



(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) 
1-0022787

(51)⁷ C01B 31/36

(13) B

(21)	1-2014-00041	(22)	03.07.2012
(86)	PCT/FR2012/051548	03.07.2012	(87) WO2013/004967A1
(30)	1156096	06.07.2011	FR
(45)	27.01.2020	382	(43) 25.04.2014 313
(73)	SOCIETE EUROPEENNE DES PRODUITS REFRACTAIRES (FR) 18 avenue d'Alsace, F-92400 Courbevoie, France		
(72)	ALEONARD, Bruno (FR), DI PIERRO, Simonpietro (FR), SCHWARTZ, Matthieu (FR)		
(74)	Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)		

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT SILIC CACBUA

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất SiC trong đó sự phát khí thải gây ô nhiễm được giảm đến mức tối thiểu, bằng phản ứng khử silic oxit bởi một lượng dư cacbon, quy trình này bao gồm bước gia nhiệt bằng điện cho điện trở đặt ở tâm của hỗn hợp các vật liệu thô chỉ bao gồm nguồn có thành phần chính là cacbon được chọn từ than cốc dầu mỡ và nguồn silic, đặc biệt là silic oxit có độ tinh khiết cao hơn 95% SiO₂, để tăng nhiệt, ở nhiệt độ cao hơn 1500°C, theo phản ứng được đơn giản hóa: SiO₂ + 3C = SiC + 2CO (1), quy trình này, khác biệt ở chỗ, đầu tiên, nguồn cacbon được trải qua quá trình xử lý để loại bỏ hydro chứa trong đó, sao cho hàm lượng hydro nguyên tố (elemental hydrogen content - EHWC) là ít hơn 2% khối lượng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình để sản xuất silic cacbua.

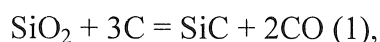
Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Silic cacbua là vật liệu vô cùng hiếm ở trạng thái tự nhiên do cần phải có các điều kiện đặc biệt để tổng hợp nên hợp chất này (nhiệt độ rất cao, áp suất rất thấp). Tuy nhiên, vật liệu này có rất nhiều ưu điểm, chủ yếu là do có độ cứng rất cao và các đặc tính chịu nhiệt của vật liệu này. Đặc biệt, silic cacbua được sử dụng làm vật liệu mài hoặc trong xây dựng các lò nung, ngoài ra gần đây nó còn được sử dụng làm chất bán dẫn dải rộng. Theo một ứng dụng gần đây khác, nó còn được sử dụng làm vật liệu xốp để sản xuất hạt lọc. Tất cả các ứng dụng này chứng tỏ rằng hiện nay nhu cầu sử dụng loại vật liệu này là rất lớn và ngày càng gia tăng.

Như đã biết, có thể tổng hợp silic cacbua bằng hoạt động ở nhiệt độ cao của silic trên tiền chất chứa thành phần chính là cacbon hoặc bằng cách khử tiền chất silic bằng tiền chất chứa thành phần chính là cacbon.

Cụ thể hơn, theo cách thứ hai, về cơ bản, silic cacbua được tạo ra từ nguồn chứa thành phần chính là cacbon và nguồn silic oxit.

Quy trình sản xuất phổ biến nhất là quy trình Acheson, quy trình này bao gồm bước gia nhiệt bằng điện cho điện trở đặt ở tâm của hỗn hợp gồm hai vật liệu thô để tăng nhiệt theo phản ứng được đơn giản hóa:



ở nhiệt độ cao hơn 1500°C, và thậm chí là cao hơn 2000°C ở vị trí tâm của vùng phản ứng.

Như đã biết, một lượng lớn khí được thải ra, thường là đi vào trong không khí ngoài trời, dù việc này là trong giai đoạn khi lò được gia nhiệt, trong giai đoạn tổng hợp silic cacbon hoặc trong giai đoạn làm mát.

Nguồn silic oxit thường là cát có độ tinh khiết cao hơn 95% SiO₂ (tốt hơn là cao hơn 99% SiO₂). Nguồn cacbon thường là và tốt hơn là than cốc dầu mỏ (phần cặn còn lại của quá trình chưng cất dầu). Than cốc dầu mỏ này có hàm lượng tro khoáng thấp (thường ít hơn 1%, được đo theo tiêu chuẩn ISO 1171). Nó còn chứa lưu huỳnh (thường nằm trong khoảng từ 0,2% đến 5% theo tiêu chuẩn ISO 19579) và các chất bay hơi (thường chiếm khoảng 10%, theo tiêu chuẩn ISO 562).

Trong bản mô tả này, trừ khi có quy định khác, tất cả các tỷ lệ phần trăm được đưa ra theo khối lượng, tính theo chất khô.

Trong than cốc dầu mỏ này, hàm lượng hydro nguyên tố, còn được gọi là EHWC trong bản mô tả, thường là vào khoảng 4%. Giá trị EHWC theo sáng chế được đo theo tiêu chuẩn ISO TS 12902.

Việc sử dụng than cốc này trong quá trình sản xuất SiC có thể dẫn đến tác động không mong muốn về mặt sức khỏe, an toàn hoặc môi trường (health, safety or environment-HSE), do sản sinh ra các loại khí độc như H₂, CH₄, H₂S, SO₂, mercaptan, hợp chất aminô và hợp chất hữu cơ thơm.

Các thành phần ngưng tụ được của hợp chất loại nhựa đường hoặc PAH (hydrocacbon thơm đa vòng- polycyclic aromatic hydrocarbon), cũng là các thành phần không mong muốn xét trên phương diện sức khỏe, an toàn và môi trường (HSE), cũng có thể được thải ra với lượng lớn, phụ thuộc vào nguồn cacbon. Cần lưu ý rằng nguồn cacbon tinh khiết (>99% C) đắt hơn rất nhiều và không thích hợp với việc sản xuất hàng loạt.

Để giải quyết vấn đề thải ra các khí trong quy trình Acheson, patent Mỹ số 3,976,829 mô tả quy trình sản xuất SiC bao gồm các phương tiện thu hồi khí này. Cụ thể hơn, patent này đề xuất kết hợp thêm các phương tiện che phủ bổ sung trên đỉnh của hỗn hợp phản ứng được đặt xung quanh điện trở của lò Acheson được kết hợp với các phương tiện thu hồi sản phẩm khí thải ra trong quá trình tổng hợp SiC. Sau đó, các khí thu được này được xử lý và/hoặc đốt cháy, nhằm ngăn chặn sự phát thải các khí khử gây hại. Tuy nhiên, công nghệ này đòi hỏi thao tác cẩn thận và kiểm soát quy trình rất kỹ lưỡng. Cụ thể, các khí từ quy trình này là các khí độc và/hoặc dễ

nổ, thông thường với hỗn hợp khí chứa khoảng 50% thể tích CO và 30% thể tích H₂. Hỗn hợp này đòi hỏi và yêu cầu việc kiểm soát các khí bên dưới lớp che phủ rất cẩn thận và nghiêm ngặt. Việc kiểm soát này được thực hiện thậm chí còn nghiêm ngặt hơn do quy trình Acheson này, như đã biết, dễ bị nổ khí do áp suất quá tải cục bộ. Trong hiện tượng này, nắp được đặt trên đỉnh lò có thể nhanh chóng mất tác dụng và bị phá hủy, ở mức độ cao nhất, tạo ra vụ nổ lớn do sự tích trữ một lượng khí phát nổ không có khả năng kiểm soát bên trên lò. Ngoài ra, việc phát thải một lượng lớn các thành phần ngưng tụ được (PAH) trong quy trình Acheson dẫn đến sự tắc nghẽn nhanh chóng đường ống dẫn và các phương tiện khác được sử dụng để thu hồi và thải khí, điều này làm cho việc kiểm soát hệ thống lắp đặt tốn kém và phức tạp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là, theo khía cạnh thứ nhất, đề xuất quy trình thay thế để sản xuất SiC từ than cốc chứa hợp chất chứa hydro (tức là hợp chất có tỷ lệ phần trăm khối lượng của hydro được chứa trong đó ít nhất là 2%, hoặc thậm chí ít nhất là 3% lúc ban đầu), đặc biệt là than cốc dầu mỡ, than cốc từ than đá hoặc than cốc thu được từ sinh khối, quy trình này có thể hạn chế sự thải ra các thành phần gây hại trong giai đoạn tăng nhiệt độ trong lò đốt, giai đoạn tổng hợp SiC và giai đoạn làm mát lò đốt.

Không nằm ngoài phạm vi của sáng chế, các nguồn cacbon khác như than cốc thu được từ sinh khối hoặc từ than đá cũng có thể được sử dụng.

Cụ thể hơn bằng cách ứng dụng quy trình theo sáng chế, có thể thu được nhiều lợi thế trong quá trình sản xuất SiC:

- giảm phát thải khí (ngoại trừ CO, là bản chất của phản ứng (1)) và các thành phần ngưng tụ được (PAH) và giảm các tác động không mong muốn của các khí này (nguy cơ gây độc, mùi, áp suất quá tải), đặc biệt là trong trường hợp phát thải ra không khí ngoài trời,

- cụ thể là, giảm sự phát thải khí chứa lưu huỳnh đối với phân đoạn liên kết yếu chứa lưu huỳnh, và giảm sự phát thải hợp chất aminô,

- loại bỏ các hạt mịn (bay ra) bằng cách thiêu kết các hạt chứa thành phần chính là cacbon.

Theo một khía cạnh khác, trong điều kiện thực hiện đặc biệt, quy trình mà là đối tượng của sáng chế còn cho phép giảm tiêu thụ năng lượng của toàn phản ứng để tạo thành SiC, cụ thể là giảm sự tiêu thụ năng lượng điện của lò, so với quy trình kiểu Acheson được thực hiện trong các điều kiện thông thường.

Mô tả chi tiết sáng chế

Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất SiC, trong đó việc phát thải khí gây ô nhiễm được hạn chế đến mức thấp nhất, quy trình này bao gồm bước khử silic oxit bằng cacbon, quy trình này bao gồm bước gia nhiệt bằng điện cho điện trở đặt ở tâm của hỗn hợp vật liệu thô bao gồm a) nguồn chứa thành phần chính là cacbon được chọn từ than cốc, đặc biệt là than cốc dầu mỡ, b) và nguồn silic, đặc biệt là silic oxit có độ tinh khiết cao hơn 95% SiO₂, để tăng nhiệt, ở nhiệt độ cao hơn 1500°C, theo phản ứng được đơn giản hóa:



Quy trình này khác biệt ở chỗ đầu tiên nguồn chứa thành phần chính là cacbon được trải qua quá trình xử lý để loại bỏ hydro chứa trong đó, sao cho hàm lượng hydro nguyên tố (elemental hydrogen content - EHWC) ít hơn 2% khối lượng.

Cụ thể, quy trình theo sáng chế bao gồm các bước sau:

- trộn các vật liệu thô gồm nguồn chứa thành phần chính là cacbon được chọn từ than cốc, có hàm lượng hydro nguyên tố lớn hơn 2%, hoặc thậm chí lớn hơn 3% khối lượng và silic oxit có độ tinh khiết lớn hơn 95% SiO₂,

- trước khi trộn với silic oxit, nguồn chứa thành phần chính là cacbon được trải qua quá trình xử lý để loại bỏ hydro được chứa, sao cho hàm lượng hydro nguyên tố (elemental hydrogen content - EHWC) ít hơn 2% khối lượng,

- gia nhiệt bằng điện hỗn hợp các vật liệu thô này nhờ điện trở đặt ở tâm của hỗn hợp này, đến nhiệt độ lớn hơn 1500°C, để tăng nhiệt cho phản ứng khử silic oxit bằng cacbon, ở nhiệt độ cao hơn 1500°C, theo phản ứng được đơn giản hóa:



Cụ thể, cụm từ "giảm đến mức tối thiểu sự phát thải các chất gây ô nhiễm" trong phạm vi của sáng chế được hiểu có nghĩa là:

- hàm lượng thể tích H_2 trong khí được thải ra bởi lò (trung bình trong giai đoạn tạo thành SiC, trước khi có sự pha loãng bất kỳ, đặc biệt là pha loãng do không khí và trước giai đoạn xử lý tiếp theo) là ít hơn 10% thể tích, tốt hơn là ít hơn 5% hoặc thậm chí là ít hơn 1%,

- hàm lượng thể tích CH_4 trong khí được thải ra bởi lò (trung bình trong giai đoạn tạo thành SiC, trước khi có sự pha loãng bất kỳ, đặc biệt là pha loãng do không khí và trước giai đoạn xử lý tiếp theo) là ít hơn 1% thể tích, tốt hơn là ít hơn 0,5% hoặc thậm chí là ít hơn 0,1%,

- hàm lượng thể tích H_2S trong khí được thải ra bởi lò (trung bình trong giai đoạn tạo thành SiC, trước khi có sự pha loãng bất kỳ, đặc biệt là pha loãng do không khí và trước giai đoạn xử lý tiếp theo) là ít hơn 1000ppm thể tích, tốt hơn là ít hơn 500ppm thể tích,

- hàm lượng thể tích SO_2 trong khí được thải ra bởi lò (trung bình trong giai đoạn tạo thành SiC, trước khi có sự pha loãng bất kỳ, đặc biệt là pha loãng do không khí và trước giai đoạn xử lý tiếp theo) là ít hơn 500ppm thể tích, tốt hơn là ít hơn 200ppm thể tích,

- hàm lượng thể tích COS trong khí được thải ra bởi lò (trung bình trong giai đoạn tạo thành SiC, trước khi có sự pha loãng bất kỳ, đặc biệt là pha loãng do không khí và trước giai đoạn xử lý tiếp theo) là ít hơn 1000ppm thể tích, tốt hơn là ít hơn 500ppm thể tích, thậm chí là 100ppm thể tích,

- hàm lượng PAH là ít hơn 500ng trên mỗi m³ khí được thải ra bởi lò, hoặc ít hơn 100ng trên mỗi m³ hoặc thậm chí ít hơn 50ng trên mỗi m³.

Tốt hơn là, than cốc, sau khi loại bỏ hydro, có hàm lượng ít hơn 10ng/mg, hoặc thậm chí ít hơn 1ng/mg hoặc còn ít hơn 0,5ng/mg cho mỗi trong số các hợp chất PAH sau đây: naphtalen, axenaphten, floren, phenantraxen, crysen, antraxen, pyren, benz[*a*]antraxen, benzo[*a*]pyren, dibenzo[*a,h*]-antraxen, benzo[*ghi*]perylene, benzo[*k*]floranten, floranten, benzo[*b*]floraten và In[1,2,3-*cd*]P).

Công ty chủ đơn sáng chế đã phát hiện ra rằng toàn bộ đầu vào năng lượng cần thiết cho quá trình sản xuất SiC, bao gồm bước xử lý sơ bộ than cốc, có thể được giảm đáng kể so với quy trình Acheson thông thường, trong đó than cốc đầu mỏ được cho tiếp xúc trực tiếp với silic oxit. Cụ thể, sự cân bằng năng lượng được thực hiện cho thấy rằng hiệu suất năng lượng của lò Acheson trong quy trình theo sáng chế được cải thiện đáng kể ngoài mong đợi.

Cụ thể, việc thiết lập không khí oxy hóa nhẹ trong lò xử lý sơ bộ, tức là không khí mà trong đó hàm lượng oxy được kiểm soát, còn làm giảm tổng đầu vào năng lượng do sự đốt cháy (tỏa nhiệt) các chất bay hơi trong lò.

Cụ thể là, toàn bộ sự tiêu thụ năng lượng cần thiết cho quá trình sản xuất SiC có thể được giảm đáng kể một cách có lợi nếu bước xử lý sơ bộ than cốc được thực hiện bằng cách đốt cháy. Phương án này cải thiện sự cân bằng của các phát thải khí nhà kính trong trường hợp điện có nguồn gốc hóa thạch.

Cuối cùng, các phát thải khí nhà kính cũng được giảm rất nhiều do sự chuyển hóa của các khí nhà kính mạnh được phát thải trong quy trình thông thường (như metan) thành CO₂ trong quá trình đốt cháy xử lý sơ bộ.

Tốt hơn là, hàm lượng hydro nguyên tố còn lại trong than cốc đầu mỏ là ít hơn 1% và rất tốt hơn nữa là ít hơn 0,5%, hoặc thậm chí là ít hơn 0,1%.

Cụ thể, các cân bằng năng lượng tốt nhất của toàn bộ quy trình sản xuất SiC được phát hiện thấy khi EHCW của than cốc đã qua xử lý nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,1%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,05%. Cụ thể, sự tiêu hao năng

lượng bổ sung cần thiết để thu được EHWC ít hơn 0,01 dẫn đến toàn bộ sự cân bằng năng lượng mà sau đó bị phá hủy, do năng lượng tiêu hao ở bước loại bỏ hydro sơ bộ trong than cốc dầu mỏ, nhưng lại không có sự thải ra các chất gây ô nhiễm được giảm đi đáng kể do bước xử lý sơ bộ này.

Theo sáng chế, việc xử lý để loại bỏ hydro ra khỏi nguồn cacbon được thực hiện trước khi nó được trộn với nguồn silic. Do đó, các nghiên cứu được thực hiện bởi công ty chủ đơn sáng chế đã chỉ ra rằng, trái ngược với tất cả sự mong đợi, cân bằng năng lượng được cải thiện trên toàn diện.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, quá trình xử lý loại bỏ hydro được chọn lọc và các điều kiện của quá trình này được cố định sao cho ít hơn 5% khối lượng, tốt hơn là ít hơn 1% khối lượng cacbon cố định trong than cốc (tính trên sản phẩm khô) được loại bỏ đồng thời (NF M 03-006).

Đặc biệt và cho mục đích này, tốt hơn nếu việc xử lý được thực hiện trong không khí không có tính oxy hóa. Cụ thể:

- Theo phương án khả thi thứ nhất, quá trình xử lý loại bỏ hydro, ví dụ có thể là quá trình xử lý than cốc bằng nhiệt có kiểm soát trong lò điện, trong môi trường khí trơ, ví dụ khí argon hoặc nitơ.

- Theo một phương án được ưu tiên khác, quá trình xử lý loại bỏ hydro là quá trình xử lý nhiệt trong lò nung khô, đặc biệt là lò nung khô quay, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000°C đến 1350°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1350°C. Trong quá trình xử lý này, áp suất riêng phần của oxy trong môi trường nung khô có lợi là ít hơn 5% của tổng áp suất của các khí; tốt hơn là ít hơn 1% của tổng áp suất của các khí. Theo phương án có thể thực hiện được của phương án này mà có thể giảm thiểu năng lượng sử dụng trong quá trình xử lý loại bỏ, các khí thu được từ bước loại bỏ hydro được sử dụng ít nhất một phần làm nhiên liệu cho lò nung khô này, như đã mô tả trên đây.

Theo một khía cạnh thực hiện khác của sáng chế, có lợi nếu kích thước của điện trở của lò để tổng hợp SiC, đặc biệt là tiết diện và/hoặc chiều dài của nó, được tạo cấu

hình để là hàm số của điện trở suất của nguồn chứa thành phần chính là cacbon đã loại bỏ hydro, để tối ưu hóa hiệu suất của nó.

Theo một phương án có lợi của sáng chế, trên đỉnh của hỗn hợp phản ứng được đặt xung quanh điện trở của lò Acheson, phương tiện che phủ bổ sung được đặt ở đúng chỗ, như, ví dụ, các phương tiện được mô tả trong patent Mỹ số 3,976,829, các phương tiện che phủ này được nối với phương tiện thu gom (và xả) các sản phẩm khí thải ra trong quá trình tổng hợp SiC. Trong trường hợp này, việc xử lý các khí gây ô nhiễm được thu gom như vậy sẽ trở nên dễ dàng hơn. Cụ thể, phương pháp này giúp giải quyết các vấn đề được bộc lộ trên đây liên quan đến hệ thống được đề xuất trong patent Mỹ số 3,976,829: bước khử hydro sơ bộ theo sáng chế dẫn đến việc khử cực kỳ mạnh các hợp chất hydro hóa, hợp chất hữu cơ, hợp chất chứa lưu huỳnh hoặc hợp chất ngưng tụ được loại PAH ở dạng khí tạo thành từ phản ứng, như được mô tả trong các ví dụ sau đây. Sự khử như vậy giúp làm giảm một cách hiệu quả nguy cơ liên quan đến khí hydro, và còn giảm các vấn đề tắc nghẽn/ăn mòn công cụ thu hồi và thu gom.

Cuối cùng, việc xử lý lại khí, mà không chứa quá nhiều lưu huỳnh và gần như chỉ chứa duy nhất cacbon monoxit, tất nhiên sẽ thuận tiện hơn rất nhiều so với việc xử lý khí thu được theo cách thông thường từ lò Acheson, trong đó các khí có bản chất và đặc tính rất khác nhau có thể được trộn lẫn, với các lượng khác nhau (xem cụ thể ở Bảng 1 sau đây).

Sáng chế và các ưu điểm của sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn khi đọc phần mô tả chi tiết sau đây. Tất nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở những phương án minh họa, theo khía cạnh bất kỳ được mô tả.

Máy trộn nguồn chứa thành phần chính là cacbon thuộc loại loại: than cốc dầu mỏ/cát (trong đó tỷ lệ phần trăm của silic oxit SiO_2 lớn hơn 95%) được sản xuất theo các điều kiện tiêu chuẩn đối với chuyên gia trong lĩnh vực. Các ví dụ sau đây được thực hiện nhờ sử dụng than cốc dầu mỏ Braxin của công ty Petrobras thu được từ quá trình chưng cất dầu trong đó EHWC đo được ở 4%.

Than cốc dầu mỏ được nung sơ bộ trong các điều kiện nhiệt độ và trong thời gian đủ để cho phép khử hàm lượng hydro nguyên tố trong đó (EHWC). EHWC được đo trong phạm vi của sáng chế theo tiêu chuẩn ISO TS 12902.

Bước khử hàm lượng hydro này có thể, ví dụ, thu được bằng quá trình xử lý than cốc bằng nhiệt có kiểm soát trong lò điện, trong môi trường khí trơ.

Cụ thể, theo các thử nghiệm được tiến hành trong phòng thí nghiệm ở các điều kiện này, quá trình xử lý nhiệt có thể dẫn đến việc giảm EHWC theo hệ số lớn hơn 100 mà không có sự tiêu hao năng lượng đáng kể. Ví dụ, đo được chỉ số EHWC cuối vào khoảng 0,03% sau quá trình xử lý nhiệt bao gồm giữ ở nhiệt độ tối đa 1350°C trong khoảng thời gian ít hơn 30 phút và khoảng 0,06% sau quá trình xử lý nhiệt ở nhiệt độ 1200°C trong hai giờ đối với than cốc dầu mỏ được cung cấp bởi công ty Petrobras.

Theo một phương án khả thi khác, các thử nghiệm được tiến hành bởi người nộp đơn đã cho thấy rằng EHWC ít hơn 0,1%, hoặc thậm chí là ít hơn 0,05% cũng có thể thu được với các mẫu được xử lý trong lò nung khô ở nhiệt độ trong khoảng từ 1250°C đến 1350°C, đồng thời quan sát thấy mất ít cacbon cố định (từ 1% đến 5% tính theo sản phẩm khô phụ thuộc vào các điều kiện vận hành). Để thực hiện được điều này áp suất riêng phần của oxy trong môi trường nung phải càng thấp càng tốt, thường là nhỏ hơn 5% của tổng áp suất của các khí và tốt hơn là nhỏ hơn 1%, hoặc thậm chí là nhỏ hơn 0,7% của tổng áp suất của các khí.

Đặc biệt, theo sáng chế ưu tiên sử dụng lò quay nung khô để tiến hành việc nung than cốc ở quy mô công nghiệp, trong các điều kiện được đề cập trên đây.

Chu trình nung nêu trên bao gồm thời gian ổn định của than cốc khi giữ ở nhiệt độ tối đa thông thường ít hơn một giờ, cụ thể là khoảng 20 phút đến 1 giờ.

Do đó, than cốc đã loại bỏ hydro như vậy, tùy ý được tách sẵn các hạt lớn nhất (đường kính > 1cm) (ví dụ bằng cách cho đi qua máy nghiền kiểu búa), sau đó được trộn với nguồn silic như mô tả trên đây.

Toàn bộ hệ thống được đưa vào lò phản ứng SiC, ví dụ lò loại Acheson sáp nhập điện trở có chiều dài 1,6 mét nhưng được cải biến để phù hợp với hỗn hợp theo

sáng chế. Cụ thể, điện trở suất của hệ thống cũng được biến đổi theo, bằng cách điều chỉnh kích thước điện trở trung tâm (tức là giảm tiết diện ngang và chiều dài).

Cụ thể, công ty chủ đơn đã nhận thấy rằng bước loại bỏ hydro bằng bước bổ sung được mô tả trên đây, với quy trình Acheson được thực hiện theo cách thông thường, dẫn đến sự giảm đáng kể điện trở suất của nguồn chứa thành phần chính là cacbon, cụ thể là của than cốc.

Cụ thể, do điện trở suất của than cốc được nung bị giảm một cách rất đáng kể so với điện trở suất đo được từ than cốc thô, nên các thử nghiệm được tiến hành trong phạm vi sáng chế đã cho thấy rằng điện trở tương đương của toàn bộ lò có thể được hạ thấp bởi một nhân tố mà có thể lên đến hai nhân tố trong điều kiện tiến hành thử nghiệm. Do đó, hình dạng của điện trở trung tâm gia nhiệt cho hỗn hợp phản ứng (nói chung là graphit) có thể được làm thích ứng để phù hợp với các đặc tính của máy biến áp điện của lò Acheson bằng cách thay đổi, ví dụ, tiết diện ngang của máy và/hoặc tùy ý chiều dài của máy.

Than cốc đã nung có thể hấp thụ độ ẩm không khí phụ thuộc vào các điều kiện vận chuyển và lưu giữ nó giữa lò nung và lò nung Acheson. Độ ẩm này không đem lại sự thay đổi đáng kể về các tác động được đề cập trên đây hoặc về hàm lượng (được đưa ra đối với chất khô) đã được đề cập.

Theo cách khác, quy trình được thực hiện theo cách thông thường.

Sáng chế và các ưu điểm của nó sẽ được hiểu rõ hơn nhờ đọc các ví dụ sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 (so sánh):

Đầu tiên, silic cacbua được sản xuất ban đầu trong lò thí nghiệm, từ hỗn hợp gồm than cốc dầu mỏ của công ty Petrobras được mô tả ở trên và silic oxit, trong điều kiện thông thường và được biết rộng rãi của quy trình Acheson. Silic oxit có sự phân bố theo kích thước hạt sao cho 50% khối lượng hạt có kích thước nhỏ hơn 600micron. Kích thước hạt của than cốc dầu mỏ là nhỏ hơn hơn 10mm. Hỗn hợp được đặt tiếp xúc

với điện trở. Điện trở này được tạo kích thước sao cho nguồn điện được cấp là khoảng 300kW. Hỗn hợp được nâng nhiệt độ lên trên 1500°C trong vùng phản ứng, để thu được phản ứng (1) để sản xuất SiC. Xuyên suốt quá trình sản xuất SiC, tức là trong suốt thời gian mà dòng điện đi qua điện trở, khí tạo ra từ phản ứng được thu gom và phân tích song song, để xác định thành phần và hàm lượng của nó trong các chất gây ô nhiễm khác nhau. Các kết quả thu được được tổng hợp trong Bảng 1 sau đây.

Ví dụ 2 (theo sáng chế):

Quy trình thử nghiệm trong ví dụ 1 được lặp lại theo cách tương tự nhưng bước xử lý (nung) trước than cốc đầu mỏ được thực hiện trong lò quay nung khô, bao gồm bước gia nhiệt ở nhiệt độ 1350°C, sau đó giảm xuống nhiệt độ môi trường, áp suất riêng phần của oxy trong môi trường nung là ít hơn 1% của tổng áp suất của các khí, do đó EHWC gần bằng 0,03%. Sau khi nghiền than cốc đã loại bỏ hydro, hỗn hợp được đặt tiếp xúc với điện trở, tiết diện ngang của điện trở này được giảm để bù cho sự giảm điện trở suất của than cốc đã loại bỏ hydro (và do đó giảm điện trở suất của hỗn hợp), nguồn điện được cấp bởi điện trở này được duy trì ở khoảng 300kW, giống như ví dụ trên.

Theo cách giống như trên, trong quy trình sản xuất SiC, các khí tạo ra từ phản ứng được thu lại và phân tích song song, để xác định hàm lượng của chúng trong các chất gây ô nhiễm khác nhau. Các kết quả thu được cũng được tổng hợp trong Bảng 1 sau đây.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2
CO* (% thể tích)	62	95
H ₂ * (% thể tích)	30	1
CH ₄ * (% thể tích)	4	0,3
H ₂ S* (ppm thể tích)	2000	1000
SO ₂ * (ppm thể tích)	1000	500

NH ₃ * (ppm thể tích)	5000	<500
PAH** (ng/m ³)	2000	<100

* giá trị trung bình cho toàn bộ chu trình sản xuất SiC, tại điểm phát thải vào lò (trước khi pha loãng trong không khí)

** giá trị trung bình cho toàn bộ chu trình sản xuất SiC, ở độ cao 1 mét phía trên lò

Từ Bảng 1, thấy rằng lượng chất gây ô nhiễm được thải ra bị giảm mạnh khi sử dụng quy trình theo sáng chế (ví dụ 2). Do đó, quan sát thấy sự giảm đáng kể mùi hôi hữu cơ và mùi hôi chứa lưu huỳnh so với trường hợp đối chứng trong lò Acheson, trong đó than cốc được sử dụng mà không trải qua sự loại bỏ hydro trước.

Hiện tượng này thậm chí gây ngạc nhiên hơn nhiều do hàm lượng lưu huỳnh trong than cốc sau khi loại bỏ hydro được đo là gần bằng hoặc thậm chí là giống với hàm lượng trong than cốc thô (trước khi loại bỏ hydro).

Hỗn hợp các khí phát thải ra bởi lò đốt Acheson, về bản chất là có chứa CO và trong đó hàm lượng chất gây ô nhiễm, đặc biệt là các chất gây ô nhiễm chứa lưu huỳnh hoặc các chất gây ô nhiễm ngưng tụ được loại PAH được giảm đáng kể, có thể được thu gom dễ dàng mà không có nguy cơ phát nổ hoặc làm tắc nghẽn vòng thu hồi, đặc biệt là để được xử lý, đặc biệt là bằng cách đốt cháy.

Hơn nữa, các kết quả từ việc đo, sàng lọc, kích cỡ hạt của than cốc được hydro hóa và không được hydro hóa, liệt kê trong bảng 2 dưới đây, cho thấy các hạt than cốc mịn được loại bỏ phần lớn bằng quá trình xử lý nung bổ sung theo sáng chế, hoặc bằng cách đốt cháy hoặc bằng cách đưa vào lò nung (mà là điều không mong muốn và chiếm số lượng nhỏ trong thử nghiệm của tác giả sáng chế) hoặc còn bằng quá trình thiêu kết. Đặc tính phân bố theo kích thước hạt dẫn đến sự tích tụ bụi được giảm đáng kể trong vùng lân cận của lò Acheson, đặc biệt là trong quá trình lắp đặt và tháo dỡ lò.

Bảng 2

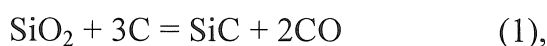
	Ví dụ 1	Ví dụ 2
d ₁₀ *	100µm	250µm

* đường kính hạt trung bình mà theo đó 10% khối lượng hạt của bột than cốc có kích thước bằng hoặc nhỏ hơn.

Cuối cùng, do chức năng của nguồn than cốc được sử dụng và giá trị hydro còn lại trong nó, sau bước loại bỏ hydro chứa trong than cốc theo sáng chế, công ty chủ đơn sáng chế đo được rằng hiệu suất năng lượng đo được của lò loại Acheson được cải biến để xử lý than cốc đã loại bỏ hydro theo sáng chế có thể cao hơn khoảng từ 10% đến 25% so với lò Acheson thông thường, như được sử dụng để xử lý than cốc không được loại bỏ hydro. Cụm từ "hiệu suất năng lượng" của lò Acheson được hiểu có nghĩa là hiệu suất được tính theo kWh tiêu hao cho việc tạo ra một kilogram SiC cuối cùng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất SiC, trong đó sự phát thải khí gây ô nhiễm được giảm đến mức tối thiểu, quy trình này bao gồm bước khử silic oxit bằng cacbon theo quy trình Acheson, bằng cách gia nhiệt bằng điện cho điện trở trong hỗn hợp vật liệu thô chỉ bao gồm nguồn có thành phần chính là cacbon được chọn từ than cốc và silic oxit có độ tinh khiết lớn hơn 95% SiO₂, để tăng nhiệt, ở nhiệt độ cao hơn 1500°C, theo phản ứng được đơn giản hóa:



trong đó đầu tiên nguồn có thành phần chính là cacbon được trải qua quá trình xử lý để loại bỏ hydro chứa trong đó, sao cho hàm lượng hydro nguyên tố (elemental hydrogen content - EHWC) của nó nằm trong khoảng từ 0,5% đến 0,01% khối lượng, trong đó quá trình xử lý loại bỏ hydro là quá trình xử lý than cốc bằng nhiệt có kiểm soát trong lò điện, trong môi trường không khí trơ hoặc là quá trình xử lý nhiệt trong lò nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000°C đến 1350°C.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó hàm lượng hydro nguyên tố còn lại trong than cốc nằm trong khoảng từ 0,1% đến 0,01%.

3. Quy trình theo điểm 2, trong đó hàm lượng hydro nguyên tố còn lại trong than cốc nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,01%.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó quá trình xử lý loại bỏ hydro được thực hiện trong môi trường không khí sao cho ít hơn 5% khối lượng cacbon cố định trên sản phẩm khô bị loại bỏ trong quá trình xử lý loại bỏ hydro.

5. Quy trình theo điểm 4, trong đó ít hơn 1% khối lượng của cacbon cố định trên sản phẩm khô được loại bỏ trong quá trình xử lý loại bỏ hydro.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó quá trình xử lý loại bỏ hydro là quá trình xử lý nhiệt trong lò nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1350°C.

7. Quy trình theo điểm 1, trong đó áp suất riêng phần của oxy trong môi trường nung là nhỏ hơn 5% của tổng áp suất của các khí.
8. Quy trình theo điểm 7, trong đó áp suất riêng phần của oxy trong môi trường nung là nhỏ hơn 1% của tổng áp suất của các khí.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó khí thu được từ bước loại bỏ hydro được sử dụng ít nhất một phần làm nhiên liệu cho lò nung này.
10. Quy trình theo điểm 1, trong đó trên đỉnh của hỗn hợp phản ứng được đặt xung quanh điện trở của lò Acheson, các phương tiện che phủ bổ sung được đặt ở đúng chỗ, được nối với các phương tiện để thu gom các sản phẩm khí thải ra trong quá trình tổng hợp SiC.
11. Quy trình theo điểm 10, trong đó khí thu gom được được xử lý bằng cách đốt cháy hết.
12. Quy trình theo điểm 1, trong đó nguồn có thành phần chính là cacbon là than cốc dầu mỏ.