay vòng là lớn hơn 7 và tốt hơn là trong khoảng từ 8,0 đến 12,0 như trong khoảng từ 8,0 đến 10,0.

Các thành phần từ 1-4 tốt hơn là đều ở dạng lỏng và có thể có lợi nếu được trộn sơ bộ và tùy ý gia nhiệt sơ bộ, trước khi được trộn với các chất hữu cơ để tạo ra hỗn hợp nạp này. Việc trộn sơ bộ và/hoặc gia nhiệt sơ bộ có thể làm giảm thời gian nạp và thời gian gia nhiệt cần thiết trong thiết bị trộn.

Việc trộn vật liệu cacbon và các thành phần khác được trộn sao cho tạo thành vữa hoặc bột nhão đồng nhất. Thiết bị trộn này có thể là bình khuấy được lắp các thiết bị để trộn, phân tán và đồng nhất hoá vật liệu nhót một cách hiệu quả như thiết bị trộn kiểu hành tinh, thiết bị trộn Kneader hoặc Banbury.

Tốt hơn là thiết bị trộn còn được lắp các thiết bị để gia nhiệt sơ bộ hỗn hợp nạo này đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 80°C đến khoảng 250°C, tốt hơn là trong khoảng từ khoảng 130°C đến khoảng 220°C và tốt hơn nữa là trong khoảng từ khoảng 150°C đến khoảng 200°C như trong khoảng từ khoảng 160°C đến khoảng 180°C ở áp suất đủ để tránh việc sôi như áp suất trong khoảng từ 1-30 ba ($100-3 \cdot 10^3$ kPa), tốt hơn là trong khoảng từ 4-20 ba ($400-2 \cdot 10^3$ kPa) như trong khoảng từ 5-10 ba ($500-1 \cdot 10^3$ kPa).

Việc gia nhiệt hỗn hợp nạo đến các nhiệt độ trong khoảng nêu trên dẫn đến việc mềm hoá và/hoặc hoà tan ít nhất một phần vật liệu cacbon nhờ đó làm cho hỗn hợp nạo dễ làm giảm kích thước và đồng nhất hoá. Các thiết bị được ưu tiên để gia nhiệt hỗn hợp nạo này trong quá trình tách theo sáng chế bao gồm áo bao gia nhiệt. Theo phương án được ưu tiên, nhiệt dùng để gia nhiệt sơ bộ hỗn hợp nạo này thu được từ việc làm nguội vật liệu cacbon bao gồm sản phẩm hydrocacbon lỏng được chuyển hoá. Nhờ đó, hiệu suất năng lượng của quy trình cũng có thể được gia tăng. Thiết bị trộn còn có thể được lắp vòng tái tuần hoàn, trong đó vật liệu được rút ra từ thiết bị trộn này và ít nhất được tái tuần hoàn một phần trong vòng bên trong hoặc bên ngoài và đưa lại vào thiết bị trộn này sao cho kiểm soát được các đặc điểm hỗn hợp nạo ví dụ, đặc tính lưu biến như độ nhót và/hoặc kích thước hạt đến mức đã định. Vòng bên ngoài còn có thể bao gồm một hoặc nhiều thiết bị làm giảm kích thước và/hoặc đồng nhất hoá như máy giã và/hoặc máy nghiền keo và/hoặc máy nghiền nón hoặc tổ hợp của chúng theo kiểu bố trí theo dãy và/hoặc song song.

Tốt hơn là, vật liệu cacbon được nạp vào thiết bị trộn này từ từ hơn là cùng một lúc để kiểm soát độ nhót của hỗn hợp nạo và hỗn hợp nạo vẫn có thể bơm được, trong khi đang được giảm kích thước và đồng nhất hoá. Việc kiểm soát độ nhót có thể được

tiến hành bằng cách đo sự tiêu hao năng lượng của thiết bị trộn và/hoặc máy nghiền keo và bổ sung chất hữu cơ to hỗn hợp nạt theo sự tiêu hao năng lượng đã định. Cũng có lợi nếu không làm trống thiết bị trộn hoàn toàn giữa các mẻ do hỗn hợp nạt điều chế được đóng vai trò làm chất kiến tạo cho mẻ tiếp theo và nhờ đó trợ giúp việc đồng nhất hoá mẻ tiếp theo bằng cách làm cho nó dễ bơm hơn, và nhờ đó vật liệu cacbon có thể được bổ sung nhanh hơn.

Các thiết bị khác được ưu tiên để trộn kỹ và đồng nhất hoá các thành phần trong hỗn hợp nạt bao gồm các thiết bị trộn trực tiếp. Các thiết bị trộn trực tiếp này còn có thể đưa vào hoạt động cắt và/hoặc cắt bằng kéo và/hoặc tự làm sạch. Một phương án được ưu tiên với các thiết bị trực tiếp bao gồm một hoặc nhiều máy ép đùn.

Hỗn hợp nạt từ bước trộn hỗn hợp nạt có thể được nạp vào bể chứa trước khi đi vào bước điều áp của quy trình. Bể trộn có thể được lắp các thiết bị để khuấy hỗn hợp nạt này trong bể chứa và/hoặc các thiết bị tuần hoàn để tuần hoàn hỗn hợp nạt này xung quanh bể chứa, nhờ đó hỗn hợp nạt được duy trì ở trạng thái trượt dính mỏng và dễ bơm. Tuy ý, hỗn hợp nạt có thể được giãn nở trước khi đi vào bể chứa, nhờ đó hỗn hợp nạt cũng có thể giảm kích thước thêm và đồng nhất hoá.

Thông thường, hàm lượng khô của vật liệu cacbon trong hỗn hợp nạt theo sáng chế nằm trong khoảng từ 10 đến 40 % khối lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 15 đến 35 % khối lượng và tốt hơn nữa là trong khoảng từ 20 đến 35 % khối lượng.

Quy trình theo sáng chế yêu cầu nước có mặt trong hỗn hợp nạt này. Thông thường, hàm lượng nước trong hỗn hợp nạt ít nhất là 30 % khối lượng và trong khoảng từ 30 đến 80 % khối lượng và tốt hơn là trong khoảng từ 40 đến 60 % khối lượng.

2. Chuyển hóa

Bước thứ hai, chuyển hoá, bao gồm bước điều áp (2a) trong đó hỗn hợp nạt được điều áp bằng thiết bị bơm đến áp suất ít nhất là 150 ba (15.10^3 kPa) và lên đến khoảng 450 ba (45.10^3 kPa) như áp suất ít nhất là 180 ba (18.10^3 kPa) và lên tới 400

ba ($4 \cdot 10^4$ kPa); tốt hơn là hỗn hợp nạp được điều áp bằng thiết bị bơm đến áp suất lớn hơn điểm tới hạn của nước như áp suất ít nhất là 250 ba ($25 \cdot 10^3$ kPa); tốt hơn nữa là hỗn hợp nạp được điều áp bằng thiết bị bơm đến áp suất ít nhất là 300 ba ($3 \cdot 10^4$ kPa), như ít nhất là 320 ba ($32 \cdot 10^3$ kPa). Phương án được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế là áp suất của hỗn hợp nạp sau khi ra khỏi thiết bị bơm nằm trong khoảng từ 320 đến 380 ba ($32 \cdot 10^3 - 38 \cdot 10^3$ kPa). Theo sáng chế, việc điều áp đến áp suất phản ứng mong muốn chủ yếu được tiến hành trước khi gia nhiệt từ nhiệt độ đi vào từ bước điều chế hỗn hợp nạp đến nhiệt độ phản ứng.

Nhiều phương án theo sáng chế đề cập đến việc xử lý hỗn hợp nạp bằng hàm lượng cao vật liệu cacbon như được mô tả trên đây. Các hỗn hợp nạp này thường có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 1050 đến 1200 kg/m³, và thường hoạt động như bột nhão giả dẻo đồng nhất hơn là huyền phù chứa các hạt riêng biệt (lông). Độ nhớt của bột nhão này có thể thay đổi trong khoảng rộng với tỷ lệ trượt do hoạt động giả dẻo (trượt dính mỏng) và có thể nằm trong khoảng từ 10^3 đến 10^7 cP tùy thuộc vào tỷ lệ trượt cụ thể và vật liệu cacbon được xử lý.

Một khía cạnh của sáng chế đề cập đến hệ thống điều áp để điều áp hỗn hợp nạp giả dẻo có độ nhớt cao. Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, hệ thống điều áp này bao gồm hai hoặc nhiều áp suất bộ khuếch đại, mỗi bộ bao gồm các xy lanh với một pit-tông được lắp các thiết bị dẫn động để áp dụng và/hoặc nhận lực đến pit-tông. Có lợi nếu, các thiết bị dẫn động cho pit-tông trong xy lanh theo sáng chế bao gồm thiết bị dẫn động thủy lực.

Hệ thống điều áp theo sáng chế thường được thiết kế cho tốc độ hành trình thấp (thể tích hành trình lớn), nhờ đó cho phép việc sử dụng van khởi động để nạp và làm rỗng xy lanh hơn là kiểm tra van. Van khởi động được ưu tiên theo sáng chế bao gồm van điều tiết và van bi hoặc tổ hợp của chúng.

Tốc độ hành trình của pit-tông theo một phương án của sáng chế có thể là từ khoảng 1 hành trình trên một phút lên đến khoảng 150 hành trình trên một phút như

từ khoảng 5 hành trình trên một phút lên đến khoảng 100 hành trình trên một phút. Tốt hơn, nếu tốc độ hành trình của pit-tông nằm trong khoảng từ khoảng 10 đến khoảng 80 hành trình trên một phút như tốc độ hành trình của pit-tông trong khoảng từ 20 hành trình trên một phút đến khoảng 60 hành trình trên một phút. Ngoài việc cho phép việc sử dụng van khởi động tốc độ hành trình thấp của pit-tông làm giảm độ mài mòn trên pit-tông, phốt và đế xu páp.

Nhiệt độ cửa vào để điều áp thường nằm trong khoảng từ khoảng 10°C đến khoảng 250°C như từ khoảng 20°C đến khoảng 220°C; tốt hơn là nhiệt độ cửa vào đến xy lanh mở rộng áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 50°C đến khoảng 210°C như từ khoảng 80°C đến khoảng 200°C; còn tốt hơn nữa là nhiệt độ cửa vào đến xy lanh mở rộng áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 100°C đến khoảng 180°C như từ khoảng 120°C đến khoảng 170°C.

Đối với các ứng dụng theo sáng chế, tại đó nhiệt độ vượt quá khoảng 120°C như khoảng 140°C, xy lanh còn có thể được lắp các thiết bị để làm nguội phốt của pit-tông để chịu được các điều kiện vận hành.

Theo phương án có lợi, năng lượng áp suất được thu hồi ở bước giảm áp được mô tả dưới đây ở bước 6. Việc giảm áp suất, và được chuyển đến bể chứa hấp thụ năng lượng, trong đó năng lượng được hấp thụ bằng thiết bị giảm áp được chuyển đến bể chứa cho các ứng dụng tiếp theo ở, ví dụ, bước điều áp. Nhờ đó, thu được quy trình cao áp rất có hiệu quả năng lượng.

Tiếp theo, hỗn hợp nạp đã điều áp được gia nhiệt (2b) đến nhiệt độ phản ứng trong khoảng từ khoảng 300°C và lên đến khoảng 450°C, như nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 330°C đến khoảng 430°C; tốt hơn là tiếp theo, hỗn hợp nạp đã điều áp được gia nhiệt đến nhiệt độ phản ứng trong khoảng từ khoảng 350°C và lên đến khoảng 425°C, nhiệt độ này nằm trong khoảng từ khoảng 390°C đến khoảng 420°C như trong khoảng từ 400°C đến 415°C.

Theo một khía cạnh của sáng chế, việc gia nhiệt của hỗn hợp nạp được tiến hành bằng cách trao đổi nhiệt gián tiếp với nước cao áp nhờ môi trường truyền nhiệt giữa bước làm nguội và gia nhiệt. Bằng cách sử dụng môi trường truyền nhiệt này có thể đạt được là cả hỗn hợp nạp và hỗn hợp sản phẩm có thể chảy bên trong các ống, nhờ đó cho phép việc làm sạch dễ dàng hơn.

Bằng việc thu hồi nhiệt này, có thể đạt được là quy trình sẽ rất hiệu quả về mặt năng lượng do phần lớn nhiệt cần thiết được thu hồi. Theo nhiều phương án của sáng chế, ít nhất 40 % năng lượng yêu cầu để gia nhiệt hỗn hợp nạp đến nhiệt độ phản ứng mong muốn là được thu hồi, như ít nhất 50 % năng lượng yêu cầu để gia nhiệt hỗn hợp nạp đến nhiệt độ phản ứng mong muốn là được thu hồi. Tốt hơn là, ít nhất 60 % yêu cầu để gia nhiệt hỗn hợp nạp đến nhiệt độ phản ứng mong muốn được thu hồi, như ít nhất 70 % năng lượng yêu cầu là được thu hồi.

Tiếp theo bước gia nhiệt đến nhiệt độ phản ứng, hỗn hợp nạp đã gia nhiệt và được điều áp **được duy trì tại** áp suất và nhiệt độ mong muốn trong vùng phản ứng (2c) trong thời gian đã định để chuyển hoá các vật liệu cacbon. Các đặc điểm nạp và/hoặc tổ hợp áp suất và nhiệt độ theo sáng chế thường cho phép thời gian phản ứng ngắn hơn và/hoặc sản phẩm hydrocacbon lỏng hoạt động hơn tình trạng kỹ thuật mà không cần cắt giảm hiệu suất và/hoặc chất lượng của sản phẩm mong muốn. Thời gian đã định trong vùng phản ứng trên có thể theo một phương án của sáng chế nằm trong khoảng từ 1 đến 60 phút như 2 đến 45 phút, tốt hơn là thời gian đã định trong vùng phản ứng nằm trong khoảng từ 3 đến 30 phút, như trong khoảng từ 3 đến 25 phút, được ưu tiên hơn nếu nằm trong khoảng từ 4 đến 20 phút, như 5 đến 15 phút.

3. Làm mát & giãn nở

Tiếp theo, hỗn hợp sản phẩm bao gồm sản phẩm hydrocacbon lỏng, nước với các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và muối hoà tan, khí bao gồm cacbon dioxit, hydro, và metan cũng như các hạt huyền phù từ vật liệu cacbon đã chuyển hoá được làm nguội (3) đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70°C đến 250°C, như

trong khoảng từ 120°C đến 220°C; tốt hơn là đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 200°C, như trong khoảng từ 140°C đến 180°C.

Một phương án được ưu tiên của bước làm nguội theo sáng chế là trong đó việc trao đổi nhiệt được tiến hành bằng cách truyền nhiệt gián tiếp với nước cao áp làm môi trường truyền nhiệt như đã được mô tả trong quá trình chuyển hoá. Bằng cách sử dụng việc truyền nhiệt gián tiếp này qua môi trường truyền nhiệt, có thể đạt được là cả hỗn hợp nạp và hỗn hợp sản phẩm có thể chảy bên trong các ống, nhờ đó cho phép việc làm sạch dễ dàng hơn. Môi trường truyền nhiệt có thể tùy ý còn được gia nhiệt và/hoặc còn được làm nguội sao cho cho phép bổ sung tính có thể kiểm soát và tính linh hoạt của việc gia nhiệt và làm nguội. Môi trường truyền nhiệt này còn có thể được sử dụng để truyền nhiệt đến/từ các đơn vị vận hành khác của quy trình như ví dụ, chuẩn bị nạp liệu (1) và/hoặc phần nâng cấp của quy trình theo sáng chế.

Sau đó, hỗn hợp sản phẩm đã làm nguội đi vào thiết bị giảm áp (3), trong đó áp suất được giảm xuống từ áp suất chuyển hoá xuống áp suất nhỏ hơn 200 ba (2.10^4 kPa), như áp suất nhỏ hơn 120 ba (12.10^3 kPa). Tốt hơn là, áp suất được giảm xuống nhỏ hơn 90 ba (9.10^3 kPa) như nhỏ hơn 80 ba (8.10^3 kPa). Tốt hơn nữa là, áp suất được giảm xuống nhỏ hơn 50 ba (5.10^3 kPa) như áp suất trong khoảng từ 10 ba đến 40 ba ($1.10^3 - 4.10^3$ kPa).

Thiết bị giảm áp thích hợp bao gồm thiết bị giảm áp bao gồm nhiều bộ phận hình ống theo kiểu bố trí theo dãy và/hoặc song song với chiều dài và tiết diện ngang bên trong thích ứng để làm giảm áp suất đến mức mong muốn, và thiết bị giảm áp bao gồm bộ phận bơm giảm áp.

Theo phương án được ưu tiên, hỗn hợp sản phẩm đã làm nguội đi vào thiết bị giảm áp, trong đó bộ phận giảm áp bao gồm ít nhất một cửa vào và cửa ra, bộ phận giảm áp được làm thích ứng để nhận dung dịch đã điều áp ở mức áp suất quy trình tại cửa vào, được làm thích ứng để tách dung dịch đã điều áp nhận được từ quy trình ngược dòng và từ cửa ra và được làm thích ứng để làm giảm áp suất của dung dịch

xuống mức đã định thấp hơn và còn được làm thích ứng để đưa dung dịch qua cửa ra trong khi vẫn tách theo hướng quy trình ngược dòng.

Nói chung, bộ phận giảm áp bao gồm van khởi động tại cửa vào và van khởi động tại cửa ra và giữa van cửa vào và van cửa ra là thiết bị điều áp. Ngoài ra, bộ phận giảm áp theo một phương án của sáng chế bao gồm các thiết bị để đo áp suất ngược dòng của van cửa vào, giữa van cửa vào và van cửa ra và xuôi dòng van cửa ra.

Bộ phận giảm áp theo sáng chế còn có thể bao gồm bộ phận bơm có xy lanh và pit-tông cũng như các thiết bị để dẫn động pit-tông bên trong xy lanh. Có lợi, nếu bộ phận giảm áp còn bao gồm bộ chỉ báo vị trí cho biết vị trí chu trình của thiết bị giảm áp và được làm thích ứng để tạo ra tín hiệu kiểm soát để mở hoặc đóng ít nhất một van trong hệ thống giảm áp.

Một phương án có lợi của thiết bị giảm áp theo sáng chế là khi bơm giảm áp được nối với bơm khác đang điều khiển việc điều áp của bể chứa hấp thụ năng lượng. Ví dụ, thiết bị giảm áp còn bao gồm bể chứa năng lượng, trong đó bơm điều áp được nối theo kiểu hoạt động với bể chứa và trong đó năng lượng được hấp thụ bằng bơm được chuyển hoá và được chuyển đến bơm điều áp.

Theo phương án được ưu tiên, bể chứa năng lượng dẫn động bơm điều áp được làm thích ứng để điều áp hỗn hợp nạp trong bước điều áp (bước 2 nêu trên) của quy trình cao áp. Theo một phương án của sáng chế, quy trình này được tiến hành bằng tua bin áp suất thấp được nối với máy phát điện để tạo ra năng lượng điện, và dòng điện được tạo ra làm giảm năng lượng yêu cầu để chạy bơm điều áp trong bước điều áp.

Thiết bị giảm áp theo sáng chế thường được thiết kế cho tốc độ hành trình thấp (thể tích hành trình lớn), nhờ đó cho phép việc sử dụng van khởi động để nạp và làm rỗng xy lanh hơn là kiểm tra van. Van khởi động được ưu tiên theo sáng chế bao gồm van điều tiết và van bi hoặc tổ hợp của chúng.

Tốc độ hành trình của pit-tông theo một phương án của sáng chế có thể là từ khoảng 1 hành trình trên một phút lên đến khoảng 150 hành trình trên một phút như từ khoảng 5 hành trình trên một phút lên đến khoảng 100 hành trình trên một phút. Tốt hơn, nếu tốc độ hành trình của pit-tông nằm trong khoảng từ khoảng 10 đến khoảng 80 hành trình trên một phút như tốc độ hành trình của pit-tông trong khoảng từ 20 hành trình trên một phút đến khoảng 60 hành trình trên một phút. Ngoài việc cho phép việc sử dụng van khởi động, tốc độ hành trình thấp của pit-tông làm giảm độ mài mòn trên pit-tông, phốt và đế xu páp.

Nhiệt độ cửa vào đến thiết bị giảm áp thường nằm trong khoảng từ khoảng 10°C đến khoảng 250°C, như từ khoảng 20°C đến khoảng 220°C; tốt hơn là nhiệt độ cửa vào đến xy lanh mở rộng áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 50°C đến khoảng 210°C như từ khoảng 80°C đến khoảng 200°C; còn tốt hơn nữa là nhiệt độ cửa vào đến xy lanh mở rộng áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 100°C đến khoảng 180°C như từ khoảng 120°C đến khoảng 170°C.

Đối với các ứng dụng theo sáng chế, tại đó nhiệt độ vượt quá khoảng 120°C như khoảng 140°C, xy lanh còn có thể được lắp các thiết bị để làm nguội phốt của pit-tông để chịu được các điều kiện vận hành.

4. Tách

Hỗn hợp nạp đã chuyển hoá còn được tách (4) thành ít nhất pha khí bao gồm cacbon dioxit, hydro, cacbon monoxit, metan và các hydrocacbon mạch ngắn khác (C2 – C4), rượu và keton, pha dầu thô, pha nước với các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước cũng như muối hoà tan và cuối cùng, các hạt huyền phù như vô cơ và/hoặc than và/hoặc vật liệu cacbon không được chuyển hoá tùy thuộc vào vật liệu cacbon cụ thể đang được xử lý và điều kiện xử lý cụ thể. Muối và các chất vô cơ hoà tan có thể bao gồm kim loại hoặc kiềm hoặc kiềm thổ kim loại như kali, natri, clorua, sulphat, cacbonat và bicarbonat, nhôm, canxi, magie, natri, và kali, silic oxit, sắt, coban, niken, phospho. Các chất vô cơ có nguồn gốc từ nguyên liệu nạp vật liệu cacbon như sinh

khối và/hoặc từ chất xúc tác đồng nhất được áp dụng trong quy trình sản xuất cao áp và/hoặc từ sự ô nhiễm trong quy trình sản xuất cao áp.

Đối với một số vật liệu cacbon có hàm lượng vô cơ cao được dòng sản phẩm làm nguội một phần và được giảm áp một phần có thể được lọc để loại bỏ chất rắn huyền phù trước khi đi vào bước tách tiếp (4).

Theo phương án được ưu tiên, việc tách được tiến hành bằng cách tách lần đầu từng pha trong thiết bị tách pha như thiết bị tách 3 pha và tiếp theo, tinh chế pha dầu tách được như khử hàm lượng tạp chất như nước và/hoặc chất vô cơ ví dụ, bằng cách bổ sung một hoặc nhiều chất tẩy rửa và/hoặc chất giảm độ nhớt và/hoặc chất giảm tỷ trọng và tách pha dầu từ một hoặc nhiều chất tẩy rửa và/hoặc chất giảm độ nhớt và/hoặc chất giảm tỷ trọng trong thiết bị tách 3 pha.

Pha nước từ thiết bị tách thứ nhất thường chứa chất xúc tác đồng nhất như kali và natri cũng như các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước.

5. Nâng cấp

Dầu thô có thể tái sinh được còn có thể được cho qua quy trình nâng cấp (5) tại đó nó được điều áp đến áp suất trong khoảng từ khoảng 20 ba đến khoảng 200 ba ($2 \cdot 10^3$ - $2 \cdot 10^4$ kPa), như áp suất trong khoảng từ 50 đến 120 ba ($5 \cdot 10^3$ - $12 \cdot 10^3$ kPa), trước khi được gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 300°C đến 400°C ở một hoặc nhiều bước và được tiếp xúc với hydro và chất xúc tác không đồng nhất được chứa trong một hoặc nhiều vùng phản ứng, và cuối cùng phân đoạn thành các phân đoạn có điểm sôi khác nhau.

FIG. 2 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án của quy trình cao áp liên tục để biến đổi vật liệu cacbon thành các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu có thể tái sinh được còn gồm cả hệ thống để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri.

Các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước trong pha nước thường bao gồm hỗn hợp phức và thường bao gồm một hoặc nhiều các hợp chất được chọn từ một hoặc nhiều nhóm:

a. Keton như axeton, propanon, butanon, pentanon, pentenon, xyclopentanon như 2,5-dimetyl xyclopentanon, xyclopentenon, hexanon và xyclohexanon như 3-metyl hexanon, quionon

b. Rượu và rượu đa chức như metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol, hexanol, heptanol, octanol như 2-butyl-1-octanol, hydroquinon, benzen diol

c. Phenol, phenol alkyl hoá, poly-phenol, monome và oligome phenol, creosol, thymol, alkoxy phenol, rượu p-coumarylic, rượu coniferylic, rượu sinapylic, flavenol, catechol

d. Axit carboxylic như axit formic, axit axetic và axit phenolic như axit sắt, axit benzoic, axit coumarin, axit xinamic, axit abietic, axit oleic, axit linoleic, axit palmetic, axit steric

e. Furan như tetrahydrofuran (THF)

f. Alkan, alken, benzen, toluen, cumen, xylen

Pha nước từ bước tách (4) theo phương án được ưu tiên của sáng chế được nạp vào hệ thống thu hồi để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và/hoặc các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng muối kali và natri.

Nhiều phương án được ưu tiên của quy trình xử lý vật liệu cacbon cao áp liên tục thành hydrocacbon theo sáng chế bao gồm bước thu hồi để thu hồi chất xúc tác đồng nhất và/hoặc các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước từ pha nước từ bước tách (4). Nhờ đó, pha nước được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng và các chất xúc tác

đồng nhất ở dưới dạng kali và natri và pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri được tạo ra. Pha lỏng được làm giàu các hợp chất lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri trong phương án được ưu tiên được quay vòng ít nhất một phần và đưa vào bước chuẩn bị nạp như được thể hiện trên hình vẽ. Nhờ đó, hiệu suất đầu chung và hiệu suất năng lượng của quy trình được tăng lên, và tính kinh tế của quy trình được cải tiến một cách đáng kể bằng việc thu hồi và tái tuần hoàn các chất xúc tác đồng nhất.

Một phương án được ưu tiên theo sáng chế là trong đó hệ thống thu hồi bao gồm một hoặc nhiều kỹ thuật được chọn trong số làm bay hơi, chưng cất/phân đoạn chưng cất, thẩm thấu ngược, lọc cỡ nano, siêu lọc, thoát hơi nước qua màng, than hoạt tính, bước xử lý nước thải sinh học và tổ hợp của chúng.

Một phương án có lợi là trong đó hệ thống thu hồi (6) bao gồm bước làm bay hơi và/hoặc một hoặc nhiều bước chưng cất, trong đó nhiệt dùng để làm bay hơi và/hoặc chưng cất ít nhất được cung cấp một phần bằng cách truyền nhiệt từ thiết bị làm nguội nước cao áp qua môi trường truyền nhiệt như a nóng dầu hoặc hơi, nhờ đó hiệu suất thu hồi nhiệt và/hoặc năng lượng chung tăng lên.

Các hợp chất hữu cơ lỏng pha dầu trong phương án được ưu tiên còn được quay vòng và được đưa vào bước chuẩn bị nạp như còn được thể hiện trên FIG. 2.

FIG. 3 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án có lợi của quy trình cao áp liên tục để biến đổi vật liệu cacbon thành các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu có thể tái sinh được gồm cả hệ thống để thu hồi các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, và còn gồm cả rút dòng xả từ pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất bao gồm kali và/hoặc natri trước khi đưa vào bước chuẩn bị nạp.

Pha nước từ hệ thống tách chứa các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và chất xúc tác đồng nhất đã hoà tan và còn có thể chứa các hạt huyền phù và các muối hoà tan khác. Pha nước có thể theo phương án được ưu tiên của sáng chế, được lọc

trước khi đi vào thiết bị thu hồi để làm giảm các hạt huyền phù. Nhờ đó, sự tắc nghẽn của hệ thống thu hồi có thể giảm xuống, và khoảng thời gian làm sạch và bảo dưỡng tăng lên, nhờ đó gia tăng hiệu quả chung của quy trình.

Việc bổ sung bazơ như natri hydroxit có thể được bổ sung vào nước của quy trình trước khi đi vào hệ thống thu hồi để duy trì độ pH của nước của quy trình trong hệ thống thu hồi trong khoảng từ 7 đến 14, như trong khoảng từ 8,5 đến 14; tốt hơn là trong khoảng từ 9 đến 14, như trong khoảng từ 10 đến 14; còn tốt hơn nữa là độ pH của nước của quy trình đi vào hệ thống thu hồi được duy trì trong khoảng từ 10-13 bằng cách đo độ pH và bổ sung bazơ vào nước xử lý trước khi đi vào hệ thống thu hồi. Nhờ đó, khả năng bay hơi của các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước như phenol được giảm xuống và do đó, ở quy mô lớn hơn được duy trì trong pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước (chất cô đặc), khi kỹ thuật làm bay hơi và/hoặc chưng cất theo sáng chế được áp dụng. Nhờ đó, việc xử lý tiếp pha nước được làm nghèo được thực hiện dễ dàng hơn và có thể theo một số phương án của sáng chế thậm chí được loại bỏ, ví dụ, pha nước được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có thể được tinh chế đủ để xả trực tiếp.

Tuy nhiên, trong khi các nguyên tố vết như hầu hết các ion hoá trị hai như canxi và kim loại có độ tan hạn chế trong pha nước và sẽ được loại bỏ dưới dạng chất rắn huyền phù trong hệ thống tách và lọc, đã phát hiện ra rằng các muối hoà tan như clorua sẽ tích tụ nếu không có chất xả được rút ra. Do vậy, theo một phương án có lợi dòng xả được rút ra từ pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất như được thể hiện trên FIG. 3.

Kích thước tối thiểu của dòng xả yêu cầu được ra lệnh bởi hàm lượng clorua trong vật liệu cacbon nghĩa là, lượng clorua nạp vào với vật liệu cacbon cần phải bằng lượng clorua được rút ra với dòng xả.

Theo một phương án có lợi của sáng chế, tỷ lệ khối lượng của dòng xả được rút ra từ dòng pha nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng và chất xúc tác đồng nhất với tổng dòng pha nước được nạp vào hệ thống thu hồi nằm trong khoảng từ 0,01 đến

0,5, như trong khoảng từ 0,02 đến 0,4; tốt hơn là tỷ lệ khối lượng giữa dòng xả được rút ra với tổng dòng pha nước đi vào hệ thống thu hồi nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,25, như trong khoảng từ 0,04 đến 0,15.

FIG. 4 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án thứ nhất của hệ thống tách theo sáng chế. Sản phẩm từ quá trình chuyển hoá được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 250°C, như nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 220°C, tốt hơn là đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C và tốt nhất là đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 170°C, và được giảm áp xuống áp suất trong khoảng từ 10 ba đến 150 ba (1.10^3 - 15.10^3 kPa), như đến áp suất trong khoảng từ 10 ba đến 100 ba (1.10^3 - 1.10^4 kPa), tốt hơn là sản phẩm từ quá trình chuyển hoá được giảm áp xuống áp suất trong khoảng từ 10 ba đến 74 ba (1.10^3 - 74.10^2 kPa), như đến áp suất trong khoảng từ 15 ba đến 50 ba (15.10^2 - 5.10^3 kPa), còn tốt hơn nữa là đến áp suất trong khoảng từ 20 đến 50 ba (2.10^3 - 5.10^3 kPa).

Dòng sản phẩm đã làm nguội một phần và giảm áp một phần từ quá trình chuyển hoá được nạp vào thiết bị tách pha thứ nhất, trong đó sản phẩm từ quá trình chuyển hoá được tách dưới áp suất thành pha khí, pha dầu, và pha nước và tùy ý pha rắn, tùy thuộc vào vật liệu cacbon cụ thể được chuyển hoá và điều kiện vận hành cụ thể cho quy trình chuyển hoá.

Theo nhiều phương án của sáng chế, thiết bị tách thứ nhất là thiết bị tách pha trọng lực như còn được ví dụ trên FIG 5. Thiết bị tách pha có thể theo sáng chế được bố trí theo chiều ngang hoặc theo chiều thẳng đứng, tuy nhiên, trong nhiều ứng dụng được ưu tiên theo sáng chế thiết bị tách ba pha thứ nhất được bố trí theo chiều ngang. Bằng cách bố trí thiết bị tách pha theo chiều ngang sẽ thu được bề mặt liên pha lớn hơn giữa chất khí và lỏng, sao cho thu được sự va chạm tối thiểu của các bọt khí chuyển động đi lên và các giọt nhỏ lỏng đi xuống. Nhờ đó, thu được việc tách hiệu quả hơn ví dụ, hiệu suất tách có thể tăng lên và/hoặc thời gian lưu ngắn hơn có thể được sử dụng.

Thiết bị tách pha thứ nhất bao gồm một cửa vào để đưa hỗn hợp sản phẩm vào, và các cửa ra để rút pha khí, pha dầu (hydrocacbon lỏng), pha nước và tùy ý pha rắn.

Nhiệt độ vận hành của thiết bị tách pha thứ nhất trong phương án được ưu tiên được chọn sao cho thu được độ nhớt động học của sản phẩm hydrocacbon lỏng trong khoảng từ khoảng 0,1 đến khoảng 30 xentipoa trong quá trình tách tiếp, như trong khoảng từ khoảng 1 đến khoảng 20 xentipoa trong quá trình tách tiếp, tốt hơn là nhiệt độ của quá trình tách được chọn sao cho thu được độ nhớt động học trong khoảng từ khoảng 1 đến khoảng 20 xentipoa, như trong khoảng từ 5 đến 15 xentipoa.

Nhiệt độ vận hành của pha tách thứ nhất có thể theo một phương án của sáng chế nằm trong khoảng từ 50°C đến 250°C, như trong khoảng từ 80°C đến 200°C, tốt hơn là nhiệt độ vận hành trong thiết bị tách pha thứ nhất nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C, như nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 170°C. Bằng cách duy trì nhiệt độ vận hành của bước tách thứ nhất trong khoảng đã định, có thể đạt được là độ nhớt động học của sản phẩm hydrocacbon lỏng (pha dầu) được duy trì trong khoảng đã định nêu trên, nhờ đó cải thiện hiệu suất tách của nước và/hoặc các hạt được chứa trong pha dầu.

Cũng còn phát hiện ra rằng pha dầu có thể bao gồm các hợp chất hữu cơ cao mà có điểm chảy trong khoảng từ khoảng 100 đến 120 °C. Các hợp chất hữu cơ này có thể bao gồm các hợp chất phân tử lượng cao như nhựa hữu cơ và/hoặc các hợp chất dạng asphalten mà có thể hoá rắn trên các hạt vô cơ trong dầu và/hoặc làm ổn định các giọt nhỏ nước trong pha dầu. Việc làm ổn định này có thể là do màng bề mặt chung gồm có các chất rắn phân cực phân tử lượng cao hoạt động bề mặt bao phủ các giọt nhỏ nước nhỏ và màng bề mặt chung này tạo ra rào cản không các giọt nhỏ kết tập ở nhiệt độ quá thấp. Bằng cách duy trì nhiệt độ vận hành của thiết bị tách đủ cao (ví dụ, trên điểm chảy của các hợp chất này), hiệu suất tách có thể được cải thiện bởi sáng chế.

Áp suất vận hành của thiết bị tách pha thứ nhất theo sáng chế thường được chọn lớn hơn áp suất sôi của pha lỏng sao cho các pha lỏng hầu như được duy trì ở trạng thái lỏng của chúng tại nhiệt độ tách thông thường. Do vậy, theo nhiều phương án của sáng chế, áp suất vận hành của thiết bị tách pha thứ nhất ít nhất là 5 ba ($5 \cdot 10^2$ kPa), như áp suất vận hành ít nhất là 10 ba ($1 \cdot 10^3$ kPa).

Tuy nhiên, đã phát hiện ra rằng việc vận hành ở áp suất cao hơn cải thiện việc tách như sẽ được minh hoạ tiếp trong các ví dụ về quá trình tách. Do vậy, một phương án có lợi của sáng chế là trong đó áp suất vận hành của thiết bị tách pha thứ nhất nằm trong khoảng từ 10 đến 150 ba ($1 \cdot 10^3$ - $15 \cdot 10^3$ kPa), như trong khoảng từ 10 đến 100 ba ($1 \cdot 10^3$ - $1 \cdot 10^4$ kPa), tốt hơn là áp suất trong thiết bị tách thứ nhất nằm trong khoảng từ 10 đến 74 ba ($1 \cdot 10^3$ - $7,4 \cdot 10^3$ kPa), như trong khoảng từ 15 đến 50 ba ($1,5 \cdot 10^3$ - $5 \cdot 10^3$ kPa), và còn tốt hơn nữa là từ 20 đến 40 ba ($2 \cdot 10^3$ - $4 \cdot 10^3$ kPa).

Theo nhiều khía cạnh, sáng chế đề cập đến việc sử dụng một hoặc nhiều thiết bị tách pha, trong đó thời gian lưu trong mỗi thiết bị tách pha nằm trong khoảng từ 1-60 phút, như trong khoảng từ 1 đến 30 phút, tốt hơn là thời gian lưu trong mỗi thiết bị tách trong khoảng từ 2 đến 20 phút.

Theo sáng chế, pha dầu được khử nước một phần và khử tro một phần được rút ra từ thiết bị tách thứ nhất và được cho qua quy trình tinh chế tiếp như được thể hiện trên hình vẽ.

Theo một khía cạnh của sáng chế, phần pha dầu từ thiết bị tách thứ nhất được rút ra trước khi tinh chế dầu tiếp và được quay vòng đến bước điều chế hỗn hợp nạp của quy trình cao áp. Nhờ đó, kích thước của thiết bị tách pha thứ hai được giảm xuống.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, quy trình tinh chế dầu bao gồm bước trộn pha dầu với một hoặc nhiều chất tẩy rửa và tiếp theo, nạp pha dầu đã trộn và chất tẩy rửa vào thiết bị tách pha thứ hai, trong đó nó được tách thành pha bao gồm

ít nhất một chất tẩy rửa và có hàm lượng gia tăng của nước và/hoặc chất vô cơ và pha dầu có hàm lượng chất vô cơ và/hoặc nước giảm xuống, và tùy ý pha khí.

Áp suất vận hành của thiết bị tách thứ hai theo phương án có lợi của sáng chế trong khoảng từ 5 đến 100 ba ($5 \cdot 10^2$ - $1 \cdot 10^4$ kPa), tốt hơn là áp suất trong thiết bị tách thứ nhất nằm trong khoảng từ 10 đến 74 ba ($1 \cdot 10^3$ - $7,4 \cdot 10^3$ kPa), như trong khoảng từ 15 đến 50 ba ($1,5 \cdot 10^2$ - $5 \cdot 10^4$ kPa), và còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 20 đến 40 ba ($2 \cdot 10^3$ - $4 \cdot 10^3$ kPa).

Nhiệt độ vận hành của thiết bị tách pha thứ hai có thể theo một phương án của sáng chế trong khoảng từ 50°C đến 250°C như trong khoảng từ 80°C đến 200°C, tốt hơn là thiết bị tách pha thứ hai vận hành ở nhiệt độ trong khoảng từ 120°C đến 180°C, như nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 170°C. Bằng cách duy trì nhiệt độ vận hành của bước tách trong khoảng đã định, có thể đạt được là độ nhớt động học của sản phẩm hydrocacbon lỏng (pha dầu) được duy trì trong khoảng đã định nêu trên, nhờ đó cải thiện hiệu suất tách của nước và/hoặc các hạt được chứa trong pha dầu.

Theo nhiều khía cạnh của sáng chế, chất tẩy rửa có thể bao gồm chất làm giảm độ nhớt và/hoặc giảm tỷ trọng. Chất làm giảm độ nhớt và/hoặc giảm tỷ trọng có thể là dung môi hữu cơ có điểm sôi dưới 150°C, như dưới 140°C, tốt hơn là dưới 130°C, như dưới 100°C.

Chất làm giảm độ nhớt và/hoặc tỷ trọng thích hợp theo sáng chế thường bao gồm ít nhất một keton được chọn từ như Metyl Etyl Keton (MEK, 2-butanon), axeton, propanon, butanon, pentanon, pentenon, xyclopentanon như 2,5- dimetyl-xyclopentanon, xyclo pentenon, hexanon, xyclohexanon như 3-metyl hexanon, 2-heptanon và/hoặc tổ hợp của chúng. Chất giảm độ nhớt được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế là metyl etyl keton và/hoặc phân đoạn sôi thấp của dầu từ hỗn hợp nạp đã chuyển hoá bao gồm vật liệu cacbon.

Tỷ lệ khối lượng giữa chất giảm độ nhớt và/hoặc tỷ trọng được bổ sung vào lượng dầu nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2, như trong khoảng từ 0,2 đến 1, như trong khoảng từ 0,2 đến 0,5.

Chất làm giảm độ nhớt làm giảm độ nhớt của pha dầu và còn có thể làm giảm tỷ trọng của pha dầu. Ngoài ra, chất làm giảm độ nhớt có thể cải thiện độ hoà tan của các hạt hữu cơ và/hoặc cải thiện tính kỵ nước của pha dầu. Nhờ đó, hiệu suất tách được cải thiện

và/hoặc thời gian tách yêu cầu có thể giảm xuống.

Theo một khía cạnh của sáng chế, một hoặc nhiều chất tẩy rửa có thể bao gồm một hoặc nhiều máy phá nhũ tương được chọn từ xylen, nhựa phenol-formaldehyt, n-propanol, naphta thơm nhẹ và nặng, etyl benzen, 1,2,4-trimetylbenzen, 1,3,5-trimetylbenzen, 1,2,3-trimetylbenzen, glutaraldehyt, nước, toluen, 2-butanon, etyl axetat, 1-propyl axetat hoặc tổ hợp của chúng.

Chất phá vỡ nhũ tương và/hoặc hỗn hợp của chúng đòi hỏi hàm lượng trong khoảng từ 10 đến 50000 ppm khối lượng, như trong khoảng từ 100 đến 20000 ppm khối lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 800 đến 15000 pp như trong khoảng từ 1000 đến 10000 ppm.

Theo nhiều phương án của sáng chế, ít nhất một trong số các chất tẩy rửa chứa nước. Ngoài ra, một phương án có lợi theo sáng chế là trong đó ít nhất một chất axit hoá được bổ sung vào ít nhất một chất tẩy rửa chứa nước. Chất axit hoá thích hợp theo sáng chế bao gồm axit axetic và/hoặc axit xitric. Thông thường, chất axit hoá này được bổ sung với lượng sao cho độ pH của chất tẩy rửa điều áp tách được từ thiết bị tách thứ hai nằm trong khoảng từ khoảng 2 đến khoảng 7, như độ pH trong khoảng từ khoảng 2,5 đến khoảng 6,5; tốt hơn là độ pH của được tách chất tẩy rửa nằm trong khoảng từ khoảng 3 đến khoảng 6, như độ pH trong khoảng từ khoảng 3 đến khoảng 5. Bằng cách giảm độ pH đến khoảng đã định theo sáng chế, có thể đạt được là các hợp chất như kali và natri mà có thể gắn vào nhóm axit của dầu, như xà phòng, được

hoà tan. Ngoài ra, độ tan của kim loại cũng tăng lên bằng cách giảm độ pH. Ngoài ra, ở độ pH quá thấp, đã phát hiện ra rằng các nhũ tương bền có thể được tạo thành.

Phương án được ưu tiên đặc biệt của sáng chế là trong đó chất axit hoá bao gồm khí điều áp được tạo ra bởi quy trình chuyển hoá vật liệu cacbon. Khí của quy trình thường bao gồm cacbon dioxid cũng như một vài khí hydrocacbon nhẹ như metan, etan, eten, propan, propen, butan, buten, pentan, như còn được ví dụ trên Ví dụ 1. Thông thường, khí quy trình này được rút ra từ thiết bị tách thứ nhất như được thể hiện trên hình vẽ và được trộn với chất tẩy rửa trong thiết bị trộn trực tiếp như thiết bị trộn tĩnh trước khi được đưa vào thiết bị tách pha thứ hai. Tại áp suất vận hành của thiết bị tách pha thứ hai theo sáng chế, CO_2 hoà tan vào pha nước và tạo thành axit cacbonic, nhờ đó nước được axit hoá đến độ pH trong khoảng từ 2,5 đến 4. Ngoài ra, ở điều kiện vận hành, khí hydrocacbon nhẹ nêu trên có thể được hoà tan trong pha dầu nhờ đó làm cho độ nhớt dầu được giảm xuống và/hoặc tỷ trọng của pha dầu được giảm và/hoặc tính kỵ nước của pha dầu được cải thiện. Nhờ đó, hiệu suất tách được cải thiện như còn được ví dụ trong các ví dụ. Ưu điểm nữa của việc sử dụng khí quy trình làm chất axit hoá là có thể dễ dàng tách được từ sản phẩm dầu và/hoặc chất tẩy rửa khi giảm áp suất xuống áp suất môi trường, mà làm cho việc xử lý tiếp các dòng này dễ dàng hơn.

FIG. 5 thể hiện hình vẽ dưới dạng giản đồ của phương án được ưu tiên của thiết bị tách 3 pha theo sáng chế; Tốt hơn là hỗn hợp sản phẩm đi vào thiết bị tách pha qua cửa vào sản phẩm (1) được bố trí trong phần nổi phía trên mức chất lỏng ở một đầu của thiết bị tách. Tốt hơn là cửa vào hỗn hợp sản phẩm được lắp bộ phân chia hoặc bộ phân phối (2) như máy khuếch tán để làm giảm động lượng dung dịch và tách khí ra khỏi các chất lỏng, nhờ đó thu được việc tách khí-lỏng hiệu quả hơn. Theo khía cạnh khác của sáng chế, cửa vào sản phẩm có thể bao gồm hoặc còn bao gồm xyclon hoặc chùm xyclon (2).

Theo phương án được ưu tiên khác, thiết bị tách có thể bao gồm thiết bị tách nhanh/khử khí, trong đó khí được tách từ hỗn hợp sản phẩm và hỗn hợp sản phẩm lỏng

được đưa vào thiết bị tách qua chân nhúng vào mức của pha nước (không được thể hiện trên hình vẽ).

Theo nhiều phương án được ưu tiên, thiết bị tách 3 pha còn được lắp thiết bị phá vỡ sóng và bọt, phân phối dòng như van đổi hướng đục lỗ (3), đĩa phiến mỏng (4) hoặc lưới để làm dịu dòng chảy như được thể hiện trên hình vẽ. Thiết bị tách 3 pha theo sáng chế có thể theo khía cạnh khác còn bao gồm thiết bị kết tập (5) như lưới, đĩa phiến mỏng và/hoặc thiết bị kết tập bằng điện để tăng tốc quy trình kết tập, nhờ đó thu được việc tách pha hiệu quả hơn.

Thiết bị tách 3 pha theo phương án của sáng chế thường còn bao gồm một hoặc nhiều tấm đập tràn (6) để tách các pha lỏng. Thông thường, việc chảy tràn của pha dầu có xuất hiện như được thể hiện trên hình vẽ.

Khí thường được rút ra từ cửa ra (10) ở đầu đối diện của cửa vào và thường đi qua thiết bị khử sương mù hoặc máy chiết sương mù (9) để loại bỏ các giọt nhỏ trước khi được rút ra từ thiết bị tách như được thể hiện trên hình vẽ. Thiết bị khử sương mù được ưu tiên (9) theo sáng chế bao gồm lưới, chong chóng ruột gà và xyclon.

Thiết bị tách pha theo sáng chế thường còn được lắp thiết bị để đo và kiểm soát mức của pha nước (7) và mức của pha dầu (8).

Pha nước được rút ra qua cửa ra nước (11) và pha dầu được rút ra qua cửa ra sản phẩm dầu (12). Cả hai cửa ra are thường được lắp máy phá xoáy nước để giữ cho xoáy nước phát triển tiếp khi mở van. Xoáy nước có thể dễ dàng hút một vài khí từ không gian chứa hơi và bị cuốn lại vào trong cửa ra chất lỏng.

FIG. 6 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án khác của hệ thống tách theo sáng chế, còn bao gồm thiết bị tách nhanh để thu hồi các hợp chất sôi thấp và nước từ pha dầu sau thiết bị tách pha thứ hai; thông thường thiết bị tách nhanh hoạt động ở nhiệt độ trong khoảng từ 80°C đến 150°C, như trong khoảng từ 100°C đến 130°C. Áp suất của sản phẩm dầu thường được giảm đến gần áp suất môi trường trước khi đi vào thiết bị tách nhanh này, nhờ đó sản phẩm dầu được tách thành pha khí 1 bao gồm khí

quy trình, các hợp chất sôi thấp của dầu (“nhẹ”), nước và cuối cùng là chất làm giảm độ nhớt và/hoặc giảm tỷ trọng, 2. Pha dầu bao gồm sản phẩm dầu đã khử nước và khử tro. Khí từ thiết bị tách nhanh được làm nguội để ngưng tụ phần ngưng tụ được của pha khí như nước, phân đoạn sôi thấp của dầu và/hoặc chất làm giảm độ nhớt và/hoặc tỷ trọng và được tách tiếp từ phần khí không ngưng tụ được. Phần khí ngưng tụ được cũng có thể được tách thành pha nước và pha hữu cơ/nhẹ bằng cách tách pha trọng lực. Cả hai pha nước và pha hữu cơ có thể theo sáng chế được quay vòng dưới dạng chất tẩy rửa như được minh hoạ tiếp trên FIG. 8. Ngoài ra, phần pha hữu cơ (nhẹ) có thể theo một phương án của sáng chế được trộn lại với sản phẩm dầu như còn được mô tả trên FIG. 8. Do vậy, bằng cách tách nhanh theo sáng chế có thể đạt được là chất tẩy rửa có thể được thu hồi và/hoặc hàm lượng nước trong dầu còn có thể giảm xuống, nhờ đó thu được hệ thống tách kinh tế và hiệu quả hơn.

FIG. 7 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án được ưu tiên của hệ thống tách theo sáng chế còn bao gồm thiết bị tách nhanh hoặc khử khí để tách khí từ hỗn hợp nạp đã chuyển hoá trước khi đi vào thiết bị tách pha thứ nhất. Thiết bị tách nhanh hoặc khử khí theo sáng chế có thể hoạt động ở áp suất cao hơn thiết bị tách pha tiếp theo như áp suất trong khoảng từ 50 đến 150 ba (5.10^3 - 15.10^3 kPa), nhờ đó ít nhất một phần khí quy trình có thể được thu hồi ở áp suất cao hơn trong thiết bị tách pha xuôi dòng, nhờ đó cho phép thu hồi cacbon dioxit và/hoặc hydro từ dòng khí này dễ dàng hơn. Ngoài ra, bằng cách vận hành thiết bị tách nhanh/khử khí này ở áp suất cao hơn thiết bị tách pha xuôi dòng, chi phí của thiết bị tách pha có thể giảm xuống.

FIG. 8 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án có lợi của hệ thống tách theo sáng chế. Hệ thống tách này bao gồm thiết bị tách pha thứ nhất để tách dòng sản phẩm thành pha khí, pha dầu và pha nước chứa muối hoà tan và các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước. Pha dầu từ thiết bị tách thứ nhất còn được tinh chế bằng cách trộn nó với một hoặc nhiều chất tẩy rửa trước khi đi vào thiết bị tách pha thứ hai. Như được thể hiện trên hình vẽ, một phương án có lợi của sáng chế còn có thể bao gồm việc thu hồi ít nhất một phần và trộn chất tẩy rửa tách được từ thiết bị tách pha thứ hai và/hoặc các chất “nhẹ” thu hồi được từ thiết bị tách nhanh với dầu. Các chất nhẹ có

thể cấu thành một hoặc nhiều chất giảm độ nhớt và/hoặc giảm tỷ trọng như được mô tả trên đây. Ngoài ra, các chất phụ gia như chất tẩy rửa và/hoặc chất khử nhũ hoá có thể được bổ sung và được trộn với pha dầu như được thể hiện trên hình vẽ.

FIG. 9 thể hiện sơ đồ tổng quan của một phương án có lợi của quy trình cao áp được cải tiến để xử lý dòng nạp bao gồm vật liệu cacbon bao gồm hệ thống tách có lợi gồm cả hệ thống thu hồi để thu hồi chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri. Pha nước từ thiết bị tách thứ nhất và tùy ý nước được tách ở bước chưng cất nhanh và/hoặc nước chất tẩy rửa được nạp vào bước thu hồi (5), trong đó nước của quy trình được tách thành dòng nước được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri, và dòng nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri. Dòng nước từ quá trình tách có thể được cho qua bước lọc trước khi đi vào hệ thống thu hồi (6). Ngoài ra, độ pH của dòng nước từ quá trình tách tốt hơn là được duy trì trong khoảng từ 8-14, như trong khoảng từ 9-14, tốt hơn là trong khoảng từ 10-14, như trong khoảng từ 10-13, và việc này theo sáng chế có thể được tiến hành bằng cách bổ sung natri hydroxit vào dòng nước từ quá trình tách trước khi đi vào thiết bị thu hồi như được thể hiện trên hình vẽ. Dòng xả còn được rút ra từ dòng nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri như được thể hiện trên hình vẽ. Pha nước còn lại được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất theo sáng chế được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp. Thiết bị thu hồi (6) theo sáng chế có thể bao gồm một hoặc nhiều kỹ thuật được chọn từ nhóm bao gồm làm bay hơi, chưng cất thẩm thấu ngược, lọc cỡ nano, siêu lọc, thoát hơi nước qua màng và tăng cô định chứa than hoạt tính.

FIG. 10 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án được ưu tiên của hệ thống thu hồi theo sáng chế bao gồm kỹ thuật làm bay hơi. Nước của quy trình từ quá trình tách được nạp vào thiết bị làm bay hơi như thiết bị làm bay hơi màng rơi, trong đó phân đoạn tương ứng với lượng nước đi vào hệ thống cao áp với nguyên liệu nạp và các chất phụ gia được làm bay hơi. Thông thường tỷ lệ giữa chất cô đặc với pha nước kết

hợp đi vào thiết bị thu hồi nằm trong khoảng từ khoảng 0,1 đến khoảng 0,9, như trong khoảng từ 0,2 đến 0,8. Thông thường, tỷ lệ giữa chất cô đặc với pha nước kết hợp đi vào thiết bị thu hồi nằm trong khoảng từ khoảng 0,25 đến khoảng 0,7, như trong khoảng từ 0,3 đến 0,6. Theo phương án khác của sáng chế, tỷ lệ giữa chất cô đặc với pha nước kết hợp (dòng nước của quy trình) đi vào thiết bị thu hồi thường nằm trong khoảng từ khoảng 0,25 đến khoảng 0,6, như trong khoảng từ 0,3 đến 0,6. Dòng nước của quy trình từ quy trình tách có thể được giãn nở ở một hoặc nhiều bước chưng cất nhanh trước khi đi vào bước làm bay hơi. Nước của quy trình (pha nước kết hợp) có thể theo một khía cạnh của sáng chế còn được lọc (không được thể hiện trên hình vẽ) trước khi đi vào thiết bị làm bay hơi để loại bỏ chất rắn huyền phù cuối cùng để làm giảm sự tắc nghẽn của thiết bị làm bay hơi, và gia tăng khoảng thời gian làm sạch. Bước lọc có thể tốt hơn là được thiết kế để loại bỏ chất rắn lớn hơn 500 micron, như thiết bị lọc được thiết kế để loại bỏ các hạt lớn hơn 250 micron; tốt hơn là thiết bị lọc được thiết kế để loại bỏ các hạt lớn hơn 100 micron, như các hạt lớn hơn 50 micron. Ngoài ra, độ pH của pha nước kết hợp đi vào bước thu hồi theo sáng chế tốt hơn là được duy trì ở điều kiện kiềm như trong khoảng từ 7 đến 14, như độ pH trong khoảng từ 8 đến 14, tốt hơn là độ pH của pha nước vào thiết bị thu hồi được duy trì trong khoảng từ 9 đến 14, như trong khoảng từ 10 đến 13. Theo một khía cạnh của sáng chế, việc duy trì độ pH trong khoảng đã định được tiến hành bằng cách đo độ pH và bổ sung natri hydroxit vào pha nước kết hợp đi vào bộ phận thu hồi. Độ pH hoạt động trong khoảng đã định trong thiết bị thu hồi có ưu điểm làm giảm lượng phenolic trong sản phẩm chưng cất. Phân đoạn được làm bay hơi (“sản phẩm chưng cất”) có thể đi qua máy khử mùi/máy phá bọt được bố trí trên đỉnh của thiết bị làm bay hơi, và trong các ứng dụng có thể của sáng chế, áp suất của phân đoạn được làm bay hơi tăng lên một chút, ví dụ, bằng cách nén lại hơi cơ học (như được thể hiện trên hình vẽ) hoặc nén lại hơi bằng nhiệt bằng cách phun hơi trong bơm phụt. Tỷ lệ nén theo nhiều phương án của sáng chế có thể lên tới 2 như tỷ lệ nén lên tới 1,6; tốt hơn là tỷ lệ nén của máy nén lên tới 1,3 như lên tới 1,2. Bằng cách gia tăng áp suất của phân đoạn được làm bay hơi, nhiệt độ ngưng tụ của hơi gia tăng sao cho nó có thể sử dụng cùng một loại hơi để cung cấp nhiệt cần thiết trong quy trình làm bay hơi, nhờ đó làm cho quy trình làm bay hơi rất hiệu quả về mặt năng lượng. Tùy ý, hơi nén lại có thể được tiếp

xúc với bazơ như natri hydroxit trong thiết bị hấp thụ trước khi quay trở lại vào thiết bị làm bay hơi ở phía bên kia của bề mặt bay hơi. Nhờ đó, tổng hàm lượng cacbon hữu cơ của sản phẩm chưng cất như phenolic được giảm xuống. Dung dịch hấp thụ kiềm từ thiết bị hấp thụ tốt hơn là được đưa vào chất cô đặc trong thiết bị làm bay hơi, và có thể ít nhất thay thế một phần bazơ được sử dụng để duy trì độ pH trong thiết bị làm bay hơi. Sản phẩm chưng cất được ngưng tụ có thể tùy ý còn đi qua bước kết tập để khử thêm các hợp chất không phân cực trước khi được xả. Trong một vài ứng dụng của sáng chế, sản phẩm chưng cất được ngưng tụ cũng có thể được làm nguội và có thể đi qua bước đánh bóng thêm như bộ lọc than hoạt tính hoặc lọc màng như bước thẩm thấu ngược hoặc lò phản ứng sinh học như bước xử lý yếm khí nước thải trước khi xả. Nhờ đó, pha nước được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri được tạo ra. Như được minh họa trên hình vẽ, hơi không được ngưng tụ có thể được rút ra từ phía ngưng tụ của thiết bị làm bay hơi. Hơi không được ngưng tụ trong nhiều ứng dụng của sáng chế có thể bao gồm các hợp chất có điểm ngưng tụ thấp hơn nước như metanol, etanol và axeton cũng như khí không ngưng tụ được. Theo phương án được ưu tiên của sáng chế hơi không ngưng tụ có thể đi qua bình ngưng khác vận hành ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ ngưng tụ trong thiết bị làm bay hơi, tại đó diễn ra việc ngưng tụ tiếp các hợp chất nhẹ và nước như được thể hiện trên hình vẽ. Khí được tách từ các hợp chất được ngưng tụ tiếp trong thiết bị tách và mở thông hơi. Các hợp chất được ngưng tụ tiếp tốt hơn là được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp (1), tốt hơn là bằng cách trộn nó với chất cô đặc đi ra từ thiết bị làm bay hơi như được thể hiện trên FIG. 10. Chất cô đặc are tốt hơn là được rút ra liên tục từ thiết bị làm bay hơi, và được chia thành dòng cô đặc đi ra từ thiết bị làm bay hơi và dòng cô đặc quay vòng lại thiết bị làm bay hơi. Dòng xả theo sáng chế được rút ra từ dòng cô đặc như được thể hiện trên hình vẽ, và dòng cô đặc còn lại được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp (1). Dòng xả cũng có thể được xử lý như được ví dụ trên FIG. 13 và 14 hoặc nó có thể được đốt cháy hoặc được đồng đốt cháy.

FIG. 11 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án khác của hệ thống thu hồi bao gồm hai cột chưng cất để tách dòng nước của quy trình thành dòng thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có điểm sôi thấp hơn nước như metanol, etanol và axeton và nước, dòng thứ hai bao gồm nước được tinh chế để xả và dòng thứ ba bao gồm chất cô đặc gồm các hợp chất hữu cơ trong pha nước có điểm sôi cao hơn nước như các hợp chất phenolic, nước và chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri. Bazơ như natri hydroxit có thể được bổ sung vào nước của quy trình trước khi đi vào cột chưng cất thứ nhất sao cho duy trì được độ pH của nước của quy trình trong khoảng đã định để kiểm soát khả năng bay hơi of các hợp chất phenolic trong quá trình chưng cất.

FIG. 12 thể hiện sơ đồ của một phương án được ưu tiên của thiết bị thu hồi bao gồm một thiết bị làm bay hơi và hai cột chưng cất. Bazơ như natri hydroxit có thể được bổ sung vào nước của quy trình trước khi đi vào thiết bị làm bay hơi sao cho duy trì được độ pH của nước của quy trình trong khoảng đã định sao cho để kiểm soát khả năng bay hơi của các hợp chất phenolic trong thiết bị làm bay hơi. Theo cách khác, độ pH trong thiết bị làm bay hơi có thể được kiểm soát ít nhất một phần bằng cách cho phân đoạn được làm bay hơi tiếp xúc với bazơ như natri hydroxit trong thiết bị hấp thụ trước khi ngưng tụ và trộn chất hấp thụ kiềm này từ thiết bị hấp thụ với nước của quy trình trước khi đi vào thiết bị làm bay hơi và/hoặc trong thiết bị làm bay hơi. Dòng nước (chất cô đặc) được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri được rút ra từ thiết bị làm bay hơi và được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp sau khi rút dòng xả để ngăn ngừa sự tích tụ không mong muốn clorua và các hợp chất khác do việc tái tuần hoàn này. Tốt hơn là phân đoạn được làm bay hơi từ thiết bị làm bay hơi được ngưng tụ trước khi đi vào cột chưng cất thứ nhất để kiểm soát dòng khí từ cột chưng cất thứ nhất. Phân đoạn được làm bay hơi từ thiết bị làm bay hơi chứa các hợp chất nhẹ hơn nước như metanol, etanol và axeton, nước cũng như hàm lượng nhỏ các hợp chất nặng hơn có nhiệt độ điểm sôi cao hơn nước. Trong cột thứ nhất, phân đoạn nhẹ được cô đặc và đi ra khỏi cột từ đỉnh với một chút nước. Phân đoạn nhẹ theo sáng chế có thể được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp, tùy ý bằng cách trộn nó với chất cô đặc từ quá trình làm bay

hơi sau khi rút dòng xả. Sản phẩm đáy của cột chưng cất thứ nhất được làm nghèo toàn bộ các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất nhưng được làm giàu các hợp chất nặng có nhiệt độ điểm sôi cao hơn nước so với phân đoạn được làm bay hơi từ thiết bị làm bay hơi và thường yêu cầu xử lý tiếp để đáp ứng các yêu cầu về môi trường để xả. Do vậy, phân đoạn đáy từ cột chưng cất thứ nhất thường được cho qua xử lý tiếp. Bước xử lý này theo một phương án có lợi của sáng chế có thể được tiến hành bằng cách nạp nó vào cột chưng cất thứ hai để tách thành sản phẩm nước đã tinh chế và dung dịch nước được làm giàu các chất hữu cơ nặng với nhiệt độ điểm sôi cao hơn nước như được thể hiện trên hình vẽ. Sản phẩm đáy có thể được quay vòng và được đưa vào bước làm bay hơi hoặc theo cách khác có thể được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp. Sản phẩm đỉnh bao gồm dòng nước đã tinh chế có thể được xả. Theo phương án có lợi khác của sáng chế, sản phẩm đáy từ cột chưng cất thứ nhất có thể được cho qua bước đánh bóng trước khi xả như bộ lọc than hoạt tính hoặc quy trình màng như bước thẩm thấu ngược hoặc lọc cỡ nano hoặc thoát hơi nước qua màng, hoặc xử lý trong lò phản ứng sinh học như bước xử lý yếm khí nước thải thay vì cột chưng cất thứ hai. Lượng sản phẩm nước đã tinh chế cần xả bằng lượng nước đi vào quy trình này với nguyên liệu nạp và các chất phụ gia khác. Thông thường, lượng này tương ứng với hệ số hàm lượng từ khoảng 1,1 và lên đến khoảng 5, như hệ số hàm lượng trong khoảng từ 1,5 đến 4. Ngoài ra, nước của quy trình thường bao gồm lượng lớn các chất điện phân như chất xúc tác đồng nhất và có thể dẫn đến vấn đề sự kết tủa và tắc nghẽn và việc làm sạch và bảo dưỡng hệ thống này thường xuyên hơn có thể khó kiểm soát trong hệ thống trên Fig. 11. Phương án thiết bị làm bay hơi và chưng cất kết hợp là mạnh hơn và dễ kiểm soát được. Do vậy, hệ thống thu hồi bao gồm thiết bị làm bay hơi với độ pH được duy trì trong khoảng đã định tạo ra dòng nước được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất từ đó dòng xả được rút ra, và ít nhất một cột chưng cất để xử lý tiếp phân đoạn được làm bay hơi từ thiết bị làm bay hơi bao gồm một phương án có lợi của sáng chế.

FIG. 13 thể hiện sơ đồ tổng quan của hệ thống xử lý chất xả có lợi bao gồm thiết bị tách muối bao gồm bộ lọc thứ nhất và hai tầng cố định với nhựa trao đổi ion chọn lọc clorua. Dòng xả được rút ra từ dòng nước được làm giàu các hợp chất hữu

cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và natri (chất cô đặc từ thiết bị làm bay hơi đầu tiên được lọc trong bộ lọc để loại bỏ các hạt huyền phù và tiếp theo, được nạp vào bước trao đổi ion clorua chọn lọc bao gồm ít nhất hai tầng cố định được nhồi nhựa trao đổi ion chọn lọc clorua được lắp song song. Kiểu bố trí van của van khoá cho phép lấy tầng ngoại tuyến để vệ sinh/tái sinh bằng dòng ngược hoặc sự xói ngược bằng dung dịch làm sạch trong khi đang ngoại tuyến. Thông thường, dung dịch làm sạch bao gồm nước khử ion. Nhờ đó, vận hành liên tục được bảo đảm và việc loại bỏ clorua có thể được liên tục trong tầng trao đổi ion đang trực tuyến trong khi tầng trao đổi ion đang ngoại tuyến có thể được làm sạch. Nhờ đó, dòng cô đặc nước nghèo clorua và dòng dịch thải nước giàu clorua được tạo ra. Lượng clorua được loại bỏ theo sáng chế được làm thích ứng để tạo ra việc loại bỏ clorua tương ứng với lượng clorua đi vào quy trình này với nguyên liệu nạp chứa cacbon. Thông thường, việc loại bỏ clorua ở bước trao đổi ion theo sáng chế ít nhất là 50 % clorua trong pha nước cô đặc đi vào bước trao đổi ion này, như việc loại bỏ clorua ít nhất là 60 %. Theo nhiều phương án theo sáng chế, việc loại bỏ clorua ở bước trao đổi ion theo sáng chế ít nhất là 70 % clorua trong pha nước cô đặc đi vào bước trao đổi ion này, như ít nhất là 80 %. Dòng nghèo clorua từ bước trao đổi ion clorua này theo sáng chế tốt hơn là được quay vòng đến bước điều chế hỗn hợp nạp 1 ví dụ, bằng cách trộn nó với dòng cô đặc còn lại từ thiết bị làm bay hơi. Dòng nước giàu clorua được xả cuối cùng sau khi được làm sạch tiếp. Theo nhiều phương án theo sáng chế, lượng chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri như đang được giữ lại trong dòng cửa ra nghèo clorua từ bước trao đổi ion clorua ít nhất là 70 % khối lượng của lượng đi vào bước trao đổi ion clorua, như ít nhất là 80 % khối lượng. Tốt hơn là, lượng chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri như đang được giữ lại trong dòng cửa ra nghèo clorua từ bước trao đổi ion clorua ít nhất là 85 % khối lượng của lượng đi vào bước trao đổi ion clorua, như ít nhất là 90 % khối lượng. Do đó, ít chất xúc tác đồng nhất được yêu cầu bổ sung trong bước xử lý sơ bộ 1, và thu được quy trình nói chung hiệu quả và kinh tế hơn như được minh hoạ tiếp trong các ví dụ.

FIG. 14 thể hiện sơ đồ tổng quan của phương án có lợi khác của hệ thống thu hồi gồm việc xử lý dòng xả cô đặc trong thiết bị tách muối bao gồm bộ lọc để loại bỏ

các hạt và ít nhất hai tầng cố định chứa chất trao đổi ion được bố trí theo kiểu song song bao gồm nhựa trao đổi ion chọn lọc clorua và kiểu bố trí van cho phép lấy tầng chất trao đổi ion ngoại tuyến để vệ sinh bằng dung dịch làm sạch, tốt hơn là nước khử ion. Như được thể hiện trên hình vẽ, việc xử lý chất xả cô đặc còn bao gồm dòng xả thứ hai được rút ra từ dòng cô đặc nghèo clorua sau thiết bị tách muối. Dòng xả thứ hai được rút ra để ngăn ngừa sự tích tụ natri trong hệ thống.

Ví dụ 1

Sản xuất nước cô đặc

Gỗ năng lượng (hỗn hợp gồm chủ yếu cây vân sam, cây thông, cây phong ở Xcăng-di-na-vi, gồm cả vỏ cây) có hàm lượng ẩm là 36,6 % khối lượng và hàm lượng clorua là 74 mg/kg được nghiền trong máy nghiền búa để tạo ra kích thước hạt tối đa là 1 mm, và được trộn trong thiết bị trộn tỷ lệ trượt cao với nước cô đặc đã quay vòng gồm cả các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước, và các chất xúc tác đồng nhất ở dạng kali và natri, các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu đã tái sinh, chất xúc tác ở dưới dạng kali cacbonat, và natri hydroxit để tạo ra hỗn hợp nạp bao gồm:

Thành phần	% theo khối lượng
Gỗ năng lượng đã nghiền (khô)	23,0
Các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu đã tái sinh	23,0
Nước	48,0
Các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước	4,44
Kali	0,91
Natri	0,65
Clorua	0,006

Hỗn hợp nạp được chuyển hoá trong thiết bị liên tục bằng cách điều áp nó đến áp suất 334 ba ($3,34 \cdot 10^4$ kPa), và gia nhiệt nó đến nhiệt độ 402°C và duy trì hỗn hợp nạp tại điều kiện chuyển hoá trong khoảng 12 phút trước khi làm nguội nó đến 97°C, lọc nó qua bộ lọc làm bằng thép không gỉ 500 um, giãn nở và làm nguội tiếp hỗn hợp nạp đã chuyển hoá xuống áp suất môi trường và nhiệt độ 63°C bằng hệ thống giảm áp bao gồm một dãy các bộ phận hình ống và cả thiết bị làm nguội, và tách khí ra khỏi sản phẩm trong thiết bị khử khí. Các pha lỏng được tách bằng tay thành pha dầu bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu, và pha nước bao gồm các hợp chất hữu

cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất trong pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước.

Pha nước được cho qua quy trình thu hồi như được thể hiện trên Fig. 10 trong đó hệ số hàm lượng là khoảng 2,2. Hệ thống thu hồi được hoạt động theo bốn cấu hình khác nhau như được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây. Các chất cô đặc được thể hiện là cô đặc kết hợp cho cả bốn cấu hình.

Bảng 1.

Kiểu vận hành/Thông số	Nước của quy trình	Chất cô đặc trong nước	Nước thải trong nước	Nước Nứt thải	Nước thải trong nước	Nước Nứt thải
Thiết bị làm bay hơi			X	X	X	X
Chất hấp thụ			X	X	X	
Chất kết tụ				X	X	
Bộ lọc AC					X	X
pH	8,8	10,2	8,7	9,2	8,2	7,8
Na, g/l	16	34	< 0,0005	< 0,0005	< 0,0005	< 0,0005
K, g/l	22	48	< 0,0005	< 0,0005	< 0,0005	< 0,0005
Cl, mg/l	155	340	NA	NA	NA	NA
pH	8,8	10,2	8,7	9,2	8,2	7,8
TOC, g/l	56	134	1,9	2,3	0,0019	0,0012
Metanol, g/l	6,2	0,75	1,7	2	< 0,2	0,0058
Etanol, g/l	3,6	0,2	1,2	0,72	< 0,2	0,0011
Axeton, mg/l	370	6,7	39	20	0,78	0,79
Phenol, mg/l	>20	>8,5	>25	< 0,42	< 0,0001	< 0,0001

Như có thể thấy từ Bảng 2, đạt được việc thu hồi kali và natri gần như hoàn toàn trong thiết bị làm bay hơi chất ngưng tụ. Ngoài ra, cũng thấy rằng phần lớn TOC vẫn còn lại trong cô đặc (98,5 %). Tuy nhiên, phần lớn các hợp phần nhẹ hơn như metanol, etanol và axeton kết thúc trong phân đoạn được làm bay hơi như có thể thấy từ bảng này, và chúng chỉ được thu hồi trong các cấu hình bao gồm bộ lọc than hoạt tính. Không thể đo được hàm lượng nước của quy trình và trong chất cô đặc. Tuy

nhiên, như có thể thấy từ bảng này phenol được giảm một cách đáng kể bằng chất hấp thụ kiềm, và được giảm xuống dưới mức phát hiện được với các cấu hình bao gồm bộ lọc hoạt tính.

Ví dụ 2

Loại bỏ clorua ra khỏi chất cô đặc trong nước

Chất cô đặc trong pha nước trong Ví dụ 1 được cho qua hệ thống xử lý chất xả như được thể hiện trên Fig. 13 với kết quả được thể hiện trên Bảng 2.

Bảng 2.

Nước của quy trình	Chất cô đặc	Nước làm sạch	Dòng nghèo clorua	Dòng giàu clorua
Lưu lượng %	100	120	100	120
Na, g/l	72,0	0	67,6	3,8
K, g/l	48,0	0	44,7	2,8
Cl, g/l	340	0	67	227
pH	10,2	NA	NA	NA

Như có thể thấy từ bảng này, việc loại bỏ clorua đạt được khoảng 80 %, và tỷ lệ thu hồi kali và natri lần lượt là 93,2 và 93,3 %. Không đo được tỷ lệ phân phối TOC trong các dòng khác nhau. Cần lưu ý rằng mặc dù hệ thống xử lý chất xả có thể kiểm soát hàm lượng clorua các hợp chất khác như natri có thể tích tụ nếu quy trình này là quy trình có cấu hình như được thể hiện Fig. 13 mà không có dòng xả khác nữa được rút ra như được thể hiện trên Fig. 14, và còn được ví dụ trong Ví dụ 3 dưới đây.

Ví dụ 3

Các yêu cầu với chất xả

Bảng 3 so sánh các yêu cầu với chất xả để ngăn ngừa sự tích tụ các nguyên tố vết và tỷ lệ kali và natri bổ sung dựa trên các dữ liệu trong Ví dụ 1 và 2 và ngưỡng clorua 400 mg/l trong chất cô đặc với chất xả được rút ra mà không có và có xử lý chất xả bằng chất trao đổi ion chọn lọc clorua theo Fig. 14.

Bảng 3

	Không xử lý chất xả	Có xử lý chất xả
Tỷ lệ hàm lượng làm sạch nước yêu cầu, %	15,0	5,9
Hàm lượng clorua trong dòng nước cô đặc, ppm	400	377
Tỷ lệ bổ sung chất xúc tác, %	15,0	5,9
Tỷ lệ bổ sung bazơ, %	15,0	5,9

Như có thể thấy từ Bảng 3, các yêu cầu với chất xả và nhờ đó cả các yêu cầu với kali và bazơ được giảm xuống một cách đáng kể bằng việc xử lý chất xả. Điều này cấu thành chi phí vận hành chính của các dòng. Ngoài ra, do các yêu cầu về chất xả được giảm xuống, lượng các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước được quay vòng đến bước chuẩn bị nạp liệu tăng lên và nhờ đó hiệu suất dầu chung được gia tăng.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp tách và tinh chế các sản phẩm từ hệ thống xử lý cao áp bao gồm: xử lý hỗn hợp nạp bao gồm một hoặc nhiều vật liệu cacbon ở áp suất nằm trong khoảng từ lớn hơn 150 ba đến khoảng 400 ba (15.10^3 - 40.10^3 kPa) và nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 300°C đến khoảng 430°C với sự có mặt của các chất xúc tác đồng nhất ở dưới dạng kali và/hoặc natri với hàm lượng ít nhất là 0,5% khối lượng của hỗn hợp nạp và các hợp chất hữu cơ lỏng với hàm lượng từ khoảng 5% đến khoảng 40% khối lượng của hỗn hợp nạp trong thời gian đã định nhờ đó tạo ra hỗn hợp nạp đã chuyển hoá; lần lượt làm nguội và giảm áp hỗn hợp nạp đã chuyển hoá xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 250°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1 đến 150 ba (1.10^2 - 15.10^3 kPa); tách hỗn hợp nạp đã chuyển hoá được làm nguội và giảm áp thành: pha khí bao gồm cacbon dioxit, hydro, và metan, pha dầu bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu, và pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri; thu hồi ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri từ pha nước này, nhờ đó tạo ra dòng pha nước thứ nhất được làm giàu các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri, và dòng pha nước thứ hai được làm nghèo các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri; và thu hồi ít nhất một phần dòng pha nước thứ nhất vào hỗn hợp nạp để tạo ra ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước này và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan trong hỗn hợp nạp, trong đó dòng xả được rút ra từ dòng pha nước thứ nhất này trước bước thu hồi ít nhất một phần này, trong đó dòng xả được xử lý tiếp ở một hoặc nhiều bước trao đổi ion, và trong đó một hoặc nhiều bước trao đổi ion này bao gồm một hoặc nhiều nhựa trao đổi ion được chứa trong ít nhất hai tầng cố định được lắp song song với van khoá ở trước và sau mỗi tầng cố định sao cho ít nhất một tầng cố định là trực tuyến và cho phép lấy ít nhất một tầng cố định ngoại tuyến để vệ sinh trong khi cho phép vận hành liên tục.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lượng dòng xả được rút ra được chọn sao cho thu được hàm lượng của clorua trong hỗn hợp nạp nhỏ hơn 600 ppm khối lượng.
3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng của clorua trong dòng pha nước thứ nhất nhỏ hơn 250 ppm khối lượng.
4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa dòng xả được rút ra này với dòng pha nước thứ nhất nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều nhựa trao đổi ion bao gồm nhựa chọn lọc clorua.
6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó tầng cố định được lắp sự bố trí van cho phép tái sinh và/hoặc làm sạch tầng cố định này bằng cách tạo ra dòng ngược và/hoặc sự xối ngược bằng dung dịch làm sạch trong khi đang ngoại tuyến.
7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó dung dịch làm sạch bao gồm nước khử khoáng.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dòng xả được lọc để loại bỏ các hạt huyền phù trước khi đi vào một hoặc nhiều bước trao đổi ion.
9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó độ pH của dòng xả trước khi được xử lý ở một hoặc nhiều bước trao đổi ion được duy trì trong khoảng từ 8 đến 14.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong hỗn hợp nạp bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha dầu được tái sinh.
11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp nạp đã chuyển hoá được giảm áp xuống áp suất nằm trong khoảng từ 10 đến 50 ba ($10^3 - 5.10^3$ kPa) trước khi tách.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó pha nước bao gồm các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có điểm sôi thấp hơn nước và các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước có điểm sôi cao hơn nước.

13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước bao gồm một hoặc nhiều hợp phần được chọn từ một hoặc nhiều nhóm: a. Keton; b. Rượu và rượu đa chức; c. Phenol, phenol alkyl hoá, poly-phenol, monome và oligome phenol, creosol, thymol, alkoxy phenol, rượu p-coumarylic, rượu coniferylic, rượu sinapylic, flavenol, và catechol; d. Axit carboxylic; e. Furan; và f. Alkan, alken, toluen, và cumen.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó hàm lượng của mỗi hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước trong pha nước nhỏ hơn 2,0% khối lượng.

15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước bao gồm các giọt nhỏ được nhũ hoá chứa pha dầu.

16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó việc thu hồi ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri từ pha nước bao gồm một hoặc nhiều kỹ thuật được chọn trong số làm bay hơi, chưng cất và/hoặc phân đoạn chưng cất, thẩm thấu ngược, lọc nano, siêu lọc và thoát hơi nước qua màng.

17. Phương pháp theo điểm 16, trong đó việc thu hồi ít nhất một phần các hợp chất hữu cơ lỏng trong pha nước và các chất xúc tác đồng nhất được hoà tan bao gồm kali và/hoặc natri từ pha nước bao gồm một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất nhờ đó tạo ra dòng pha nước thứ nhất và dòng pha nước thứ hai, trong đó lượng dòng pha nước thứ hai được tạo ra tương ứng với lượng nước đi vào hệ thống xử lý cao áp tạo ra hỗn hợp nạp đã chuyển hoá.

18. Phương pháp theo điểm 17, trong đó pha nước được lọc sao cho loại bỏ được các

hạt rắn huyền phù trước khi đi vào một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất.

19. Phương pháp theo điểm 17, trong đó một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất bao gồm một hoặc nhiều bước chưng cất nhanh.

20. Phương pháp theo điểm 17, trong đó độ pH của pha nước được duy trì ở điều kiện kiềm.

21. Phương pháp theo điểm 20, trong đó việc duy trì ở điều kiện kiềm bao gồm việc đo và điều chỉnh độ pH bằng cách bổ sung natri hydroxit vào pha nước.

22. Phương pháp theo điểm 19, trong đó một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất sử dụng ít nhất một thiết bị làm bay hơi.

23. Phương pháp theo điểm 17, trong đó một hoặc nhiều bước làm bay hơi và/hoặc chưng cất tạo ra hơi hoá hơi, và còn bao gồm việc ngưng tụ hơi hoá hơi ở ít nhất hai bước ngưng tụ, trong đó ít nhất hai bước ngưng tụ này làm giảm nhiệt độ của hơi hoá hơi.

24. Phương pháp theo điểm 23, trong đó hơi hoá hơi đi qua thiết bị khử sương mù và/hoặc bộ kết tụ trước ít nhất hai bước ngưng tụ.

25. Phương pháp theo điểm 23, trong đó hơi hoá hơi được tiếp xúc với chất hấp thụ trong thiết bị hấp thụ trước ít nhất hai bước ngưng tụ.

26. Phương pháp theo điểm 25, trong đó chất hấp thụ bao gồm chất hấp thụ kiềm.

27. Phương pháp theo điểm 26, trong đó chất hấp thụ bao gồm natri hydroxit.

28. Phương pháp theo điểm 16, trong đó một hoặc nhiều kỹ thuật bao gồm chưng cất,

và trong đó việc chưng cất được tiến hành trong một hoặc nhiều cột chưng cất, mỗi cột được lắp bộ phận cất và tinh cất.

29. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước điều chế hỗn hợp nạp đã chuyển hoá được làm nguội và giảm áp được tiến hành trong thiết bị tách pha thứ nhất vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50° C đến 250° C, trong đó pha dầu từ thiết bị tách pha thứ nhất còn được tinh chế bằng cách trộn nó với một hoặc nhiều chất tẩy rửa, và trong đó pha dầu được tách từ một hoặc nhiều chất tẩy rửa trong thiết bị tách pha thứ hai vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50° C đến khoảng 250° C.

30. Phương pháp theo điểm 29, trong đó thiết bị tách pha thứ nhất và/hoặc thứ hai vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 10 đến 100 ba (1.10^3 - 1.10^4 kPa).

31. Phương pháp theo điểm 29, còn bao gồm bước cho pha dầu tách được trong thiết bị tách pha thứ hai và/hoặc một hoặc nhiều chất tẩy rửa tách được trong thiết bị tách pha thứ hai qua một hoặc nhiều bước chưng cất nhanh.

32. Phương pháp theo điểm 31, trong đó bước tách còn bao gồm công đoạn rửa thứ hai, trong đó pha dầu tách được từ thiết bị tách pha thứ hai được trộn với một hoặc nhiều chất tẩy rửa nữa và được tách từ một hoặc nhiều chất tẩy rửa nữa trong thiết bị tách thứ ba được bố trí giữa thiết bị tách pha thứ hai và một hoặc nhiều bước chưng cất nhanh.

33. Phương pháp theo điểm 29, trong đó một hoặc nhiều dòng bao gồm nước được rút ra từ thiết bị tách pha thứ hai và/hoặc thiết bị tách pha thứ ba và/hoặc bước chưng cất nhanh và được trộn với pha nước từ thiết bị tách pha thứ nhất.

34. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều vật liệu cacbon được chọn từ sinh khối; các sản phẩm và các sản phẩm phụ từ nông nghiệp; bã ép từ quá trình sản xuất dầu cọ, dịch thải của các nhà sản xuất dầu cọ (POME), và/hoặc bã từ quá trình sản xuất đường; cây trồng năng lượng; sinh khối thủy sinh; và ít nhất một trong số các

quá trình sản xuất dầu thực vật, chất thải sinh hoạt rắn đã phân loại, nguồn chất thải gia đình đã phân loại, chất thải nhà hàng, chất thải lò mổ, bùn cống, chất dẻo và tổ hợp bất kỳ của chúng.

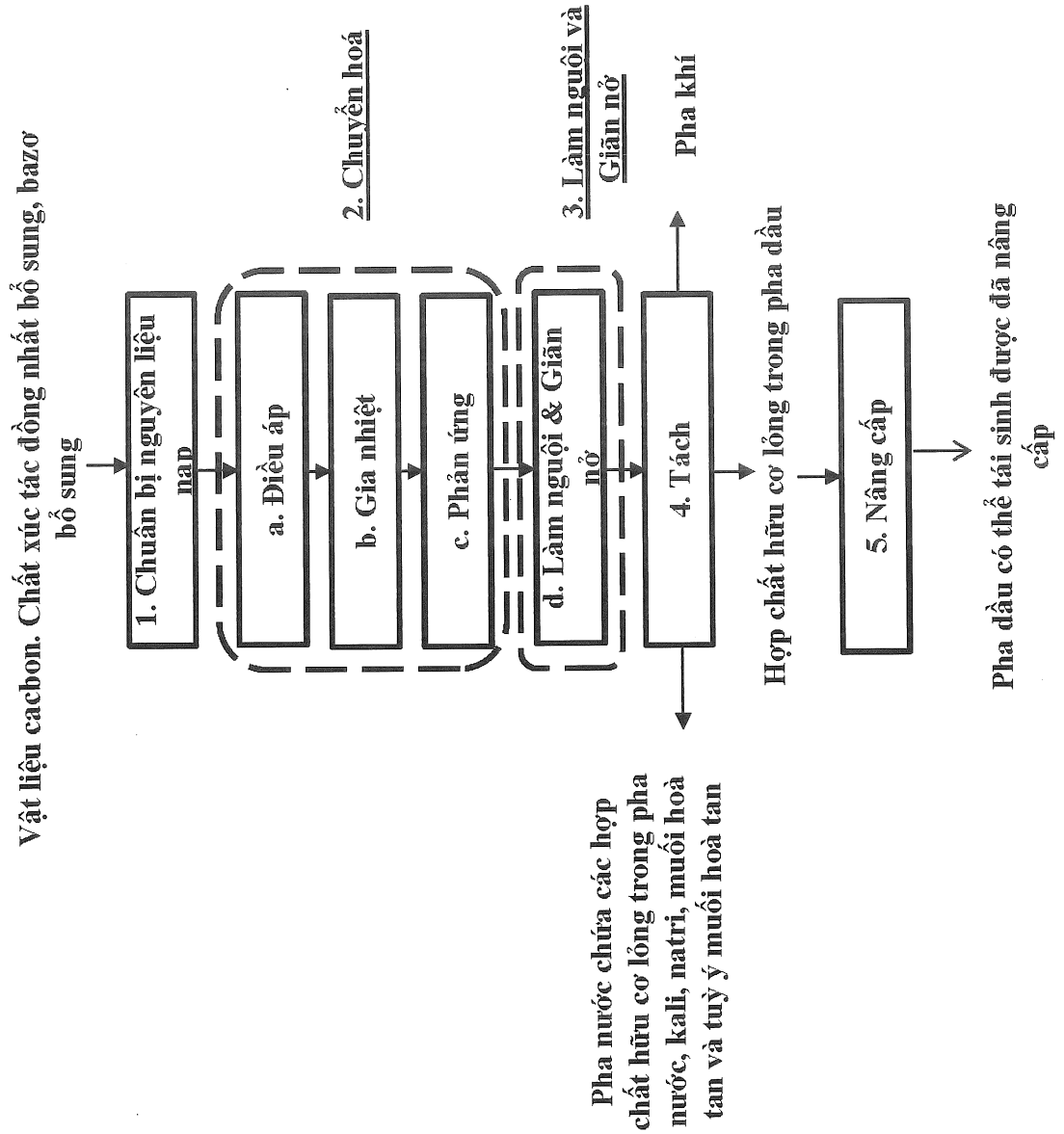


FIG. 1

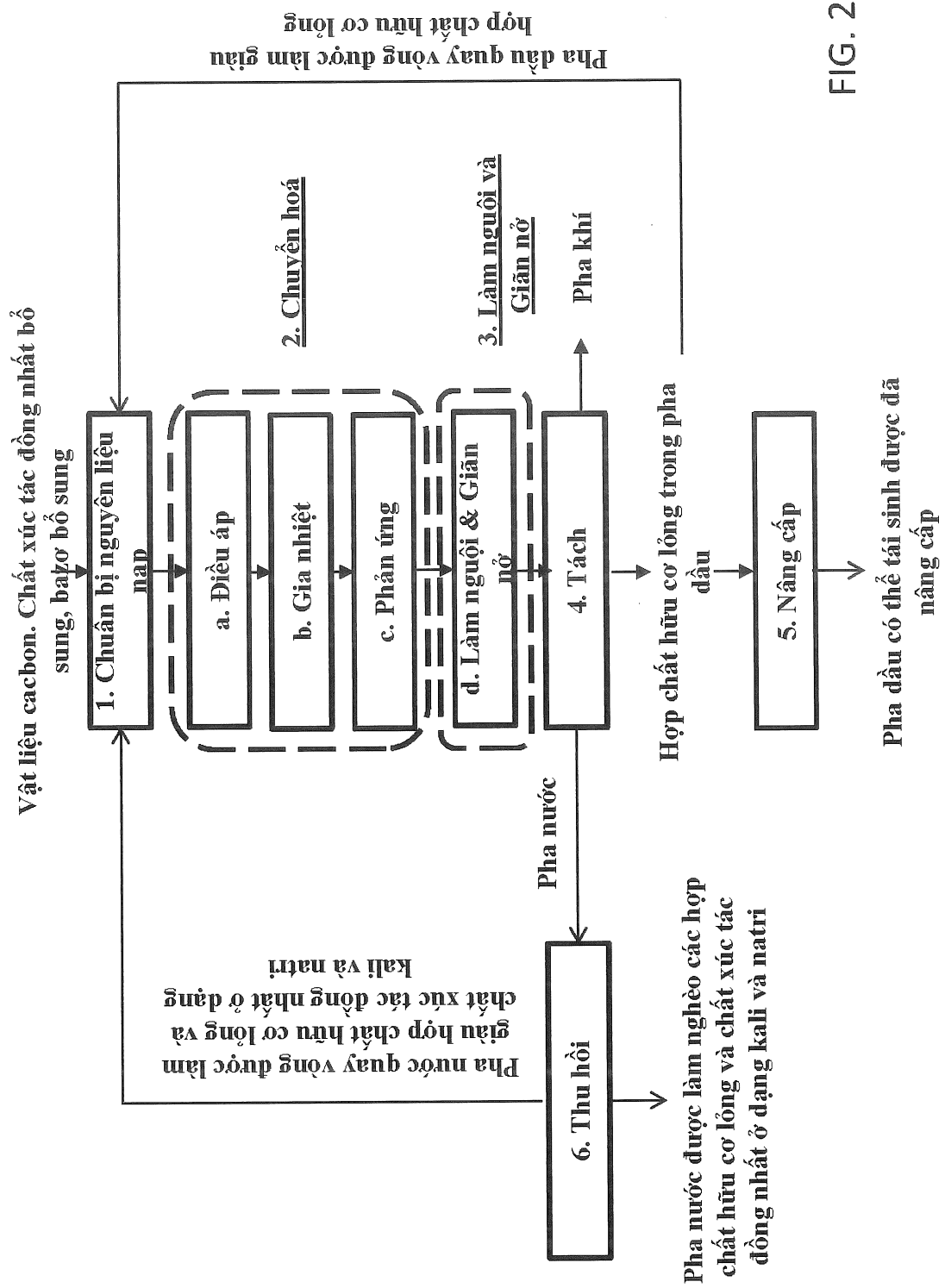


FIG. 2

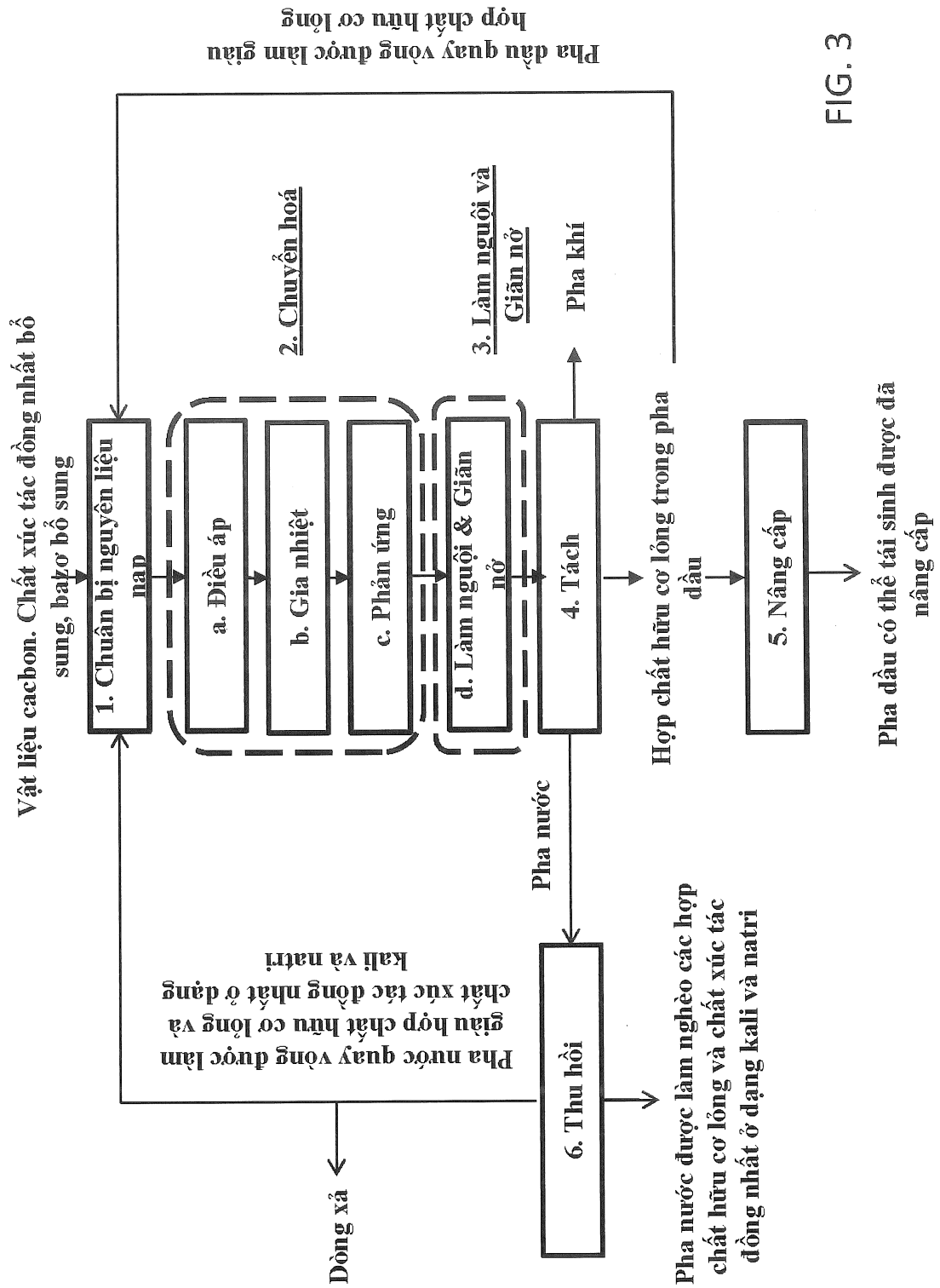


FIG. 3

4/14

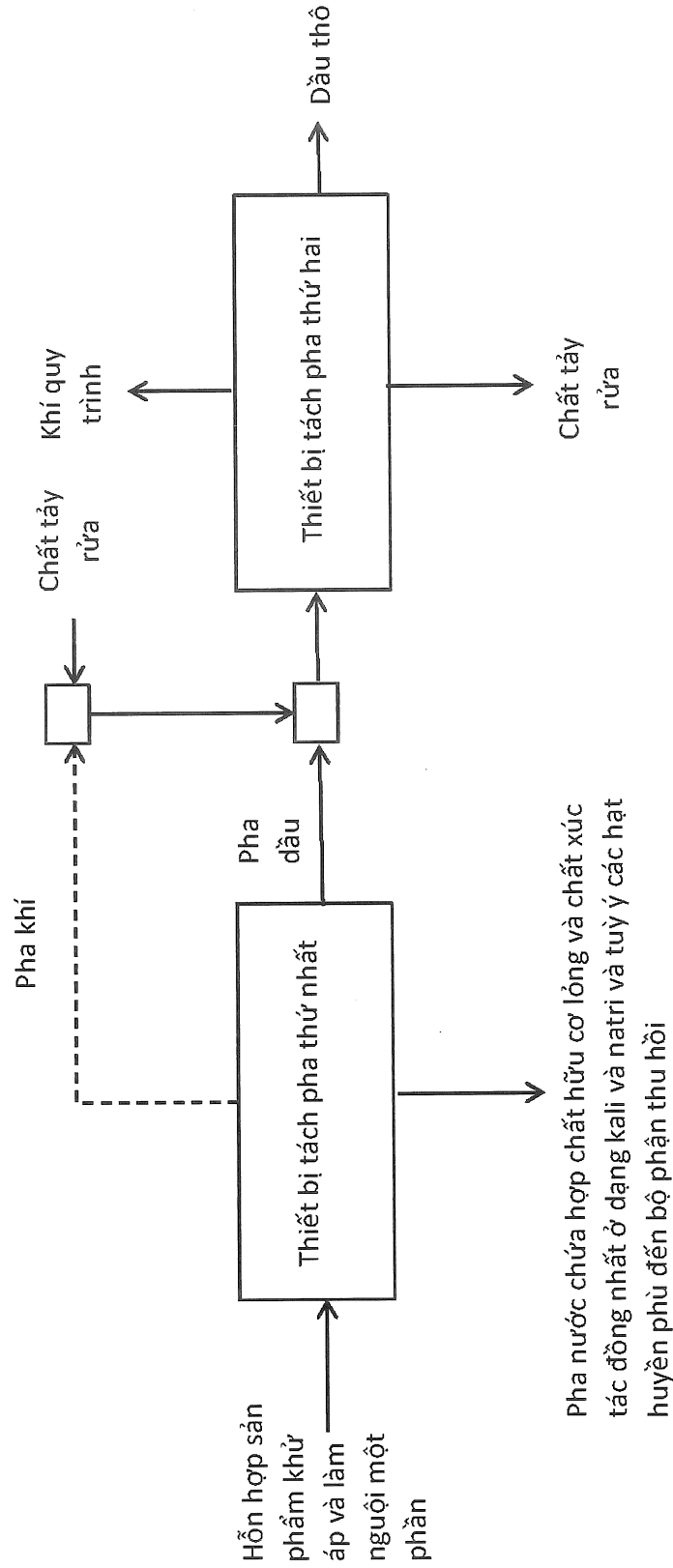
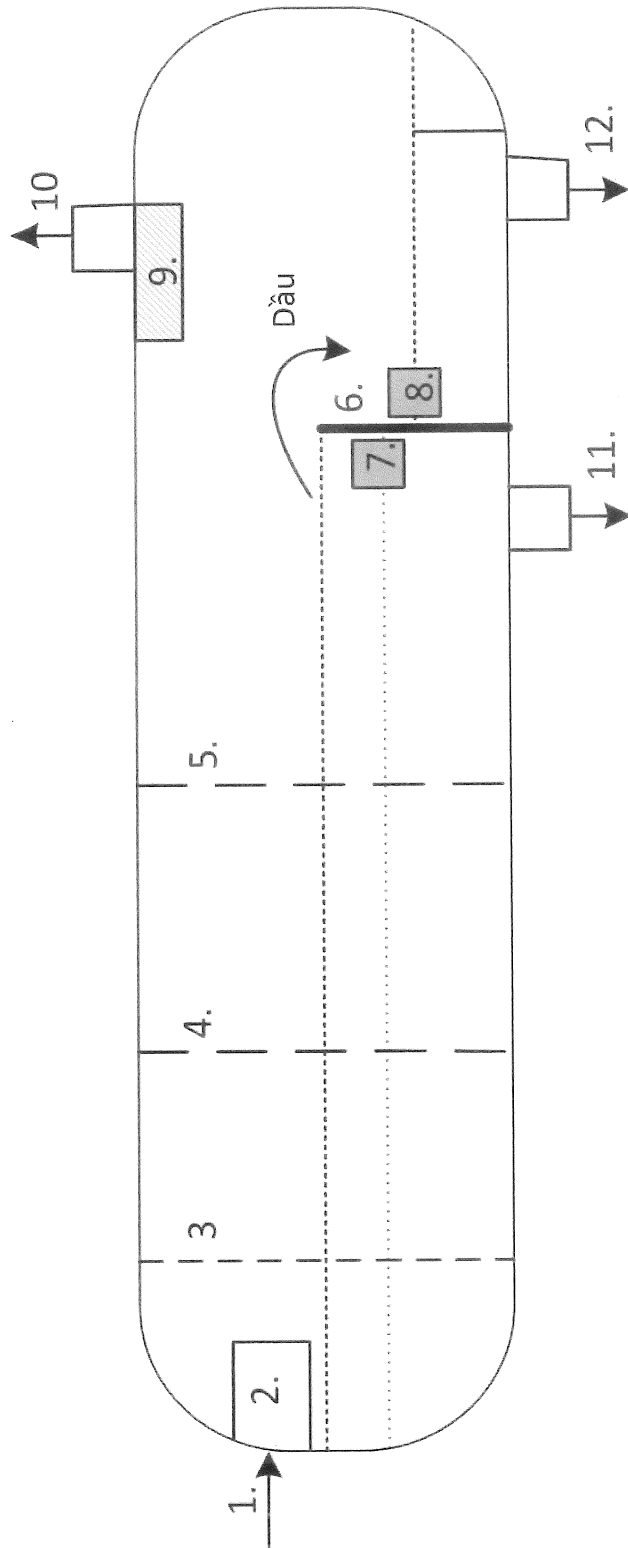


FIG. 4

5/14



- | | |
|-------------------------------------|----------------------------|
| 1. Cửa vào sản phẩm | 7. Kiểm soát mức chất lỏng |
| 2. Thiết bị phân phối dòng sản phẩm | 8. Kiểm soát mức dầu |
| 3. Tấm cản làm êm | 9. Thiết bị chiết sương mù |
| 4. Thiết bị phá vỡ bọt và sóng | 10. Cửa ra khí |
| 5. Tấm kết tập | 11. Cửa ra nước |
| 6. Tấm đập chắn/tấm rắn | 12. Cửa ra dầu |

FIG. 5

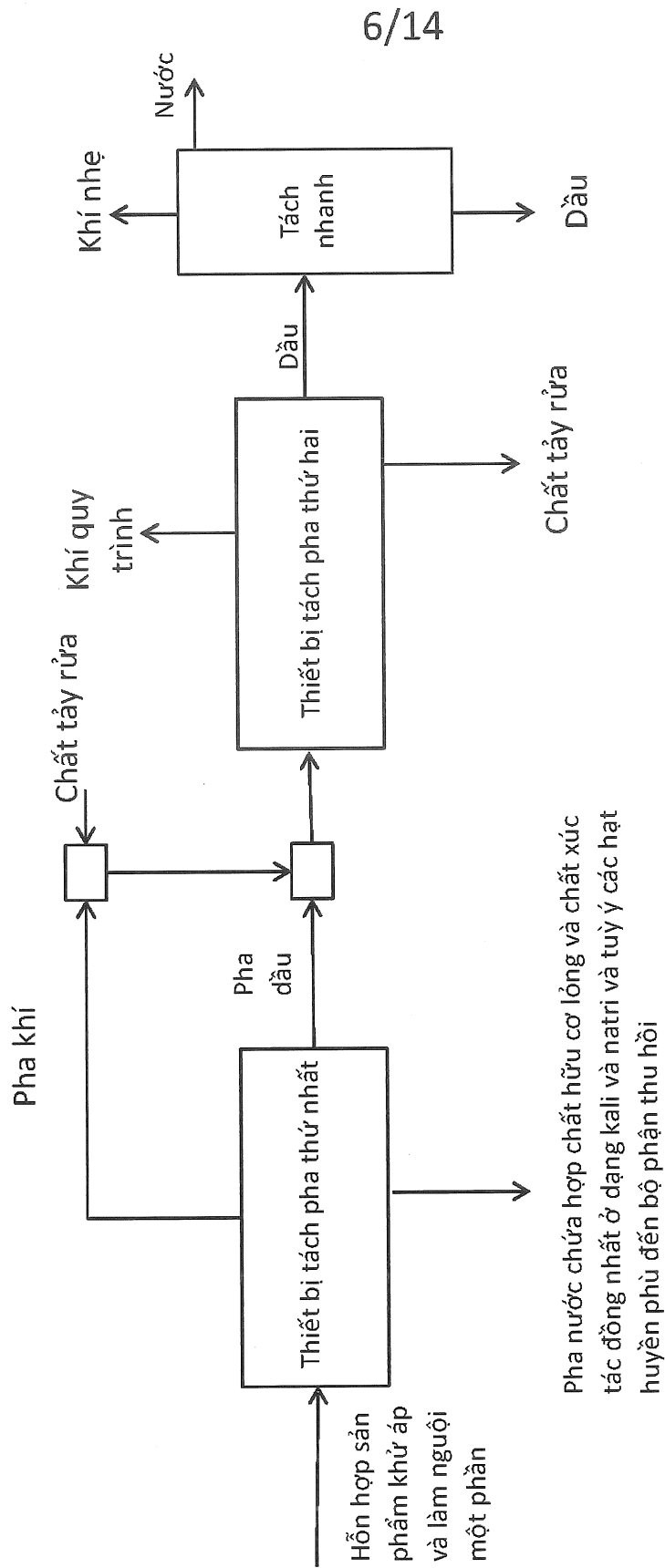


FIG. 6

7/14

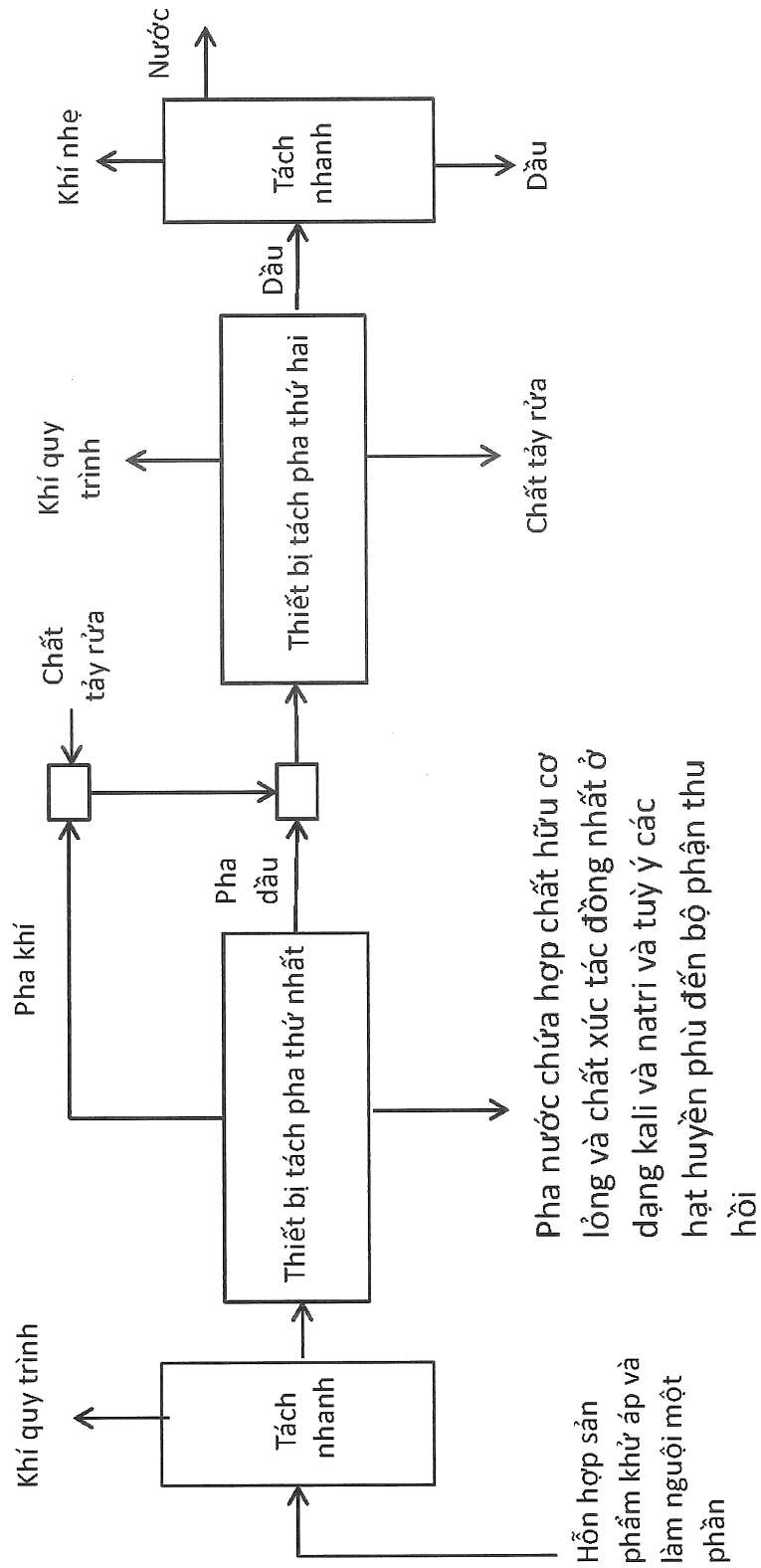


FIG. 7

8/14

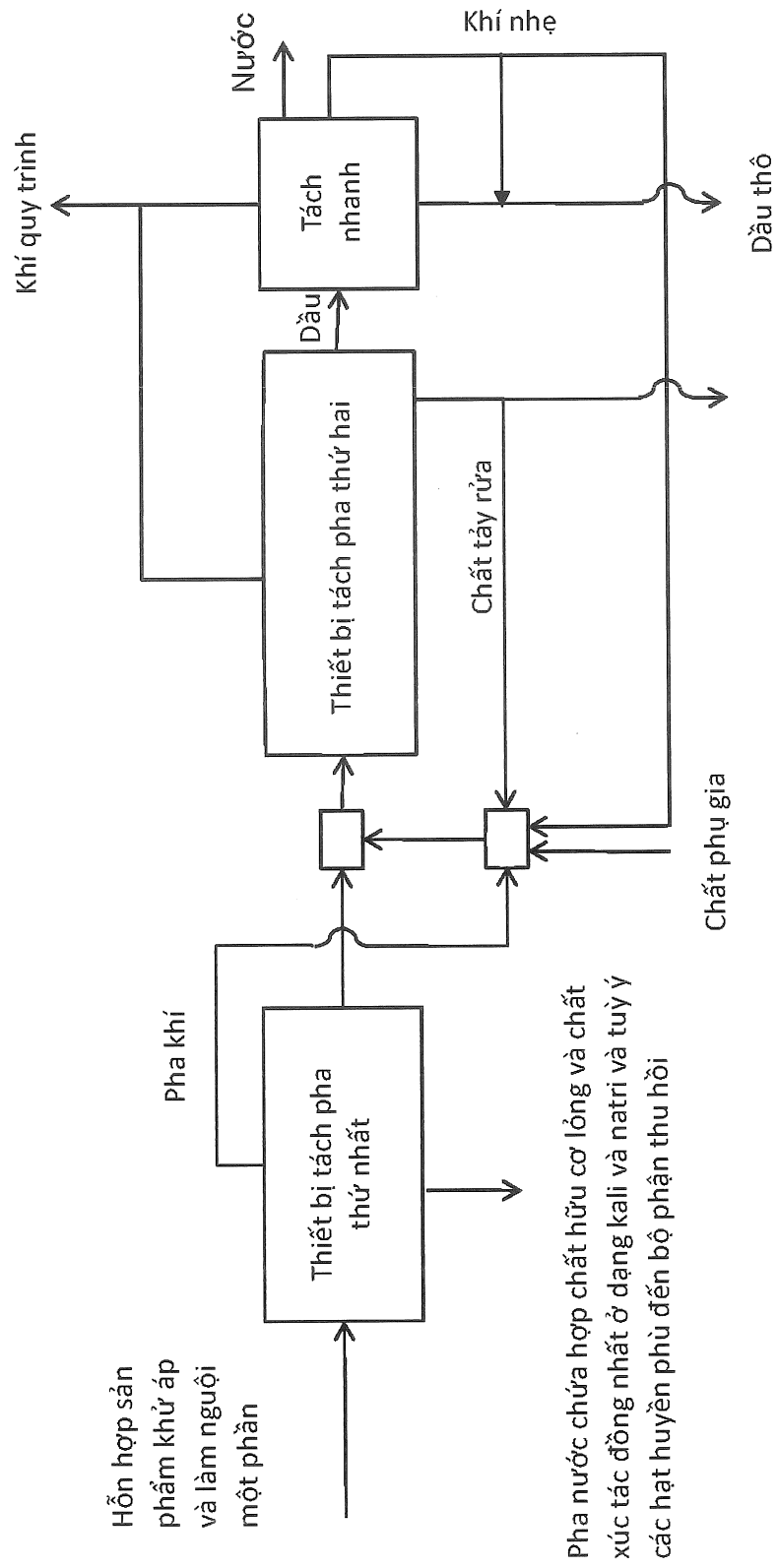


FIG. 8

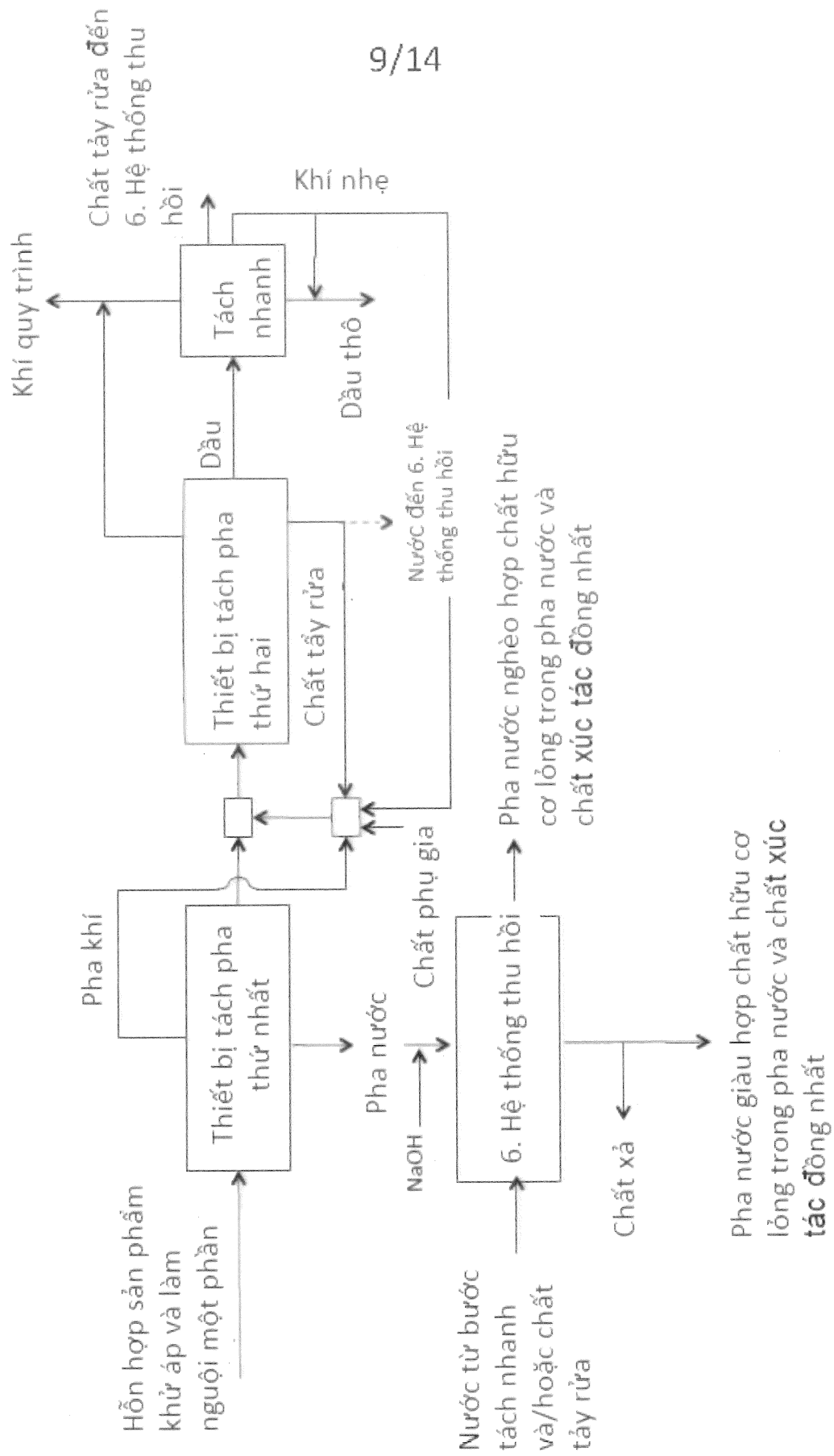


FIG. 9

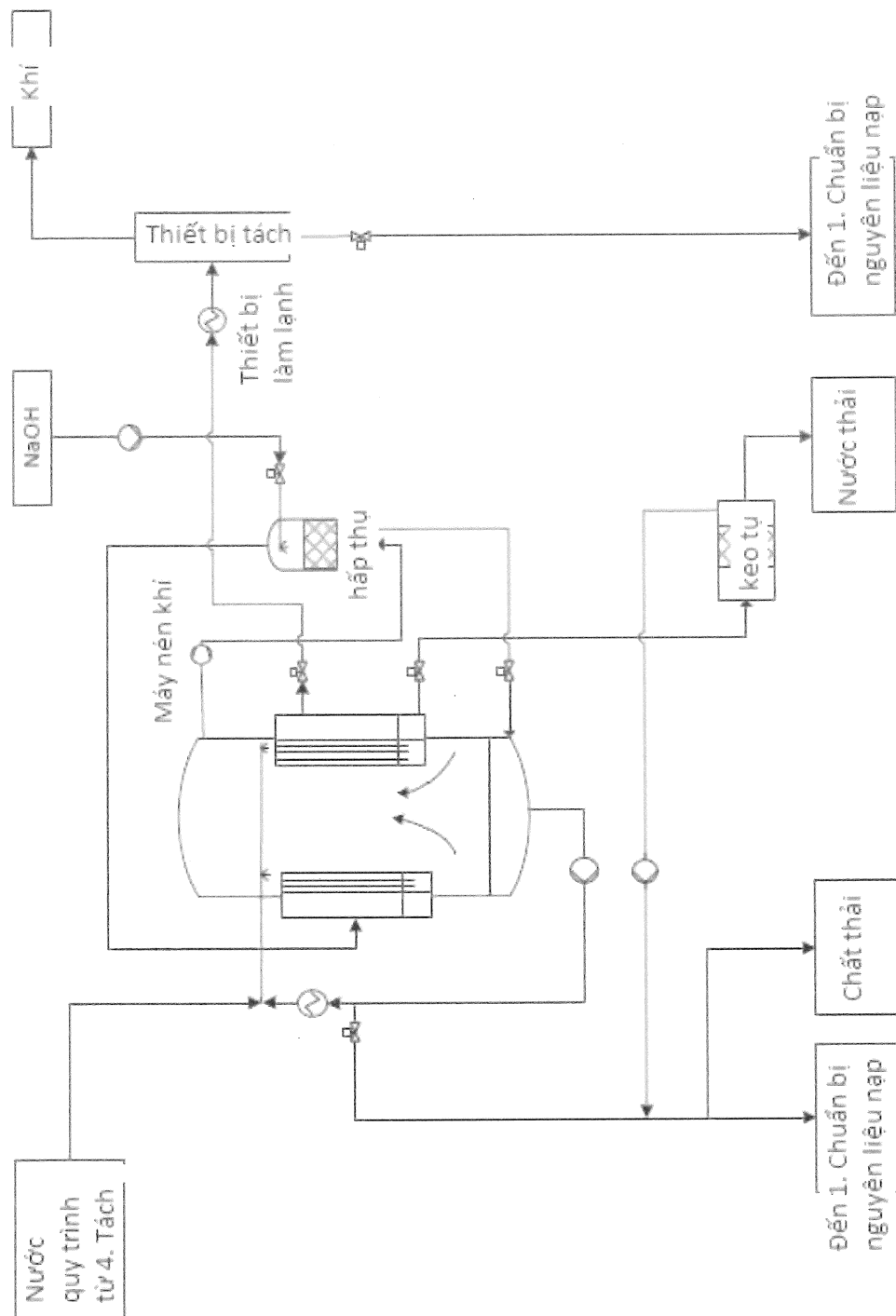


FIG. 10

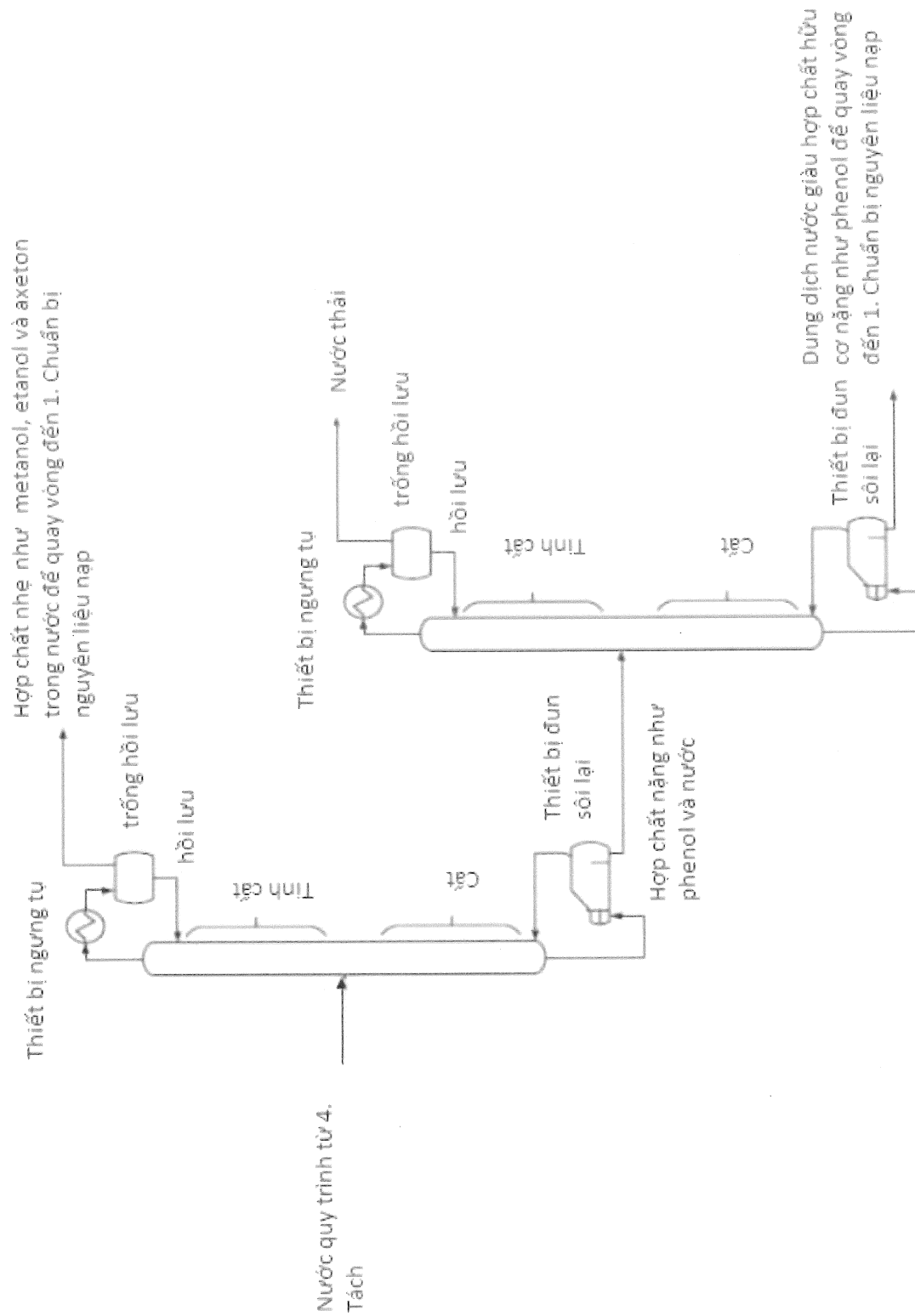


FIG. 11

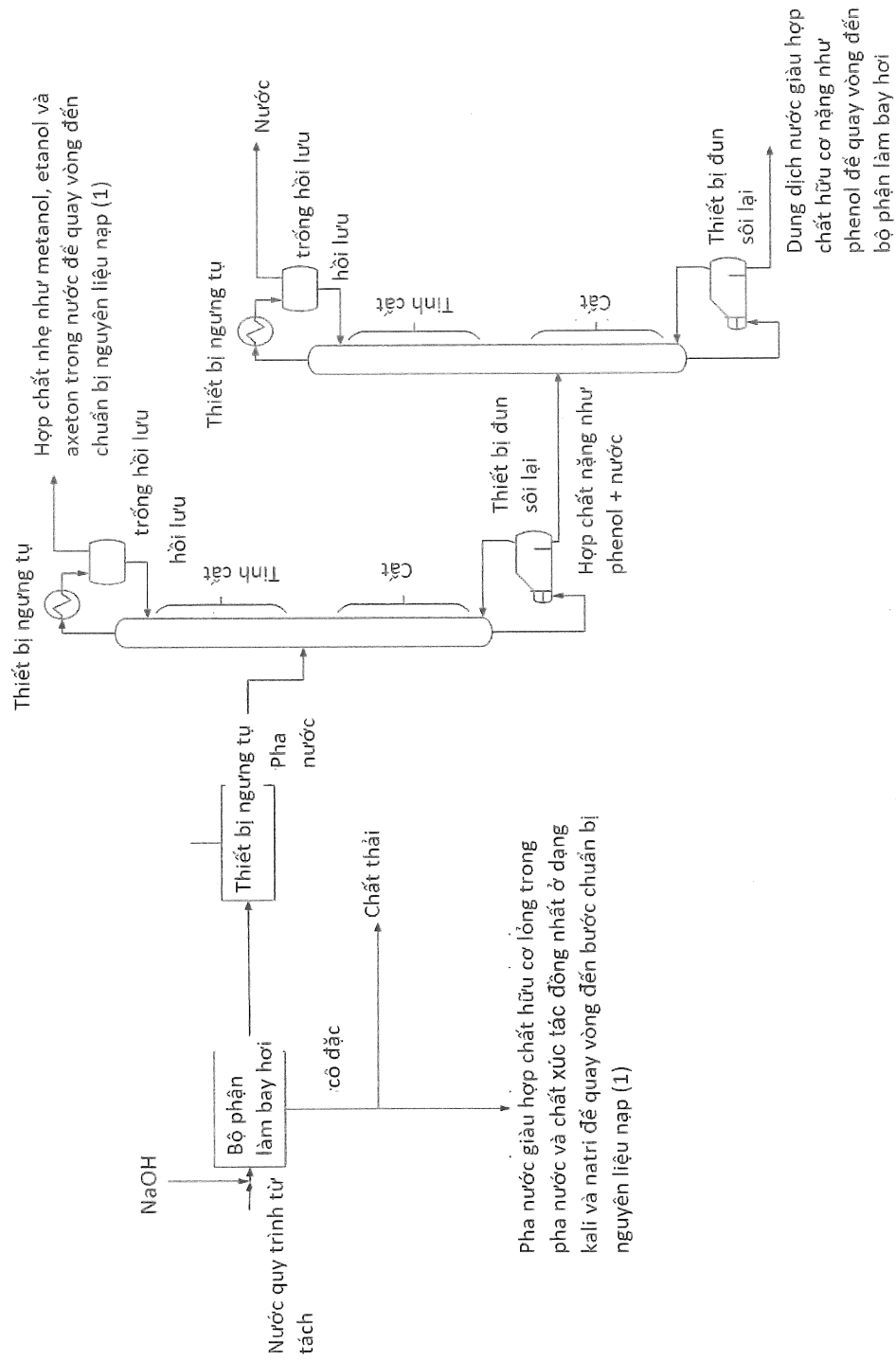


FIG. 12

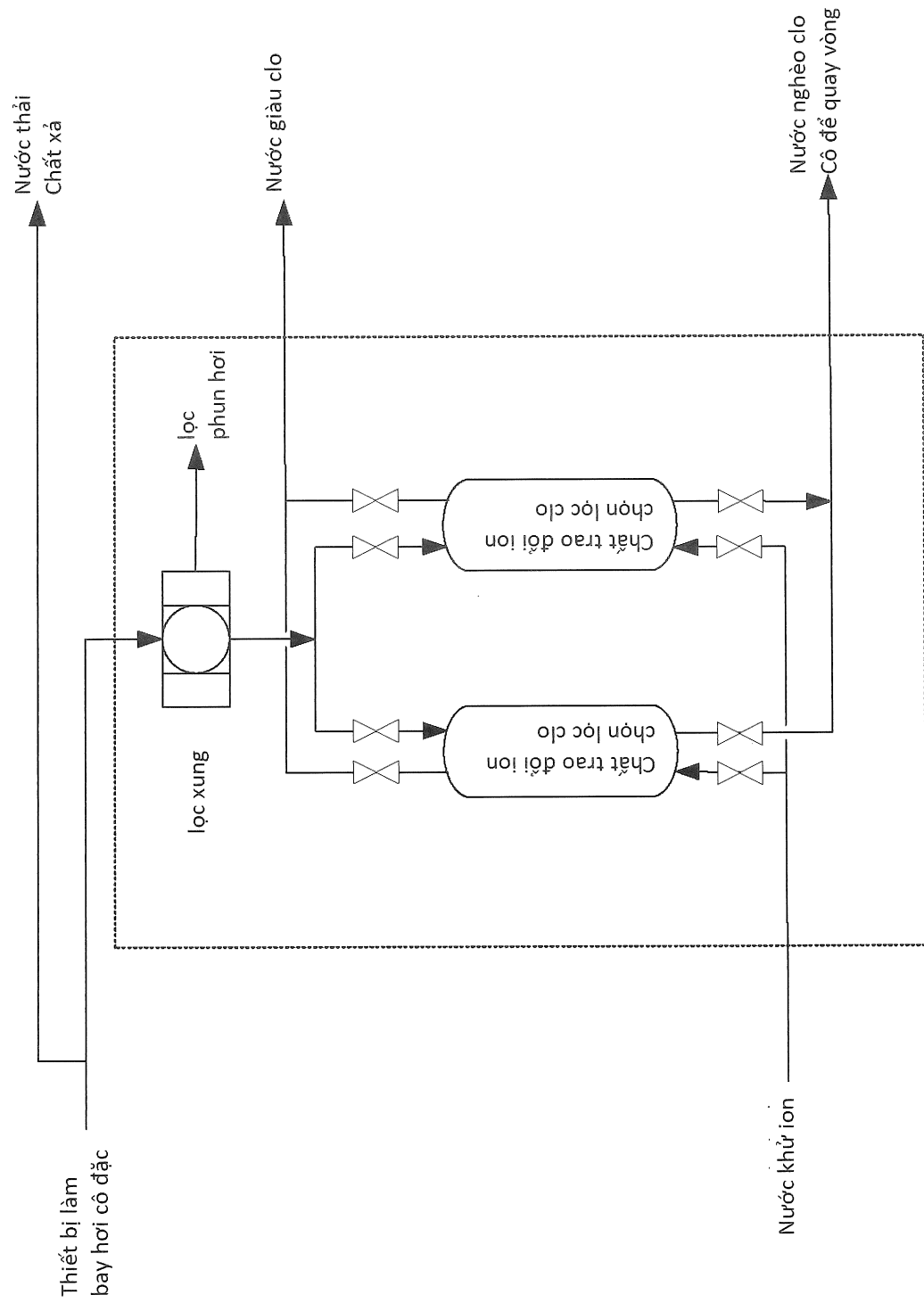


FIG. 13

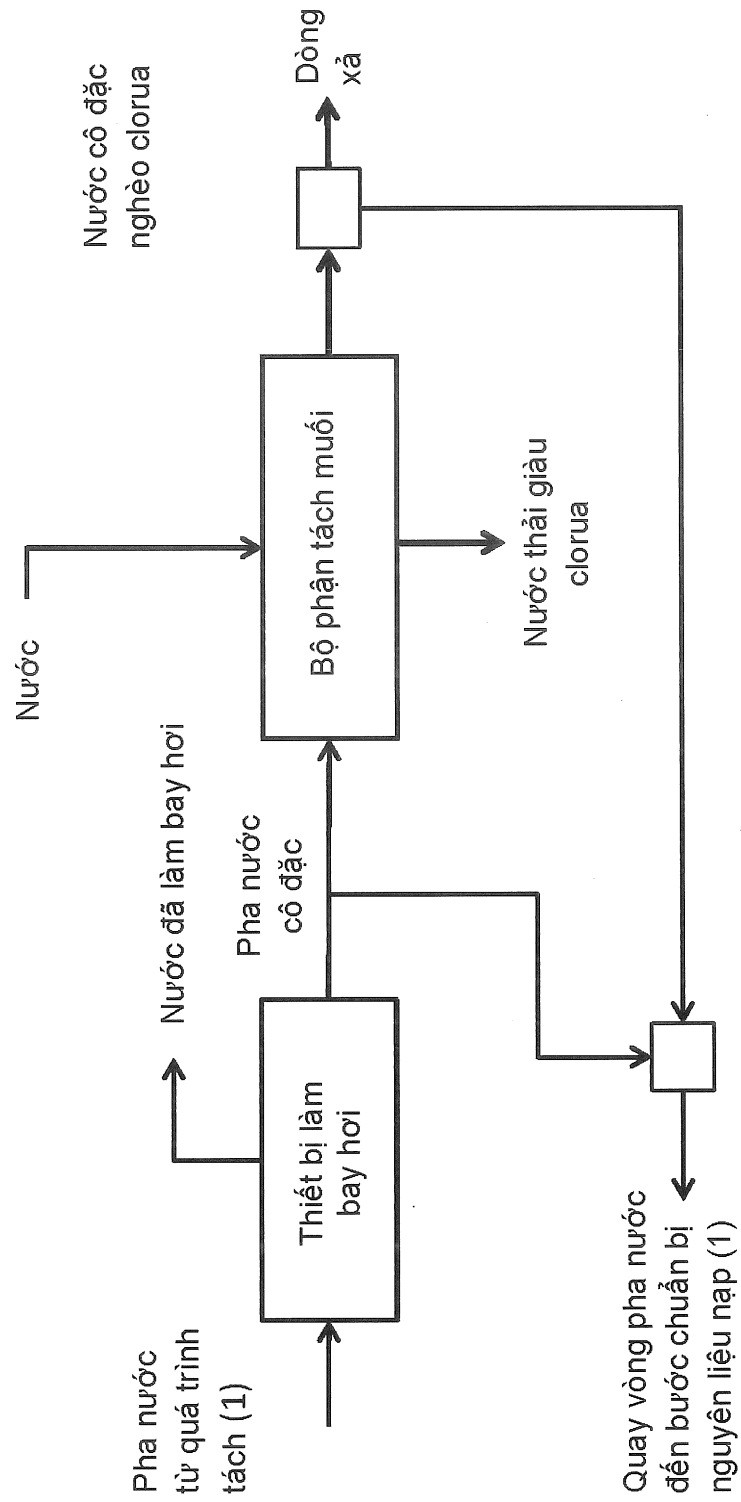


FIG. 14