



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

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

(11)



1-0048365

(51)^{2020.01} C07C 7/08; C07C 7/04; C07C 15/00;
C07C 15/04

(13) B

(21) 1-2020-04516

(22) 30/01/2019

(86) PCT/CN2019/073864 30/01/2019

(87) WO2019/149212 08/08/2019

(30) 201810101427.9 01/02/2018 CN

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/10/2020 391A

(73) China Petroleum & Chemical Corporation (CN)

22 Chaoyangmen North Street, Chaoyang District Beijing 100728, China

(72) TIAN, Longsheng (CN); ZHAO, Ming (CN); TANG, Wencheng (CN); GAO, Siliang (CN); YANG, Nan (CN); BIAN, Zhifeng (CN); QIE, Siyuan (CN).

(74) Công ty TNHH Đại Tín và Liên Danh (DAITIN AND ASSOCIATES CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÁCH HYDROCACBON THƠM BẰNG CÁCH CHỪNG
CẮT CHIẾT

(21) 1-2020-04516

(57) Phương pháp phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết, bao gồm bước đưa hỗn hợp hydrocacbon có chứa hydrocacbon thơm vào phần giữa của cột chưng cất chiết (8); đưa dung môi chiết vào trong phần trên của cột chưng cất chiết; sau quá trình chưng cất chiết, sản phẩm tinh lọc chứa benzen được đưa ra từ đỉnh cột, trong đó hàm lượng benzen chiếm 3-40% khối lượng, và được đưa tới phần dưới của cột tách chiết (10); dung môi chiết được đưa vào phần trên của cột tách chiết dùng để tách chiết lỏng - lỏng; chất lỏng tinh lọc không chứa hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết; dung môi giàu chứa benzen được đưa ra từ đáy cột và được đưa vào phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết; dung môi giàu thu được ở đáy cột chưng cất chiết được đưa tới cột thu hồi dung môi để phân tách hydrocacbon và dung môi. Bằng cách khéo léo kết hợp phương pháp chưng cất chiết và phương pháp chiết lỏng - lỏng, phương pháp theo sáng chế có thể phân tách được các hydrocacbon có độ tinh khiết cao với tỷ lệ thu hồi lớn, và giúp giảm đáng kể năng lượng tiêu thụ trong quá trình phân tách và tách chiết chúng.

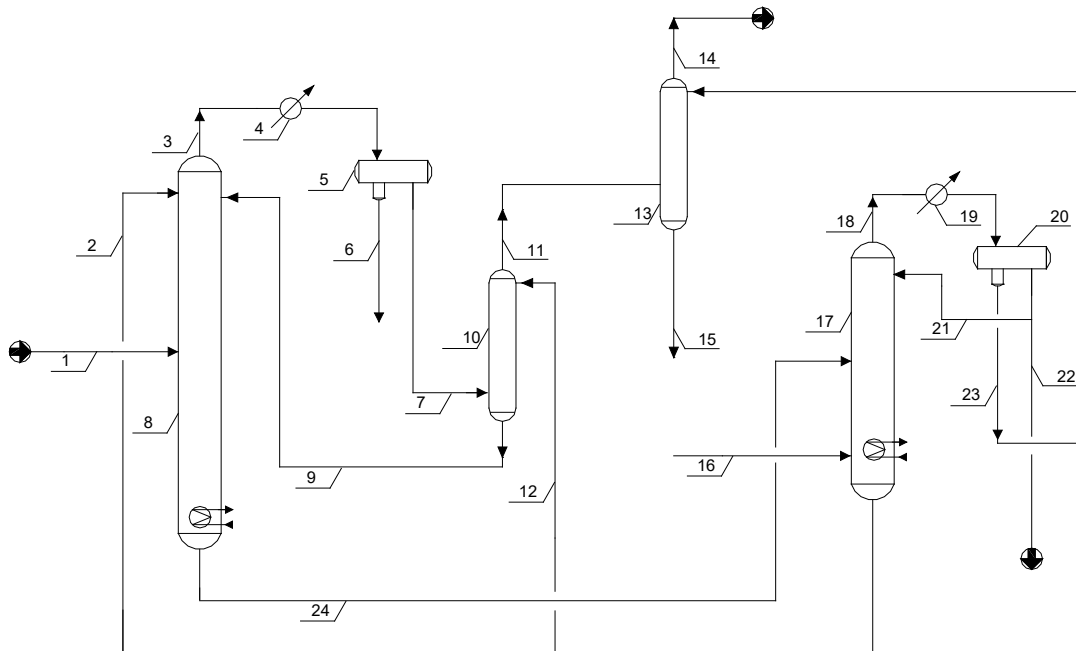


Fig.1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết, cụ thể hơn là đề cập đến phương pháp phân tách hydrocacbon bằng cách kết hợp phương pháp chưng cất chiết với phương pháp chiết lỏng - lỏng và thiết bị dùng để phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Có hai phương pháp chính dùng để phân tách các hydrocacbon thơm nhẹ, cụ thể là benzen (B), toluen (T) và xylen (X) khỏi hỗn hợp hydrocacbon. Phương pháp thứ nhất là phương pháp chiết lỏng - lỏng, thực chất là sự kết hợp giữa quá trình chiết lỏng - lỏng và phần phân tách (còn được gọi là cột phân tách) trong quá trình chưng cất chiết. Phương pháp thứ hai là phương pháp chưng cất chiết. Hỗn hợp hydrocacbon giàu benzen-toluen-xylen (sau đây gọi là hỗn hợp hydrocacbon giàu BTX) bao gồm chất cải tạo xúc tác, xăng nhiệt phân được hydro hóa, và benzen thô trong công nghiệp..., trong đó hàm lượng hydrocacbon thơm BTX trong xăng nhiệt phân được hydro hóa hoặc trong benzen thô thường cao hơn hoặc bằng 80%. Hàm lượng các hydrocacbon có chứa 8 cacbon (C_8) trong xăng nhiệt phân được hydro hóa là 0,5-1% khối lượng, và trong benzen thô là 0,2-0,5%. Có sự khác biệt tương đối lớn trong các thông số kỹ thuật khi thực hiện quá trình tách chiết và tinh chế khác nhau.

Đối với phương pháp chiết lỏng - lỏng, hỗn hợp hydrocacbon được nạp vào từ phía dưới cột chưng cất. Hơi dung môi giàu hydrocacbon thơm chảy vào cột phân tách để phân tách hydrocacbon thơm và hydrocacbon không thơm. Ưu điểm của phương pháp này là có khả năng áp dụng đối với nguyên liệu thô của phân đoạn rộng và nó có thể thu được BTX với độ tinh khiết cao, trong đó hàm lượng hydrocacbon không thơm nhỏ hơn 0,2% khối lượng và hàm lượng xycloankan C_8^+ chiếm dưới 0,15% khối lượng. Sau khi chưng cất các hydrocacbon thơm thu được, độ tinh khiết của benzen và toluen có thể đạt được mức yêu cầu thông thường trên thị trường là trên 99,9% khối lượng, độ tinh khiết của hỗn hợp xylen có thể cũng đạt trên 99,5%, và hàm lượng BTX trong dầu tinh lọc thường nhỏ hơn 1% khối lượng. Nhược điểm chính của phương pháp này là khi nó được áp dụng cho nguyên liệu thô có hàm lượng

hydrocacbon thơm cao, cụ thể như xăng nhiệt phân được hydro hóa và benzen thô, nó không chỉ cần tái chế phần dầu tinh lọc chứa hydrocarbon không thơm được phân tách thành nguyên liệu thô để hòa loãng đúng nguyên liệu thô và duy trì hoạt động bình thường của cột chiết, mà đối với cột phân tách nó còn cần phải làm bay hơi một lượng lớn chất lỏng rửa ngược (còn gọi là hydrocarbon thơm được hồi lưu), vốn sẽ quay xuống đáy của cột tách chiết. Thông thường, tỷ lệ khối lượng của chất lỏng rửa ngược so với nguyên liệu nạp để tách chiết thường cần đạt 0,6-1,0 để đảm bảo độ tinh khiết của BTX. Do vậy, năng lượng tiêu thụ tương đối cao.

So với phương pháp tách chiết lỏng - lỏng, ưu điểm của phương pháp chưng cất chiết là quy trình đơn giản và vận hành đơn giản, chi phí đầu tư thiết bị và tiêu thụ năng lượng thấp. Tuy nhiên, quy trình hiện có để phân tách hydrocacbon thơm bằng phương pháp chưng cất chiết chỉ có khả năng áp dụng để xử lý các phân đoạn chưng cất hẹp, như C₆, C₆-C₇ và phân đoạn C₈, v.v... Tức là cần phải tiền chưng cất phân đoạn nguyên liệu thô. Đối với các nguyên liệu thô như xăng nhiệt phân được hydro hóa và benzen thô, quá trình tiền chưng cất phân đoạn có thể dẫn đến làm tăng tiêu thụ năng lượng trong toàn bộ quá trình. Do vậy, giá trị kỹ thuật và kinh tế bị giảm đi đáng kể. Nếu phân đoạn C₆-C₈ được xử lý trực tiếp nhờ quá trình chưng cất chiết hiện có theo tỷ lệ dung môi hợp lý thì độ tinh khiết của hỗn hợp hydrocacbon thơm thường chỉ có thể đạt khoảng 99,0-99,5% khối lượng. Tạp chất thường là xycloankan C₈⁺, trong đó hàm lượng của dimetylxyclohexan và etylxyclohexan lên tới 0,5% khối lượng. Thông thường, độ tinh khiết của toluen sau quá trình chưng cất này chỉ đạt 99,7% khối lượng, và độ tinh khiết của hỗn hợp xylen đạt thấp hơn, chỉ khoảng 97% khối lượng. Nếu muốn đạt được độ tinh khiết cao tương đương với phương pháp chiết lỏng - lỏng thì cần sử dụng tỷ lệ dung môi chiết cao hơn hoặc cần chi phí cao hơn để đạt được tỷ lệ thu hồi benzen cao. Hàm lượng benzen trong dầu tinh lọc tương ứng chiếm lên đến 5-10% khối lượng. Do vậy, công nghệ chưng cất chiết hiện nay cho thấy nhiều nhược điểm trong xử lý nguyên liệu thô là phân đoạn rộng C₆-C₈ nêu trên.

Sáng chế Mỹ US3844902 đề xuất quy trình kết hợp giữa phương pháp chưng cất chiết và phương pháp chiết lỏng - lỏng, trong đó quy trình được thực hiện nhờ sự kết nối liên tiếp quá trình chưng cất chiết và quá trình chiết lỏng - lỏng. Đầu tiên, nguyên liệu thô được đưa vào phần giữa của cột chưng cất chiết, và dung môi để chưng cất chiết đi vào phần trên của cột chưng cất chiết. Sau khi chưng cất chiết, dung môi giàu chứa hydrocacbon thơm nặng đi

vào cột thu hồi dung môi của hệ thống chưng cất chiết, ở đây dung môi và hydrocacbon thơm nặng được phân tách. Sau khi ngưng tụ và làm lạnh dòng xả đỉnh cột của cột chưng cất chiết, một phần đóng vai trò là chất hồi lưu, và phần còn lại được đưa tới cột tách chiết lỏng - lỏng. Dung môi chiết đi vào từ đỉnh của cột tách chiết lỏng - lỏng. Sau khi chiết và phân tách, dầu tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột; dòng xả đáy của cột tách chiết đi vào cột phân tách để phân tách; chất lỏng rửa ngược được chưng cất từ đỉnh cột được đưa tới đáy của cột tách chiết. Dung môi giàu hầu hết không chứa hydrocacbon không thơm ở đáy cột phân tách đi vào cột thu hồi dung môi của bộ phận tách chiết, ở đây hydrocacbon thơm nhẹ và dung môi được phân tách. Dòng xả đỉnh cột của cột chưng cất chiết có chứa lượng tương đối các hydrocacbon thơm nhẹ, bao gồm benzen và một phần toluen trong nguyên liệu thô. Quá trình này, bằng cách tiếp nối với quá trình chưng cất chiết và quá trình tách chiết lỏng - lỏng hoàn toàn có thể thu hồi được tỷ lệ cao hydrocacbon thơm với độ tinh khiết cao, và cũng phân tách được hydrocacbon thơm thành hydrocacbon thơm nặng và hydrocacbon thơm nhẹ. Tuy nhiên, quá trình này kéo dài và đầu tư cho thiết bị là tương đối cao.

Sáng chế Trung Quốc CN103232317A đề xuất thiết bị và quy trình tinh chế hydrocacbon thơm được sử dụng trong xúc tác luyện benzen thô. N-formyl morpholin (NFM) được sử dụng làm dung môi, và phương pháp được sử dụng để phân tách và tinh chế hydrocacbon thơm là ghép nối giữa phương pháp chưng cất chiết và phương pháp tách chiết lỏng - lỏng. Khí ngưng tụ ở đỉnh cột chưng cất chiết và ở đường dẫn bên mức 1-5 của phần trên cột chưng cất chiết được đưa tới cột tách chiết; nguyên liệu ở đáy cột chiết quay trở lại đỉnh cột chưng cất chiết; hydrocacbon không thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết; dung môi giàu được đưa ra từ đáy của cột chưng cất chiết đi vào cột phân tách hydrocacbon thơm; ở đây hydrocacbon thơm và dung môi được phân tách.

Sáng chế Trung Quốc CN107001189A đề xuất quy trình chưng cất chiết để thu hồi hydrocacbon thơm, sử dụng cột chưng cất chiết với hệ thống đỉnh cột mới có bộ phận ngưng tụ cục bộ. Quá trình này, ở một mức độ nhất định, tăng cường khả năng loại bỏ các hydrocacbon không thơm nặng, đặc biệt là các hợp chất naphthenic C8, khỏi đáy cột chưng cất chiết, làm tăng độ tinh khiết của các sản phẩm thơm, đặc biệt là các hỗn hợp xylen, làm giảm sự thất thoát benzen trong sản phẩm tinh lọc và kết quả là tăng cường thu hồi benzen. Tuy nhiên, trong phương pháp này, sản phẩm tinh lọc được ngưng tụ hoàn toàn hoặc một phần ở đỉnh của cột chưng cất chiết và dung môi chiết được đi trực tiếp qua máy trộn tĩnh

hoặc bộ tiếp xúc nhiều giai đoạn, sau đó được đưa vào phân tách pha trong thiết bị phân tách; pha dung môi chứa nước và benzen được tái chế ở phần tương đối thấp hơn của cột chưng cất chiết, và một phần của sản phẩm tinh lọc đóng vai trò là dòng hồi lưu đỉnh cột của cột chưng cất chiết. Trong quá trình này, hàm lượng nước và hydrocacbon không thơm ở phần trên của cột chưng cất chiết quá cao, dẫn đến giảm độ chọn lọc đối với hydrocarbon không thơm/benzen. Lượng nhất định xycloankan C8 cũng được hòa tan trong hơi tái chế tới phần tương đối thấp của cột chưng cất chiết và khó có thể chưng cất được. Do vậy, vẫn chưa thỏa mãn khả năng loại bỏ hydrocacbon không thơm nặng. Hydrocacbon không thơm, chẳng hạn như xycloankan C8+ trong hỗn hợp hydrocacbon thơm thành phẩm chiếm dưới 1% khối lượng, và tốt hơn là chiếm dưới 0,5% khối lượng. Do các xycloanken C8 có thể tạo thành hỗn hợp đồng sôi với toluen nên độ tinh khiết của toluen khó có thể đạt được đến 99,9% khối lượng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục tiêu của sáng chế là đề xuất phương pháp phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết. Bằng cách kết hợp khéo léo phương pháp chưng cất chiết và phương pháp chiết lỏng - lỏng, phương pháp theo sáng chế có thể phân tách được các hydrocacbon có độ tinh khiết cao với tỷ lệ thu hồi lớn, và giúp giảm năng lượng tiêu thụ trong quá trình phân tách và tách chiết chúng.

Phương pháp phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết theo sáng chế bao gồm các bước sau:

(1) đưa hỗn hợp hydrocacbon có chứa hydrocacbon thơm vào phần giữa của cột chưng cất chiết; đưa dung môi chiết vào phần phía trên của cột chưng cất kiểu chiết; sau khi chưng cất chiết, sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được dẫn ra từ đỉnh cột, trong đó hàm lượng benzen chiếm 3-40% khối lượng, và dung môi giàu giàu hydrocacbon được thu ở phần đáy cột,

(2) sản phẩm tinh lọc đi ra từ đỉnh cột chưng cất chiết được đưa tới phần phía dưới của cột tách chiết; dung môi chiết được đưa vào phần phía trên của cột tách chiết; sau khi tách chiết lỏng - lỏng, chất lỏng tinh lọc không chứa hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết; dung môi giàu chứa benzen được đưa ra từ đáy cột và đi vào phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết, phần này nằm giữa dung môi chiết và nguyên liệu thô được đưa vào,

(3) dung môi giàu thu được từ đáy cột chưng cất chiết được đưa tới vùng giữa của cột thu hồi dung môi; sau khi chưng cất trong chân không, các hydrocarbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột thu hồi dung môi và dung môi nghèo được đưa ra khỏi đáy của cột thu hồi dung môi.

Phương pháp theo sáng chế chưng cất được lượng benzen thích hợp trong dòng xả ở phần cất đỉnh tháp của cột chưng cất chiết, sau đó thực hiện chiết lỏng - lỏng đối với dòng xả, trả lại dung môi giàu có chứa benzen cho phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết, và sau đó đưa dung môi giàu thu được ở đáy của cột chưng cất chiết vào cột thu hồi dung môi để phân tách các hydrocarbon thơm và dung môi. Phương pháp này có thể đạt được hiệu quả phân tách các hydrocarbon thơm tốt từ vật liệu thô của các phân đoạn rộng, cho phép độ tinh khiết của hydrocarbon thơm đạt tới trên 99,0% khối lượng với mức độ tiêu thụ năng lượng thấp trong toàn bộ quá trình.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là lưu đồ minh họa quá trình phân tách các hydrocarbon bằng cách chưng cất chiết theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế chủ yếu dựa trên phương pháp chưng cất chiết, kiểm soát giới hạn của lượng benzen bay hơi ở đỉnh cột chưng cất chiết, và thực hiện chiết lỏng - lỏng đối với sản phẩm tinh lọc có chứa benzen để thu hồi thêm benzen; dung môi giàu thu được có chứa benzen từ quá trình chiết lỏng - lỏng được tái chế ở phần giữa phía trên cột chưng cất chiết; sau đó các hydrocarbon thơm trong dung môi giàu thu được từ đáy của cột chưng cất chiết được phân tách khỏi dung môi. Phương pháp có thể thu được hỗn hợp các hydrocarbon có độ tinh khiết cao và cho phép các xycloankan C₈ trong nguyên liệu thô đi vào chất lỏng tinh lọc, từ đó thu hồi được hoàn toàn benzen trong nguyên liệu thô. Hơn nữa, mức tiêu thụ năng lượng trong toàn bộ quá trình là tương đối thấp.

Bước 1 của phương pháp theo sáng chế là bước chưng cất chiết nguyên liệu thô. Trong quá trình chưng cất, một lượng thích hợp benzen được nạp vào trong dòng xả ở phần cất đỉnh tháp, tức là, thu được sản phẩm tinh lọc có chứa benzen, qua đó xycloankan C₈ trong nguyên liệu thô đi vào sản phẩm tinh lọc. Tốt hơn là, tỷ lệ khối lượng sản phẩm tinh lọc có chứa

benzen được đưa ra từ đỉnh cột chưng cất chiết so với nguyên liệu thô được đưa vào cột là 5-45%, tốt hơn nữa là 5-30%, và hàm lượng benzen trong sản phẩm tinh lọc có chứa benzen chiếm 10-30% khối lượng.

Tốt hơn là, sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được đưa ra từ đỉnh cột chưng cất chiết được ngưng tụ và sau đó được đưa vào quá trình phân tách dầu - nước. Sau đó sản phẩm tinh lọc được tách nước có chứa benzen được đưa tới phần dưới của cột tách chiết.

Trong bước 1, tốt hơn là phần trên của cột chưng cất chiết không có phần hồi lưu sản phẩm tinh lọc. Thay vào đó, sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được đưa ra khỏi đỉnh cột chưng cất chiết được đưa toàn bộ tới cột tách chiết dùng để tách chiết lỏng - lỏng.

Dung môi chiết theo sáng chế được chọn từ nhóm bao gồm sulfolan, trietylen glycol, tetraetylen glycol, pentaetylen glycol hoặc trietylen glycol monometyl ete, và tốt nhất là sulfolan.

Dung môi chiết theo sáng chế có thể có chứa 0,1-1,0% khối lượng nước, tốt nhất là nước chiếm 0,4-0,8% khối lượng, để làm tăng độ chọn lọc của dung môi.

Bước 2 của phương pháp theo sáng chế là bước tách chiết lỏng - lỏng sản phẩm tinh lọc có chứa benzen mà được đưa ra từ đỉnh cột chưng cất chiết để thu hồi benzen. Sau đó, chất lỏng tinh lọc không chứa hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết. Hàm lượng hydrocacbon thơm trong chất lỏng tinh lọc tốt hơn là không quá 0,5% khối lượng, và tốt nhất là không quá 0,3% khối lượng. Dung môi giàu chứa benzen ở đáy cột quay trở lại phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết, và vị trí mà dung môi giàu đi vào là vị trí nằm giữa dung môi chiết và nguyên liệu thô đi vào cột. Phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết là vùng nằm giữa vị trí mà dung môi chiết và nguyên liệu thô đi vào, trong đó vùng gần với vị trí mà dung môi chiết được đưa vào và phần phía trên và phần còn lại là phần giữa. Tốt hơn là, dung môi giàu chứa benzen được đưa vào đĩa lý thuyết thứ 1-20, tốt hơn nữa là thứ 2-9, sau vị trí mà dung môi chiết được đưa vào cột chưng cất chiết.

Tốt hơn là chất lỏng tinh lọc được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết được rửa với nước; bước rửa với nước được thực hiện trong cột rửa; chất lỏng tinh lọc sau khi được rửa với nước được đưa ra khỏi hệ thống; nước sau quá trình rửa được hóa hơi để loại bỏ các hydrocacbon

không thơm trong nó và sau đó được sử dụng dưới dạng môi trường tách. Nhiệt độ rửa nước tốt nhất là 35-45°C.

Bước 3 của phương pháp theo sáng chế là đưa dung môi giàu giàu hydrocacbon thơm được đưa từ đáy cột chưng cất chiết vào trong cột thu hồi dung môi để phân tách hydrocacbon thơm và dung môi. Tốt hơn là, dung môi nghèo thu được trong bước 3 được đưa trở lại tương ứng tới phần trên của cột chưng cất chiết và cột tách chiết để tái sử dụng.

Số đĩa lý thuyết của cột chưng cất chiết theo bước 1 của sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng 25-60; nhiệt độ ở đáy cột tốt hơn là nằm trong khoảng 140-185°C; áp suất đỉnh cột tốt hơn là nằm trong khoảng 0,1-0,4 MPa; nhiệt độ đỉnh cột tốt hơn là nằm trong khoảng 110-135°C. Tốt hơn là, nhiệt độ của dung môi chiết đi vào cột chưng cất chiết được kiểm soát ở mức 80-130°C, và tỷ lệ thể tích (tỷ lệ dung môi) giữa dung môi chiết đi vào cột chưng cất chiết so với nguyên liệu thô dùng trong quá trình chưng cất chiết là 2,0-5,5.

Số đĩa lý thuyết của cột tách chiết trong bước 2 tốt hơn là nằm trong khoảng 3-30; nhiệt độ của dung môi chiết đi vào cột tốt hơn là từ 40-90°C; tỷ lệ thể tích giữa dung môi chiết so với nguyên liệu thô được chiết tốt hơn là nằm trong khoảng 1-3.

Số đĩa lý thuyết của cột thu hồi dung môi trong bước 3 tốt hơn là từ 8-28; áp suất đỉnh cột tốt hơn là nằm trong khoảng 0,02-0,1 MPa, tốt hơn nữa là 0,02-0,08 MPa; tỷ lệ hồi lưu đỉnh cột, tức là tỷ lệ khối lượng nguyên liệu được hồi lưu so với nguyên liệu được đưa ra khỏi đỉnh cột tốt hơn là nằm trong khoảng 0,3-1,0; nhiệt độ đỉnh cột tốt hơn là nằm trong khoảng 50-80°C, và nhiệt độ đáy cột tốt hơn là nằm trong khoảng 150-185°C.

Tất cả áp suất theo sáng chế là áp suất tuyệt đối.

Hàm lượng hydrocacbon thơm trong hỗn hợp hydrocacbon theo sáng chế có thể chiếm 60-98% khối lượng, và tốt hơn là 70-98% khối lượng. Hỗn hợp hydrocacbon có thể là các phân đoạn C₆-C₈ của chất cải tạo xúc tác, xăng được hydro hóa cracking tạo ra etylen, hoặc hắc ín - benzen dầu mỏ.

Sáng chế cùng đề xuất thiết bị dùng để phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết, bao gồm cột chưng cất chiết, cột tách chiết và cột thu hồi dung môi; phần trên của cột chưng cất chiết và cột tách chiết đều có đường dẫn để đưa dung môi chiết vào; phần giữa của cột chưng cất chiết có đường dẫn dùng để nạp hỗn hợp hydrocacbon có chứa hydrocacbon

thơm; và đỉnh cột có đường dẫn dùng để đưa sản phẩm tinh lọc có chứa benzen ra; đường dẫn dùng để đưa sản phẩm tinh lọc ra được nối với phần dưới của cột tách chiết; đỉnh cột tách chiết có đường dẫn dùng để đưa chất lỏng tinh lọc đi ra, và đáy cột có đường dẫn nối với phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết để hoàn lại dung môi giàu chứa benzen; đáy cột chưng cất chiết có đường dẫn dùng để đưa dung môi giàu ra được nối với phần giữa của cột thu hồi dung môi; đỉnh cột thu hồi dung môi có đường dẫn dùng để dẫn hydrocacbon thơm ra; đường dẫn dùng để đưa dung môi nghèo ra nằm ở đáy của cột thu hồi dung môi được nối tương ứng với đường dẫn để nạp dung môi chiết vào phần trên của cột chưng cất chiết và cột tách chiết.

Tốt hơn là, thiết bị bao gồm thêm cột rửa với nước dùng cho chất lỏng tinh lọc, đỉnh cột có đường dẫn dùng để đưa chất lỏng tinh lọc sau khi đã rửa với nước đi ra, đáy cột có đường dẫn dùng để thải bỏ nước sau quá trình rửa, và phần trên cột có đường dẫn dùng để nạp nước cho quá trình rửa.

Tốt hơn là, đường dẫn ở đỉnh cột chưng cất chiết được nối với bộ phận lọc để phân tách nước; bộ phận lọc có đường dẫn dùng để đưa nước ra và đường dẫn dùng để đưa sản phẩm tinh lọc đã tách nước ra; đường dẫn dùng để đưa sản phẩm tinh lọc đã tách nước ra được nối với phần dưới của cột tách chiết.

Tốt hơn là, đường dẫn ở đỉnh cột thu hồi dung môi được nối với bể hồi lưu để phân tách nước; bể có đường dẫn dùng để đưa nước ra và đường dẫn dùng để đưa hydrocacbon thơm đã tách nước ra; đường dẫn dùng để đưa hydrocacbon thơm đã tách nước ra có đường hồi lưu.

Sáng chế được minh họa chi tiết hơn sau đây kèm theo các hình vẽ.

Trên Fig.1, hỗn hợp hydrocacbon có chứa hydrocacbon thơm đi vào phần giữa của cột chưng cất chiết 8 thông qua đường dẫn 1; dung môi chiết đi vào phần trên của cột chưng cất chiết thông qua đường dẫn 2. Sau quá trình chưng cất chiết, sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được đưa ra từ đường dẫn đỉnh cột 3 của cột chưng cất chiết và sau đó được đưa vào bộ phận ngưng tụ 4. Hơi được ngưng tụ và làm lạnh được đưa vào bộ phận lọc 5. Sau khi phân tách dầu - nước, nước có chứa một lượng nhỏ dung môi được đưa ra thông qua đường dẫn 6, và sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được đưa tới phần dưới của cột tách chiết 10 thông qua đường dẫn 7; dung môi chiết đi vào phần trên của cột tách chiết 10 thông qua đường dẫn 12; quá trình chiết và phân tách được thực hiện bởi sự tiếp xúc pha lỏng đối lưu trong cột tách

chiết. Sau đó, chất lỏng tinh lọc không chứa hydrocacbon thơm được đưa vào phần dưới của cột rửa với nước 13 thông qua đường dẫn 11; nước từ đường dẫn 23 được đưa vào cột rửa từ phần trên; sản phẩm chất lỏng tinh lọc thu được sau quá trình rửa được đưa ra khỏi thiết bị thông qua đường dẫn 14; nước sau quá trình rửa được đưa ra thông qua đường dẫn 15. Dung môi giàu có chứa benzen được đưa ra từ đáy cột tách chiết 10 quay trở lại phần trên hoặc phần giữa của cột chưng cất chiết thông qua đường dẫn 9.

Dung môi giàu chứa hydrocacbon thơm ở đáy cột chưng cất chiết được đưa tới phần giữa của cột thu hồi dung môi 17 thông qua đường dẫn 24; nước hóa hơi hoặc hơi nước được đưa vào phần dưới của cột thu hồi dung môi 17 thông qua đường dẫn 16; sau quá trình tách trong chân không, hydrocacbon thơm và hơi nước được đưa ra khỏi đỉnh cột và đi vào bộ phận ngưng tụ 19 thông qua đường dẫn 18, và sau đó quá trình ngưng tụ và làm lạnh diễn ra, sản phẩm đi vào bể hồi lưu 20; sau quá trình phân tách dầu - nước, một phần của pha dầu chảy ngược lại phần trên của cột thu hồi dung môi thông qua đường dẫn 21 và phần còn lại của pha dầu được đưa ra dưới dạng hỗn hợp hydrocacbon thông qua đường dẫn 22; dung môi nghèo thu được sau quá trình phân tách hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đáy cột thu hồi dung môi; sau khi trao đổi nhiệt và kiểm soát nhiệt độ thông qua làm mát, hầu hết dung môi nghèo được đưa vào phần trên của cột chưng cất chiết để tái sử dụng, và một phần nhỏ đóng vai trò là dung môi chiết của cột tách chiết.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ. Sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ được minh họa.

Ví dụ 1

Theo quy trình được minh họa trên Fig.1, BTX tinh chế được thu hồi nhờ quá trình chưng cất chiết từ phân đoạn nguyên liệu thô C₆-C₈ của xăng nhiệt phân được hydro hóa với dung môi chiết là sulfolan có chứa nước. Thành phần của nguyên liệu thô được sử dụng được liệt kê trong bảng 1. Hàm lượng benzen trong sản phẩm tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột trong quá trình chưng cất chiết được kiểm soát ở mức 15% khối lượng. Các điều kiện vận hành chính và hàm lượng nước trong dung môi nghèo được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện quá trình chưng cất chiết và kết quả sau khi phân tách BTX bằng quá trình chưng cất. Dung môi giàu chứa benzen sau quá trình chiết lỏng - lỏng được đưa trở lại đĩa lý thuyết thứ ba

trong phần trên của cột chưng cất chiết. Vị trí mà dung môi nghèo đi vào cột là đĩa lý thuyết thứ nhất; vị trí mà nguyên liệu thô đi vào cột là đĩa lý thuyết thứ mười ba. Nhiệt độ cho quá trình rửa với nước của chất lỏng tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột tách chiết là 40°C.

Ví dụ 2

Phân đoạn C₆-C₈ của benzen thô được sử dụng làm nguyên liệu thô. Thành phần được liệt kê trong bảng 1. BTX được thu hồi bởi quá trình chưng cất chiết theo phương pháp của ví dụ 1, ngoại trừ hàm lượng benzen trong sản phẩm tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột trong quá trình chưng cất chiết được kiểm soát ở mức 23,8% khối lượng. Dung môi giàu chứa benzen sau quá trình chiết lỏng - lỏng được đưa trở lại đĩa lý thuyết thứ năm trong phần trên của cột chưng cất chiết. Các điều kiện vận hành chính và hàm lượng nước trong dung môi nghèo được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện kết quả của quá trình chưng cất chiết và sự phân tách BTX bằng quá trình chưng cất.

Ví dụ 3

BTX được thu hồi bởi quá trình chưng cất chiết theo phương pháp của Ví dụ 1, ngoại trừ đỉnh cột chưng cất chiết có phần hồi lưu sản phẩm tinh lọc. Dòng sản phẩm tinh lọc chảy ngược về đĩa lý thuyết thứ nhất ở phần trên của cột với tỷ lệ hồi lưu (tỷ lệ khối lượng nguyên liệu được hồi lưu so với nguyên liệu được đưa ra khỏi đỉnh cột) là 0,20. Các điều kiện vận hành chính được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện kết quả của quá trình chưng cất chiết và sự phân tách bằng quá trình chưng cất.

Ví dụ so sánh 1

BTX được thu hồi bởi quá trình chưng cất chiết nguyên liệu thô theo ví dụ 1 theo phương pháp chưng cất kiểu chiết thông thường. Thiết bị không có cột tách chiết và cột rửa với nước. Các bước còn lại của quy trình giống như được minh họa trên Fig.1, ngoại trừ sau khi phân tách dầu - nước, phần dòng xả ở đỉnh cột của cột chưng cất chiết được đưa tới đĩa lý thuyết thứ nhất nằm ở phần trên của cột dưới dạng chất hồi lưu. Phần còn lại được đưa ra khỏi hệ thống dưới dạng dầu tinh lọc. Các điều kiện vận hành chính được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện kết quả của quá trình chưng cất chiết và sự phân tách BTX bằng quá trình chưng cất.

Ví dụ so sánh 2

BTX được thu hồi bằng quá trình chưng cất chiết theo phương pháp của ví dụ 1, ngoại trừ dung môi giàu có chứa benzen sau khi tách chiết được đưa quay lại đĩa lý thuyết thứ 27 nằm ở phần dưới của cột chưng cất chiết. Các điều kiện vận hành chính được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện kết quả của quá trình chưng cất chiết và sự phân tách bằng quá trình chưng cất.

Ví dụ so sánh 3

Nguyên liệu thô và dung môi của ví dụ 1 được sử dụng. Theo phương pháp trong sáng chế Trung Quốc CN103232317A, pha khí đỉnh cột của cột chưng cất chiết và pha khí được đưa ra ở đường dẫn bên của đĩa lý thuyết thứ ba được trộn lẫn với sau và sau đó được ngưng tụ, và được đưa tới cột tách chiết để thu hồi benzen nhờ quá trình tách chiết pha lỏng. Hơn nữa, dung môi giàu có chứa benzen ở đáy của cột tách chiết được đưa trở lại đỉnh cột chưng cất chiết. Các điều kiện vận hành chính được liệt kê trong bảng 2. Bảng 3 thể hiện kết quả của quá trình chưng cất chiết và sự phân tách bằng quá trình chưng cất.

Có thể thấy từ dữ liệu trong bảng 3, trong hỗn hợp hydrocacbon thơm thu được bằng phương pháp theo sáng chế, hàm lượng xycloankan C_8 thấp, ở mức 0,019-0,054% khối lượng, hàm lượng xycloankan C_8 và C_9^+ chiếm không lớn hơn 0,16% khối lượng; hàm lượng benzen trong chất lỏng tinh lọc thấp, chiếm khoảng 0,1% khối lượng; lượng hydrocacbon thơm thấp, nhỏ hơn hoặc bằng 0,3%. Điều này cho thấy có thể thu hồi tương đối hoàn toàn benzen cũng như toluen và xylen. Sau chưng cất, độ tinh khiết của các sản phẩm B, T, X lần lượt tương ứng là 99,99%, 99,90-99,93% và 99,0% khối lượng. Tất cả các điều trên đáp ứng hoặc vượt trội so với các yêu cầu về thông số kỹ thuật đối với sản phẩm tốt nhất trên thị trường. Độ tinh khiết được cải thiện đáng kể so với độ tinh khiết của BTX được phân tách trong các ví dụ so sánh 1-3.

Bảng 1

Thành phần	Phân đoạn C ₆ -C ₈ của xăng nhiệt phân được hydro hóa	Phân đoạn C ₆ -C ₈ của benzen thô
ankan, % khối lượng		
C ₅	0,00	0,19
C ₆	1,19	0,11
C ₇	1,47	0,11
C ₈ ⁺	0,48	0,21
xycloankan, % khối lượng		
C ₅	0,30	0,87
C ₆	5,00	0,62
C ₇	1,54	0,16
C ₈	0,80	0,15
C ₉ ⁺	0,10	0,02
hydrocacbon thơm, % khối lượng		
C ₆	51,67	75,65
C ₇	26,21	16,36
C ₈	11,24	5,55
C ₉ ⁺	0,000	0,00

Bảng 2

Mục	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
Cột chưng cất chiết						
Số đĩa lý thuyết	30	30	35	35	30	30
số thứ tự của đĩa lý thuyết mà nguyên liệu thô được đưa vào*	13	13	18	18	13	13
tỷ lệ dung môi (so với nguyên liệu thô, theo thể tích)	3,8	4,6	3,8	3,9	3,8	3,8
tỷ lệ dòng hồi lưu (so với nguyên liệu được đưa ra từ đỉnh cột, trọng lượng)	-	-	0,2	0,3	0,25	-
Áp suất ở phần cất đỉnh tháp, MPa	0,16	0,20	0,16	0,16	0,16	0,16

Mục	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
nhiệt độ của dung môi đưa vào cột, °C	110	102	110	110	110	110
số thứ tự của đĩa lý thuyết mà dung môi được đưa vào	1	1	6	6	1	1
tỷ lệ khối lượng của sản phẩm tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột so với nguyên liệu thô được đưa vào cột, %	16,1	5,2	16,9	16,0	16,6	16,1
hàm lượng benzen trong sản phẩm tinh lọc được đưa ra ở đỉnh cột, % khối lượng)	15,0	23,8	13,0	5,8	12,0	15,0
số thứ tự của đĩa lý thuyết mà dung môi giàu có chứa benzen quay vào	3	5	8	-	27	1
nhiệt độ phân cất đỉnh cột, °C	124	126	123	102	123	124
nhiệt độ của phần đáy cột, °C	170	169	170	171	170	170
Cột tách chiết						
Số đĩa lý thuyết	8	8	8	-	8	8
tỷ lệ dung môi (so với nguyên liệu thô, theo thể tích)	1,3	1,4	1,3	-	1,3	1,3
nhiệt độ của dung môi đưa vào cột, °C	65	65	65	-	65	65
Cột thu hồi dung môi						
Số đĩa lý thuyết	12	12	12	12	12	12
Áp suất ở phần cất đỉnh tháp, MPa	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
tỷ lệ dòng hồi lưu (so với nguyên liệu được đưa ra từ đỉnh cột, trọng lượng)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
nhiệt độ phân cất đỉnh cột, °C	72	66	72	73	72	72
nhiệt độ của phần đáy cột, °C	173	171	173	173	173	173
hàm lượng nước trong dung môi nghèo, % khối lượng	0,6	0,7	0,6	0,6	0,6	0,6

Bảng 3

Mục	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
hàm lượng xycloankan C ₈ trong hỗn hợp hydrocacbon thơm, % khối lượng	0,035	0,019	0,054	0,290	0,122	0,117
hàm lượng xycloankan C ₉ ⁺ trong hỗn hợp hydrocacbon thơm, % khối lượng	0,093	0,021	0,101	0,112	0,106	0,099
hàm lượng benzen trong chất lỏng tinh lọc, % khối lượng	0,087	0,120	0,087	5,80	0,082	0,087
hàm lượng hydrocacbon thơm trong chất lỏng tinh lọc, % khối lượng	0,237	0,280	0,200	6,28	0,210	0,240
độ tinh khiết của benzen sau khi chưng cất, % khối lượng	99,99	99,99	99,99	99,97	99,99	99,99
độ tinh khiết của toluen sau khi chưng cất, % khối lượng	99,93	99,96	99,90	99,70	99,78	99,81
độ tinh khiết của xylen sau khi chưng cất, % khối lượng	99,04	99,61	99,00	97,65	98,57	98,71
Tải nhiệt trong quá trình chưng cất chiết 10 ⁹ J/tấn nguyên liệu	1,150	1,180	1,156	1,151	1,160	1,150

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp phân tách hydrocacbon thơm bằng cách chưng cất chiết, bao gồm các bước sau:

(1) đưa hỗn hợp hydrocacbon có chứa hydrocacbon thơm vào phần giữa của cột chưng cất chiết (8); đưa dung môi chiết vào phần phía trên của cột chưng cất kiểu chiết; sau khi chưng cất chiết, sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được dẫn ra từ đỉnh cột, trong đó hàm lượng benzen chiếm 3-40% khối lượng, và dung môi giàu hydrocacbon được thu ở phần đáy cột,

(2) sản phẩm tinh lọc đi ra từ đỉnh cột chưng cất chiết được đưa tới phần phía dưới của cột tách chiết (10); dung môi chiết được đưa vào phần phía trên của cột tách chiết; sau khi tách chiết lỏng - lỏng, chất lỏng tinh lọc không chứa hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột tách chiết; dung môi giàu chứa benzen được đưa ra từ đáy cột và đi vào phần giữa phía trên của cột chưng cất chiết, phần này nằm giữa dung môi chiết và nguyên liệu thô được đưa vào, trong đó dung môi giàu chứa benzen được đưa vào đĩa lý thuyết thứ 2-9 sau vị trí dung môi chiết được đưa vào cột chưng cất chiết,

(3) dung môi giàu thu được từ đáy cột chưng cất chiết được đưa tới vùng giữa của cột thu hồi dung môi (17); sau khi chưng cất trong chân không, các hydrocacbon thơm được đưa ra khỏi đỉnh cột thu hồi dung môi và dung môi nghèo được đưa ra khỏi đáy của cột thu hồi dung môi.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ khối của lượng sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được đưa ra từ đỉnh cột chưng cất chiết so với nguyên liệu thô được đưa vào cột là 5-45%, và hàm lượng benzen trong sản phẩm tinh lọc có chứa benzen chiếm 10-30% khối lượng.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung môi chiết được chọn từ nhóm bao gồm sulfolan, trietylen glycol, tetraetylen glycol, pentaetylen glycol hoặc trietylen glycol monometyl etc.

4. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 3, trong đó dung môi chiết có chứa 0,1-1,0% khối lượng nước.

5. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 3, trong đó dung môi chiết có chứa 0,4-0,8 % khối lượng nước.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước (1), sản phẩm tinh lọc chứa benzen được đưa ra từ đỉnh cột chưng cất chiết được ngưng tụ và sau đó được đưa vào phân tách dầu - nước; sau đó sản phẩm tinh lọc có chứa benzen được khử nước được đưa tới đáy của cột tách chiết (10).

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước (1), phần trên của cột chưng cất chiết không có phần hồi lưu sản phẩm tinh lọc.

8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất lỏng tinh lọc được đưa ra từ đỉnh cột tách chiết trong bước (2) được rửa với nước.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung môi nghèo thu được trong bước (3) được đưa trở lại tương ứng tới phần trên của cột chưng cất chiết và cột tách chiết để tái sử dụng.

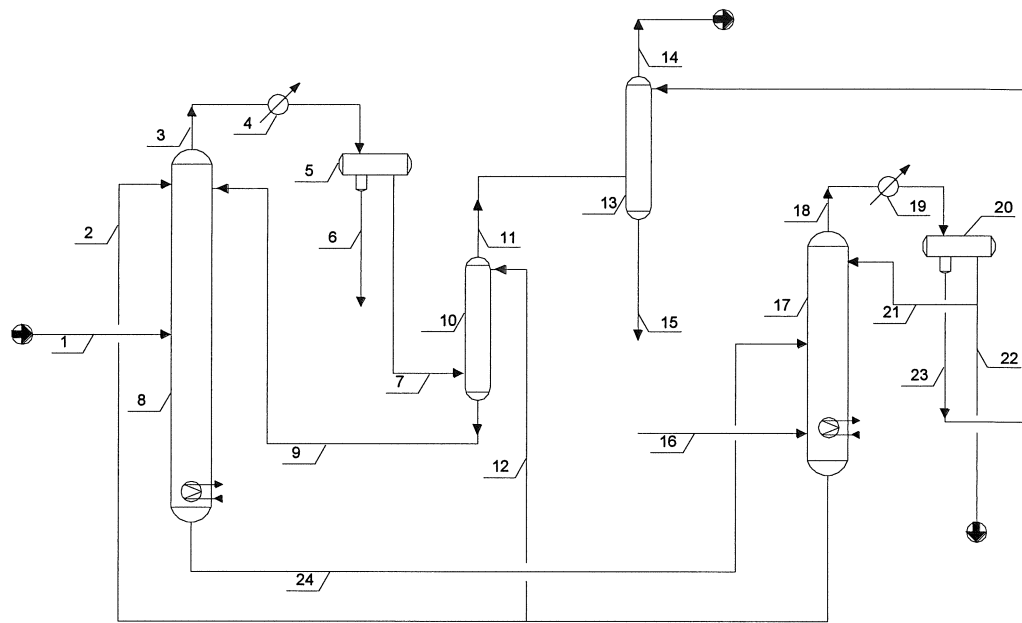
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó số đĩa lý thuyết của cột chưng cất chiết trong bước (1) là 25-60; nhiệt độ ở đáy cột là 140-185°C; áp suất đỉnh cột là 0,1-0,4 MPa.

11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó nhiệt độ của dung môi chiết đi vào cột chưng cất chiết được kiểm soát ở mức 80-130°C, và tỷ lệ thể tích giữa dung môi chiết đi vào cột chưng cất chiết so với nguyên liệu thô dùng trong quá trình chưng cất chiết là 2,0-5,5.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó số đĩa lý thuyết của cột tách chiết trong bước (2) là 3-30; nhiệt độ của dung môi chiết đi vào cột là 40-90°C; tỷ lệ thể tích giữa dung môi chiết so với nguyên liệu thô được chiết là 1-3.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó số đĩa lý thuyết của cột thu hồi dung môi trong bước (3) là 8-28; áp suất đỉnh cột là 0,02-0,1 MPa; tỷ lệ hồi lưu đỉnh cột là 0,3-1,0; nhiệt độ đỉnh cột là 50-80°C, và nhiệt độ đáy cột là 150-185°C.

14. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hàm lượng hydrocacbon thơm trong hỗn hợp hydrocacbon chiếm 60-98% khối lượng.

**Fig.1**