



(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) 
1-0023147

(51)⁷ **C10G 11/18, B01J 8/24, 29/00, G01N**
31/10

(13) **B**

(21) 1-2016-03853

(22) 16.03.2015

(86) PCT/JP2015/057693 16.03.2015

(87) WO2015/141624A1 24.09.2015

(30) 2014-053618 17.03.2014 JP

(45) 25.02.2020 383

(43) 26.12.2016 345

(73) JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD. (JP)

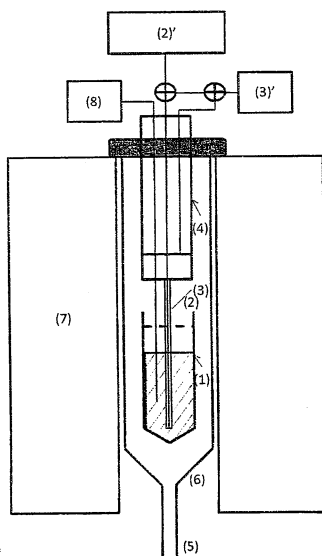
580, Horikawa-cho, Saiwai-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 212-0013, Japan

(72) SAKAI, Shingo (JP), TESHIMA, Katsuhide (JP), SAKODA, Hisao (JP)

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **THIẾT BỊ ĐỂ THỬ NGHIỆM CHẤT XÚC TÁC DÙNG CHO QUÁ TRÌNH CRACKING CÓ XÚC TÁC TẦNG SÔI**

(57) Sáng chế đề cập đến thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để cracking xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon, nhờ đó thu được các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả thu được bởi thiết bị sản xuất thử để cracking xúc tác tầng sôi hoặc thiết bị cracking xúc tác tầng sôi để sử dụng công nghiệp (thiết bị thực) và có thể áp dụng để đánh giá chất xúc tác để cracking xúc tác tầng sôi và đánh giá và nghiên cứu/phát triển chất xúc tác rút khỏi thiết bị cracking xúc tác tầng sôi công nghiệp. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để cracking xúc tác tầng sôi khác biệt ở chỗ bao gồm bể phản ứng (6) trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) được bố trí phía trong bể, nguyên liệu và khí hóa lỏng xúc tác này được cấp từ phần trên của bể, và đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí ở phần dưới của bể.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi, nhờ đó thu được các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả thu được bởi thiết bị sản xuất thử để crackinh xúc tác tầng sôi hoặc thiết bị crackinh xúc tác tầng sôi công nghiệp (thiết bị thực) và có thể áp dụng không chỉ để đánh giá chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi mà còn đánh giá và nghiên cứu/phát triển chất xúc tác rút khỏi thiết bị crackinh xúc tác tầng sôi công nghiệp.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Quá trình crackinh xúc tác tầng sôi là quá trình chủ yếu để sản xuất dầu hỏa từ dầu hydrocarbon.

Đối với chất xúc tác được sử dụng cho quá trình crackinh xúc tác tầng sôi, chẳng hạn, chất xúc tác chứa zeolit, chất gắn kết và chất độn như kaolin hoặc alumin và chứa chất phụ gia nếu cần được biết đến.

Chẳng hạn, tài liệu sáng chế 1 mô tả chất xúc tác để crackinh xúc tác hydrocarbon, trong đó (1) các hạt alumin chứa thành phần kim loại được chọn từ một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ và kim loại kiềm thổ hiếm và thành phần phospho và có đường kính hạt 2 đến 60 μ m và (2) zeolit nhôm silicat tinh thể được phân tán đồng nhất trong (3) chất nền oxit vô cơ xốp. Tài liệu này mô tả là chất xúc tác này chịu được kim loại, độ hoạt động và tính chọn lọc cao và có thể kìm hãm sự sản xuất hydro và than cốc.

Tài liệu sáng chế 2 mô tả chế phẩm xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi hydrocarbon, chứa alumin, zeolit nhôm silicat tinh thể và chất nền chứa oxit vô cơ trừ alumin, mỗi thành phần đã nêu chứa nguyên tử phospho. Tài liệu này mô tả là nếu chất xúc tác này được sử dụng để crackinh xúc tác dầu hydrocarbon nặng, chất xúc tác này cho khả năng crackinh lớp cặn (dầu đáy tháp) vượt trội,

lượng hydro và than cốc sinh ra nhỏ, và lượng dầu hỏa và phần cát dầu gazoin-dầu hỏa tăng lên.

Tài liệu sáng chế 3 mô tả chất xúc tác rây phân tử xốp có độ ổn định thủy nhiệt cao thu được bằng cách làm bay hơi ẩm hỗn hợp nguyên liệu thô chứa (1) rây phân tử có khung -Si-O-H-Al- , các lỗ bề mặt rây phân tử này được cải biến bằng phosphat đặc hiệu, (2) muối kim loại không tan trong nước và (3) hợp chất axit phosphoric. Tài liệu này mô tả là chất xúc tác này có độ ổn định thủy nhiệt cao và làm tăng sản lượng olefin ở dạng khí và tính chọn lọc.

Tài liệu sáng chế 4 mô tả quy trình sản xuất chất xúc tác để crackinh xúc tác, bao gồm bước rửa các hạt hình cầu cực nhỏ thu được bằng cách sấy phun bùn chứa nước của hỗn hợp chứa alumin nung trong dòng khí, đất sét chứa silic oxit và alumin làm các thành phần chính tiền chất của oxit vô cơ có thành phần là silic oxit và nhôm silicat tinh thể theo phương pháp sao cho hàm lượng của oxit kim loại kiềm không lớn hơn 1,0% khối lượng về phần oxit và sau đó đưa đất hiếm vào. Tài liệu này mô tả là nếu chất xúc tác này được sử dụng để crackinh xúc tác dầu hydrocarbon nặng chứa kim loại với lượng lớn, chất xúc tác này cho hoạt độ crackinh cao và tính chọn lọc dầu hỏa cao, lượng than cốc và khí sinh ra nhỏ, và chất xúc tác này có độ ổn định thủy nhiệt cao.

Tài liệu sáng chế 5 mô tả chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon, trong đó chất xúc tác này là hỗn hợp chứa hai hoặc nhiều loại chế phẩm xúc tác mà mỗi chế phẩm xúc tác này chứa zeolit và chất nền oxit vô cơ chứa thành phần nền hoạt hóa và thành phần nền bất hoạt và khác biệt ở chỗ chế phẩm xúc tác khác nhau về hàm lượng của zeolit (tuy nhiên, một trong các chế phẩm xúc tác có thể là chế phẩm có hàm lượng zeolit bằng 0). Tài liệu này mô tả là theo chất xúc tác này, dầu hỏa và phần cát giữa thu được với sản lượng cao, sản lượng của than cốc thấp, và hơn nữa, khả năng crackinh lớp cận cao, tức là, sản lượng của phần cát nặng có thể giảm xuống.

Tài liệu sáng chế 6 mô tả chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon, khác biệt ở chỗ chất xúc tác này thu được bằng cách trộn chế phẩm xúc tác A chứa zeolit và 10 đến 30% khối lượng chất gắn kết có thành

phần là silic oxit làm chất gắn kết và chế phẩm xúc tác B chứa zeolit và 10 đến 30% khối lượng chất gắn kết hợp chất nhôm làm chất gắn kết theo tỷ lệ khối lượng bất kỳ nằm trong khoảng từ 10:90 đến 90:10 ($W_A:W_B$) (W_A : khối lượng của chế phẩm xúc tác A, W_B : khối lượng của chế phẩm xúc tác B). Tài liệu này mô tả là theo chất xúc tác này, phần cất dầu hỏa và dầu gazoin thu được với sản lượng cao, sản lượng của than cốc thấp, và hơn nữa, khả năng crackinh lớp cặn cao, tức là, có thể kìm hãm sản xuất phần cặn nặng.

Để thử nghiệm đặc tính xúc tác này, phép đo hoạt tính vi mô bằng thiết bị MAT (MAT) ký hiệu ASTM-D3907 được xác định bởi Hiệp hội vật liệu và thử nghiệm Hoa Kỳ (American Society for Testing and Materials-ASTM) được biết đến, và thử nghiệm này thường được sử dụng. Sơ đồ của phép đo hoạt tính bằng thiết bị MAT được thể hiện ở Fig.3. Trong Fig.3, số (31) chỉ tầng cố định của chất xúc tác, và nguyên liệu được phun vào bề phản ứng qua vòi phun nguyên liệu (32) và bơm phun nguyên liệu, cùng với khí thổi đi ra từ đường ống khí thổi (33). Số (35) chỉ lò gia nhiệt, và số (36) chỉ cặp nhiệt điện. Bằng cách sử dụng phép đo hoạt tính bằng thiết bị MAT như vậy, hoạt độ, tính chọn lọc, v.v. của chất xúc tác đi ra khỏi thiết bị crackinh xác tác công nghiệp được đánh giá và được sử dụng để chỉ báo hoạt động.

Tuy nhiên, tính năng vận hành của thiết bị crackinh xác tác công nghiệp và các kết quả thử nghiệm theo MAT không phải lúc nào cũng phù hợp với nhau trong một số trường hợp về mức hoạt động, sản lượng của các sản phẩm khác nhau và tính chọn lọc dù chúng khá phù hợp với nhau về xu hướng mức hoạt động. Nguyên nhân mặc dù được cho là MAT sử dụng thiết bị phản ứng tầng cố định và thiết bị này khác xa về thời gian tiếp xúc giữa dầu hydrocarbon nguyên liệu và chất xúc tác.

Chẳng hạn, thời gian tiếp xúc ở thiết bị crackinh xác tác công nghiệp là xấp xỉ vài giây mặc dù khác nhau tùy vào loại dầu hydrocarbon nguyên liệu được sử dụng, v.v., nhưng thời gian tiếp xúc theo MAT là xấp xỉ 50 đến 120 giây. Hơn nữa, lượng chất xúc tác được sử dụng cực nhỏ tầm vài gam.

Do tính toán đó, thử nghiệm để đánh giá chất xúc tác đôi khi được tiến

hành sử dụng xưởng sản xuất thử tầng sôi mô phỏng từ thiết bị crackinh xác tác công nghiệp (thiết bị thực). Chẳng hạn, Fig.4 cho thấy sơ đồ của thiết bị sản xuất thử. Trong Fig.4, số (41) chỉ đáy tháp phản ứng, số (42) chỉ đỉnh tháp phản ứng, số (43) chỉ đường ống phun nguyên liệu, số (44) chỉ máy phân ly, số (45) chỉ bộ cất phân nhẹ, số (46) chỉ đường ống dẫn lên, số (47) chỉ thiết bị tái sinh, số (48) chỉ đường ống vận chuyển chất xúc tác, số (49) chỉ bể xúc tác, số (50) chỉ bình thu nhận dầu sản phẩm, số (51) chỉ bộ cất phân đoạn, và số (52) chỉ sản phẩm khí. Nguyên liệu và chất xúc tác được phun vào đáy (41) lần lượt qua đường ống (43) và đường ống (48), sau đó được cho phản ứng crackinh xúc tác, và sau đó, sản phẩm này được chưng cất ra qua (50) đến (52).

Ở thử nghiệm trong xưởng sản xuất thử, mức hoạt động, sản lượng và chất lượng (trị số octan, v.v.) của các sản phẩm khác nhau và tính chọn lọc khá phù hợp với của thiết bị crackinh xác tác công nghiệp (thiết bị thực), nhưng lượng chất xúc tác được nạp lớn tầm vài kg, và đòi hỏi thời gian để thử nghiệm dài bao gồm cả chuẩn bị, v.v., vì thế thử nghiệm này có bất lợi là hiệu quả thử nghiệm không tăng. Hơn nữa, đòi hỏi nhiều chi phí để sản xuất và duy trì xưởng sản xuất thử.

Do đó, sự phát triển thiết bị thử nghiệm mới có tầng sôi được mong đợi.

Tài liệu sáng chế 7 mô tả thiết bị thử nghiệm cỡ nhỏ có tầng sôi, được thể hiện ở Fig.2. Trong Fig.2, chất xúc tác được nạp vào lò phản ứng tầng sôi xúc tác (21), và nguyên liệu, v.v. được phun qua vòi phun nguyên liệu và khí phân tán (22), trong khi khí hóa lỏng được cấp qua vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (23) và đường ống cấp khí hóa lỏng xúc tác (23'). Số (24) chỉ đường ống xả thải đối với sản phẩm khí và khí hóa lỏng. Phản ứng crackinh xúc tác được tiến hành bởi lò gia nhiệt (25) được bố trí bên ngoài lò phản ứng đồng thời phát hiện nhiệt độ bởi cặp nhiệt điện (26).

Do đó, người nộp đơn thu được thiết bị thử nghiệm cỡ nhỏ theo tài liệu sáng chế 7 và đã tiến hành các thử nghiệm khác nhau. Ở thiết bị này, chất xúc tác được nạp là vài gam, thời gian tiếp xúc giữa chất xúc tác và dầu hydrocarbon nguyên liệu xấp xỉ 60 đến 120 giây, và hiệu quả thử nghiệm tốt, nhưng sự khác

nhau giữa các kết quả thử nghiệm của xưởng sản xuất thử không phải lúc nào cũng nhỏ, và do đó, không cần thiết phải nói rằng thiết bị này phù hợp theo quan điểm về đánh giá tính năng của chất xúc tác được sử dụng đối với thiết bị công nghiệp.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-B 1993-16908

Tài liệu sáng chế 2: JP-A 1996-173816

Tài liệu sáng chế 3: JP-A 2009-511245

Tài liệu sáng chế 4: JP-A 1985-193543

Tài liệu sáng chế 5: JP-A 2010-110698

Tài liệu sáng chế 6: WO 2009/145311

Tài liệu sáng chế 7: Bằng Mỹ số 6,069,012

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon, nhờ đó thu được các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả thu được bởi thiết bị sản xuất thử để crackinh xúc tác tầng sôi hoặc thiết bị crackinh xúc tác tầng sôi để sử dụng công nghiệp (thiết bị thực) và có thể áp dụng để đánh giá chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi và đánh giá và nghiên cứu/phát triển chất xúc tác rút khỏi thiết bị crackinh xúc tác tầng sôi công nghiệp

Để giải quyết các vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu một cách nghiêm túc, và kết quả là, họ nhận thấy các kết quả thử nghiệm gần giống với các kết quả thử nghiệm thu được bởi xưởng sản xuất thử có thể thu được bằng cách, trong thiết bị thử nghiệm cỡ nhỏ, bố trí bình điện phân tầng sôi

xúc tác hoàn toàn tách biệt (1) phía trong bể phản ứng (6), nạp chất xúc tác vào bình điện phân, cung cấp khí hóa lỏng xúc tác từ bình điện phân để chất xúc tác này ở trạng thái hóa lỏng và phun dầu hydrocarbon nguyên liệu vào khu vực xúc tác hóa lỏng này từ trên. Do đó, các tác giả sáng chế đã hoàn thành được sáng chế.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo sáng chế khác biệt ở chỗ chứa bể phản ứng (6) trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) được bố trí phía trong bể, nguyên liệu và khí hóa lỏng xúc tác này được cấp từ phần trên của bể, và đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí ở phần dưới của bể.

Tốt hơn là bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có hình trụ, có đường kính trong (D_I) nằm trong khoảng từ 1 đến 4cm, chiều cao (T) nằm trong khoảng từ 2 đến 14cm và tỷ lệ của chiều cao (T) đối với đường kính trong (D_I), $(T)/(D_I)$, nằm trong khoảng từ 1,1 đến 7,0, và có đáy bình điện phân có cấu trúc hình nón lõm xuống.

Bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) tốt hơn có thể tích bên trong nằm trong khoảng từ 5 đến 40ml.

Chất xúc tác được nạp trong bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) khi thử nghiệm tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 20g.

Tốt hơn là chất xúc tác này có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 40 đến 100 μ m, và khối lượng riêng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1g/ml.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon được đề xuất, nhờ đó các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả phản ứng thu được bằng thiết bị sản xuất thử để crackinh

xúc tác tầng sôi và hơn nữa bằng thiết bị crackinh xúc tác công nghiệp thu được ngay cả khi thiết bị thử nghiệm là cỡ nhỏ và tốt hơn là được sử dụng để đánh giá chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi, và đánh giá chất xúc tác rút khỏi thiết bị crackinh xúc tác công nghiệp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện sơ đồ của thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo một phương án của sáng chế.

Fig.2 thể hiện sơ đồ của thiết bị thử nghiệm tầng sôi cỡ nhỏ được mô tả trong tài liệu sáng chế 7.

Fig.3 thể hiện sơ đồ của thiết bị thử nghiệm hoạt tính vi mô của ASTM-D3907 được xác định bởi Hiệp hội vật liệu và thử nghiệm Hoa Kỳ (ASTM).

Fig.4 thể hiện sơ đồ của xưởng sản xuất thử tầng sôi mô phỏng thiết bị crackinh xúc tác công nghiệp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo sáng chế khác biệt ở chỗ bao gồm bể phản ứng (6) trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) được bố trí phía trong bể, nguyên liệu và khí hóa lỏng xúc tác này được cấp từ phần trên của bể, và đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí ở phần dưới của bể.

Sơ đồ của thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo một phương án của sáng chế được thể hiện ở Fig.1.

Fig.1 bao gồm bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu

(2), bơm phun nguyên liệu (2'), vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), nguồn cấp khí hóa lỏng xúc tác (3'), trụ đỡ vòi (4), đường ống thu gom sản phẩm (5), bể phản ứng (6), lò gia nhiệt (7) và cặp nhiệt điện (8).

Bình điện phân tầng sôi xúc tác (1)

Phía trong bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), chất xúc tác để crackinh xúc tác nhất định được nạp, và chất xúc tác này được hóa lỏng để tiến hành crackinh xúc tác dầu hydrocarbon. Bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có hình trụ và có đáy ở phần dưới. Đáy tốt hơn có cấu trúc hình nón lõm xuống hoặc cấu trúc hình bán cầu. Vì có cấu trúc như vậy, chất xúc tác khi phản ứng trở về trạng thái hóa lỏng đồng nhất so với trường hợp bình điện phân tầng sôi xúc tác hình lăng trụ hoặc đáy của bình điện phân phẳng, và do đó, khả năng lặp lại các kết quả thử nghiệm crackinh xúc tác dầu hydrocarbon tăng lên, và thu được các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả thu được bằng thiết bị sản xuất thử.

Bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) được bố trí theo phương pháp sao cho phía trong của bể phản ứng và phía trong của bình điện phân có thể hoàn toàn tách biệt nhau.

Bằng cách bố trí bình điện phân tầng sôi xúc tác như thế ở phía trong bể phản ứng, có thể thu được kết quả đo mức sản lượng dầu hỏa, sản lượng LPG, sản lượng than cốc, v.v. giống mức của các kết quả thử nghiệm của xưởng sản xuất thử. Mặc dù nguyên nhân của điều này không rõ ràng, nhưng các tác giả sáng chế cho rằng bằng cách sử dụng không phải chính bể phản ứng như tài liệu sáng chế 7 mà là bình điện phân hoàn toàn tách biệt khỏi bể phản ứng, sản phẩm và chất xúc tác hóa lỏng có thể được tách khỏi nhau một cách nhanh chóng, và phản ứng bậc hai (đôi khi được gọi là “phản ứng phụ”) có thể bị kìm hãm.

Cái giá, móc hãm hoặc tương tự để giữ bình điện phân tầng sôi xúc tác có thể được bố trí ở mặt ngoài của bình điện phân, đáy hoặc tương tự, và vì lẽ đó, bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) được bố trí ở vị trí nhất định trong bể phản ứng. Bình điện phân tầng sôi xúc tác có thể được treo ở phần trên từ vòi (2) và (3) hoặc trụ đỡ (4) được mô tả dưới đây.

Đường kính trong (D_I) của bình điện phân hình trụ tốt hơn là từ 1 đến 4cm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 3cm.

Nếu đường kính trong (D_I) của bình điện phân hình trụ nhỏ, trạng thái hóa lỏng của chất xúc tác này kém đi, và độ chính xác của phép đo và khả năng lặp lại đôi khi trở nên kém. Ngoài ra nếu đường kính trong (D_I) của bình điện phân hình trụ quá lớn, sự khuếch tán của dầu hydrocarbon nguyên liệu theo chiều ngang trở nên kém, và chắc chắn do điều kiện phối hợp giữa chất xúc tác và dầu hydrocarbon kém đi, độ chính xác của phép đo có xu hướng giảm xuống, và crackinh có xu hướng kém đi.

Chiều cao (T) của bình điện phân hình trụ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 14cm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 12cm.

Do vậy, chiều cao (T) của bình điện phân hình trụ là khoảng cách giữa phần thấp nhất và phần cao nhất của bình điện phân.

Trong trường hợp bình điện phân hình trụ có chiều cao (T) nhỏ, chiều cao cần thiết để hóa lỏng đồng nhất chất xúc tác này trở nên không đủ, và chắc chắn do điều kiện phối hợp giữa chất xúc tác và dầu hydrocarbon kém đi, độ chính xác của phép đo có xu hướng giảm xuống, và crackinh có xu hướng kém đi.

Ngoài ra nếu chiều cao (T) của bình điện phân hình trụ quá lớn, kích thước của thiết bị thử nghiệm tăng lên mặc dù không có vấn đề gì khi thử nghiệm. Do đó, ở phép đo hoạt tính vi mô bằng thiết bị MAT, giới hạn trên chỉ ở giá trị nêu trên.

Tỷ lệ của chiều cao (T) đối với đường kính trong (D_I), $(T)/(D_I)$, tốt hơn nằm trong khoảng từ 1,1 đến 7,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 6,5.

Nếu tỷ lệ $(T)/(D_I)$ ở nằm trong khoảng từ trên, có được trạng thái hóa lỏng đồng nhất của chất xúc tác này, và có thể tiến hành trộn đồng nhất dầu hydrocarbon nguyên liệu với chất xúc tác này, sao cho độ chính xác của phép đo có thể tăng lên.

Thể tích bên trong của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 40ml, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 30ml.

Nếu thể tích bên trong của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) nằm trong khoảng từ trên, thu được trạng thái hóa lỏng mong muốn của chất xúc tác ngay cả khi lượng nạp chất xúc tác nhỏ, và do đó, khả năng lặp lại các kết quả thử nghiệm crackinh xúc tác dầu hydrocarbon tăng lên, và thu được các kết quả phản ứng cực kỳ giống với các kết quả phản ứng thu được bằng thiết bị sản xuất thử .

Lượng chất xúc tác độn trong bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) khi thử nghiệm tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 20g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 15g, mặc dù khác nhau tùy vào thể tích bên trong của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), sự phân bố đường kính hạt của chất xúc tác, khối lượng riêng của chất xúc tác, v.v.

Nếu lượng nạp chất xúc tác nhỏ, không có được trạng thái hóa lỏng đồng nhất do lượng chất xúc tác nhỏ, và sự tiếp xúc của chất xúc tác với dầu hydrocarbon nguyên liệu trở nên không đồng nhất. Hơn nữa, do lượng dầu hydrocarbon nguyên liệu được sử dụng giảm, tốc độ hoàn nguyên của sản phẩm giảm xuống, và do đó, độ chính xác của thử nghiệm có xu hướng trở nên kém. Ngoài ra nếu lượng nạp chất xúc tác quá lớn, lượng dầu hydrocarbon nguyên liệu được sử dụng tăng lên, và do đó, lượng sản phẩm khí sinh ra sau phản ứng tăng lên và trở nên dư thừa theo thể tích bên trong nêu trên của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1). Do đó, áp suất bên trong của bể phản ứng đôi khi tăng nhanh, và những rắc rối như, như trạng thái hóa lỏng không đồng nhất và dòng sản phẩm khí chảy ngược vào vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), có khả năng xảy ra, vì thế độ chính xác của thử nghiệm đôi khi trở nên kém.

Nếu thử nghiệm dự định tiến hành bằng cách tăng lượng chất xúc tác được nạp, kích thước của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có thể tăng tương ứng với lượng xúc tác. Thiết bị thử nghiệm theo sáng chế được chế tạo cho mục đích thử nghiệm và phát triển chất xúc tác được sử dụng trong thiết bị crackinh xúc tác công nghiệp, và tốt hơn là sử dụng chất xúc tác có đường kính hạt trung

bình từ 40 đến 100 μ m, tốt hơn là từ 50 đến 80 μ m.

Nếu đường kính hạt trung bình của chất xúc tác không nằm trong khoảng trên, không thu được trạng thái hóa lỏng mong muốn của chất xúc tác này, và do đó, độ chính xác của thử nghiệm đôi khi trở nên kém.

Đường kính hạt trung bình của chất xúc tác được xác định bằng cách sàng lọc các hạt chất xúc tác để phân loại chúng thành các mẫu có kích thước 20, 30, 45, 60, 75, 90, 105 và 150 μ m bằng phương pháp rây qua lỗ rây tế vi khô, xác định % trọng lượng của mỗi mẫu đã phân loại, lập biểu đồ theo độ giảm % trọng lượng, và coi giá trị tương ứng với 50% trọng lượng là đường kính hạt trung bình.

Khối lượng riêng của chất xúc tác tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1 g/ml, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,0 g/ml.

Ngoài ra nếu khối lượng riêng của chất xúc tác không nằm trong khoảng trên, không có được trạng thái hóa lỏng mong muốn của chất xúc tác, và do đó, độ chính xác của thử nghiệm đôi khi trở nên kém.

Khối lượng riêng của chất xúc tác này được xác định theo phương pháp UOP 254-65.

Cụ thể, phương pháp xác định bao gồm các bước nung khô chất xúc tác ở 600°C trong 2 giờ, làm nguội chất xúc tác, sau đó rót chất xúc tác vào xy lanh 25ml đến khi chảy tràn, làm cho chất xúc tác chảy tràn từ đỉnh xy lanh chùng lại, xác định trọng lượng của chất xúc tác này và tính khối lượng riêng từ công thức dưới đây.

$$\text{Khối lượng riêng (g/ml)} = \text{trọng lượng của chất xúc tác (g)} / 25 \text{ (ml)}$$

Ở đỉnh của bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), bộ lọc có thể được bố trí để ngăn chất xúc tác này phân tán, và bộ lọc có thể được sử dụng kết hợp với bông thủy tinh hoặc tương tự.

Vòi phun nguyên liệu (2)

Vòi phun nguyên liệu (2) để phun nguyên liệu vào bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) được bố trí phía trong bình điện phân. Vòi phun nguyên liệu (2) được bố trí theo phương pháp sao cho đầu của nó được đặt trong bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) và có thể hóa lỏng chất xúc tác. Cụ thể nếu bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có cấu trúc hình nón hoặc cấu trúc hình bán cầu ở phần dưới, vòi phun nguyên liệu (2) tốt hơn là được bố trí theo phương pháp sao cho đầu vòi được đặt ở phần trung tâm của cấu trúc này.

Nếu đầu của vòi phun nguyên liệu (2) được bố trí ở phần trung tâm của cấu trúc hình nón hoặc cấu trúc hình bán cầu, sự tiếp xúc của chất xúc tác với dầu hydrocarbon nguyên liệu được tiến hành đồng nhất hơn, và độ chính xác của thử nghiệm cao.

Diện tích mặt cắt của đầu vòi phun nguyên liệu (2) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4mm², tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2mm².

Nếu diện tích mặt cắt của đầu vòi phun nguyên liệu (2) nằm trong khoảng trên, nguyên liệu có thể được phun ổn định, và thử nghiệm thu được có độ chính xác cao.

Vòi phun nguyên liệu (2) dẫn nguyên liệu vào bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) từ nguồn nguyên liệu bên ngoài, nhờ bơm hoặc tương tự.

Vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3)

Cùng với vòi phun nguyên liệu (2), vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), được bố trí ở bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) để cung cấp khí hóa lỏng từ phần trên của lò phản ứng. Ở phản ứng xúc tác tầng sôi, khí hóa lỏng cho chất xúc tác này thường được cung cấp.

Để làm tăng hiệu quả tiếp xúc giữa chất xúc tác và nguyên liệu, vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) tốt hơn là được bố trí theo phương pháp sao cho đầu vòi được đặt ở phần trung tâm của vùng hình nón hoặc vùng hình bán cầu ở phần dưới.

Nếu đầu của vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) được đặt ở phần trung tâm

của vùng hình nón hoặc vùng hình bán cầu, thu được trạng thái hóa lỏng mong muốn của chất xúc tác, và do đó, thử nghiệm thu được có độ chính xác cao.

Vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) tốt hơn là được bố trí gần nhau. Nếu chúng được bố trí gần nhau, chất xúc tác ở trạng thái hóa lỏng mong muốn được tạo ra bởi khí hóa lỏng tiếp xúc với dầu hydrocarbon nguyên liệu một cách đồng nhất, và do đó, thử nghiệm thu được có độ chính xác cao.

Cụ thể trong sáng chế, tốt hơn là sử dụng ống kép trong đó vòi ống bên trong ở phía trong được sử dụng làm vòi phun nguyên liệu (2), ống bên ngoài ở phía ngoài được sử dụng làm vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), và chúng được gắn với nhau.

Ở Fig.1, phương án ống kép được thể hiện.

Nếu ống kép như vậy được sử dụng đối với vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), dầu hydrocarbon nguyên liệu có thể được phun vào chất xúc tác mà ở trạng thái hóa lỏng mong muốn, và do đó, có thể thu được độ chính xác của thử nghiệm tốt. Hơn nữa, khí hóa lỏng còn giúp phân tán/khuếch tán dầu hydrocarbon nguyên liệu đồng nhất, và thử nghiệm thu được có độ chính xác cao.

Ống ngoài của ống kép có thể được sử dụng làm vòi phun nguyên liệu (2) và ống trong của nó có thể được sử dụng làm vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3), nhưng trong trường hợp này, điều kiện phối hợp giữa chất xúc tác và dầu hydrocarbon nguyên liệu giảm xuống, và độ chính xác của thử nghiệm đôi khi trở nên kém.

Vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) có thể được sử dụng bằng cách chế tạo chúng một cách thích hợp theo phương pháp sao cho lượng nguyên liệu nhất định có thể được phun và chất xúc tác này có thể ở trạng thái hóa lỏng đồng nhất.

Diện tích mặt cắt của đầu vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 8mm², tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,4 đến

4mm².

Nếu diện tích mặt cắt của đầu vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) nằm trong khoảng trên, chất xúc tác này có thể ở trạng thái hóa lỏng đồng nhất, và độ chính xác của thử nghiệm thu được là tốt.

Vì khí hóa lỏng xúc tác, khí trơ được sử dụng, và trong thiết bị theo sáng chế, khí nitơ được đề xuất theo quan điểm kinh tế.

Trụ đỡ (4)

Để vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) có thể cố định ở những vị trí nhất định, trụ đỡ (4) được bố trí.

Bằng cách bố trí trụ đỡ (4), trạng thái hóa lỏng của chất xúc tác có thể duy trì không đổi, và ngoài ra, vị trí để cấp dầu hydrocarbon nguyên liệu thô có thể duy trì không đổi, để thử nghiệm có độ chính xác lý tưởng.

Trụ đỡ đối với bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có thể được bố trí thích hợp mặc dù trụ đỡ như vậy không được thể hiện trên hình vẽ. Chẳng hạn, trụ đỡ có hình dạng để treo bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) ở các vòi (2) và (3) có thể được bố trí.

Đường ống thu gom sản phẩm (5)

Ở phần dưới của bể phản ứng (6), đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí. Các sản phẩm (sản phẩm khí, sản phẩm lỏng) được chưng cất ra khi bắt đầu phản ứng trong bình điện phân tầng sôi xúc tác, và khí hóa lỏng xúc tác được thu gom qua đường ống thu gom sản phẩm (5), và chúng được phân tích thành phần, v.v.

Bể phản ứng (6)

Bể phản ứng (6) chủ yếu bao gồm bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu (2), vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) và trụ đỡ (4) được mô tả ở trên, và có đường ống thu gom sản phẩm (5) ở phần dưới. Cấu trúc của bể phản ứng (6), bao gồm kích thước, hình dạng, v.v., tốt hơn có thể không chỉ bao

gồm bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) nêu trên mà được gia nhiệt đều bằng lò gia nhiệt (7) được bố trí bên ngoài bể phản ứng.

Lò gia nhiệt (7), bộ phát hiện nhiệt độ (8)

Để bể phản ứng (6) có thể được lồng ở phía trong, lò gia nhiệt hình khuyên (7) được bố trí. Lò gia nhiệt (7) này được kiểm soát thích đáng sao cho có thể duy trì được nhiệt độ phản ứng nhất định. Phương pháp gia nhiệt không bị giới hạn cụ thể, và phương pháp đã biết có thể chấp nhận, và về bộ phát hiện nhiệt độ, bộ phát hiện nhiệt đã biết như cặp nhiệt điện thường được sử dụng.

Tiếp đó, phương pháp thử nghiệm sử dụng thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo sáng chế sẽ được mô tả.

Chất xúc tác

Về chất xúc tác này, chất xúc tác bất kỳ để crackinh xúc tác tầng sôi dầu hydrocarbon có thể được thử nghiệm mà không bị hạn chế cụ thể. Ở thử nghiệm này, đường kính hạt trung bình và khối lượng riêng của chất xúc tác này tốt hơn trong các phạm vi nêu trên.

Về chất xúc tác, chất xúc tác (còn được gọi là “chất xúc tác mới”) thu được bằng cách sấy phun hỗn hợp chứa zeolit nhôm silicat tinh thể được mô tả trong các tài liệu sáng chế 5 và 6, thành phần chất nền oxit vô cơ, chất gắn kết, khoáng vật sét, v.v. có thể được sử dụng, nhưng chất xúc tác (còn được gọi là “chất xúc tác cân bằng”) rút khỏi thiết bị crackinh xúc tác công nghiệp, hoặc tương tự cũng có thể được sử dụng.

Trong trường hợp chất xúc tác mới, tốt hơn là tiến hành phép đo sau khi chất xúc tác này được xử lý thủy nhiệt trước ở xấp xỉ 650 đến 850°C và qua đó được cân bằng giả. Hơn nữa, phép đo có thể còn được tiến hành sau khi chất xúc tác mới được cho hỗ trợ thành phần kim loại có trong chất xúc tác cân bằng, như Ni, V hoặc Fe, và sau đó được cân bằng giả. Trong trường hợp chất xúc tác cân bằng, thử nghiệm thường được tiến hành sau khi chất xúc tác này được nung bằng cách gia nhiệt để loại bỏ chất lắng cacbon, mặc dù phụ thuộc vào mục đích của thử nghiệm.

Dầu hydrocarbon (nguyên liệu)

Các ví dụ về nguyên liệu có thể sử dụng bao gồm dầu gazoin cất chân không, dầu cặn chưng cất trong khí quyển, dầu cặn cất chân không, dầu đã loại asphan, dầu tuần hoàn nhẹ (LCO), dầu tuần hoàn nặng (HCO) và dầu hỗn hợp chứa các dầu này.

Phương pháp thử nghiệm

Trước hết, lượng chất xúc tác nhất định được nạp vào bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) trong bể phản ứng (6), sau đó bể phản ứng (6) này được bố trí trong lò gia nhiệt (7), sau đó khí hóa lỏng được cấp ở tốc độ nhất định để hóa lỏng chất xúc tác trong bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), và nhiệt độ được tăng lên theo phương pháp sao cho nhiệt độ của tầng xúc tác là nhiệt độ phản ứng nhất định.

Sau khi nhiệt độ được tăng lên, nguyên liệu được phun qua vòi phun nguyên liệu (2) ở tốc độ nhất định trong khoảng thời gian nhất định để nguyên liệu chịu phản ứng.

Trong khi tiến hành phản ứng, sản phẩm được thu gom qua đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí ở phần dưới của bể phản ứng (6), sau đó sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách bằng thiết bị ngưng tụ được làm lạnh đến -10°C , và sau đó, các thành phần có trong sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách và định lượng.

Trong trường hợp tách và định lượng các thành phần khí, hydro và hydrocarbon có 1 đến 6 nguyên tử cacbon được tách và được định lượng, chẳng hạn, bằng phép sắc ký khí (GC-20B-3S, được sản xuất bởi Shimadzu Corporation).

Trong trường hợp tách và định lượng sản phẩm dầu, dầu hỏa, LCO và HCO được tách và được định lượng bằng phép sắc ký khí (GC-2014, được sản xuất bởi Shimadzu Corporation).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn với sự tham khảo các ví dụ và các ví dụ so sánh dưới đây, nhưng không được hiểu là sáng chế bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi có cấu trúc được thể hiện ở Fig.1. Bể phản ứng 6 có chiều cao 26cm và đường kính trong là 2,2cm. Bình điện phân (1) có chiều cao 7,7cm và đường kính trong là 1,6cm. Đáy của bình điện phân có hình nón, và góc nón đối diện đường vuông góc là 45° . Vòi có cấu trúc ống kép, diện tích mặt cắt của đầu vòi phun nguyên liệu (2) là $1,1\text{mm}^2$, và diện tích mặt cắt của đầu vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) là $2,4\text{mm}^2$. Đầu vòi được đặt ở vị trí trung tâm của đáy hình nón của bình điện phân (1).

Hình dạng của bình điện phân tầng sôi xúc tác là hình trụ, và bình điện phân này có đường kính trong (D_1) là 1,6cm, chiều cao (T) là 7,7cm và thể tích bên trong là 14,4ml.

Chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Về chất xúc tác, CVZ được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD và có đường kính hạt trung bình là $65\mu\text{m}$, khối lượng riêng là 0,77g/ml và hàm lượng zeolit là 25% trọng lượng được sử dụng.

Sự cân bằng giả

Chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi (CVZ được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD., đường kính hạt trung bình: $65\mu\text{m}$, khối lượng riêng: 0,77 g/ml, hàm lượng zeolit: 25% trọng lượng) được nung ở 600°C trong 1 giờ. Sau đó, chất xúc tác này được để cho hấp thụ dung dịch toluen chứa niken naphtenat và vanadi naphtenat theo phương pháp sao cho hàm lượng của niken và vanadi tương ứng là 3000ppm và 500ppm. Sau đó, chất xúc tác này được làm khô ở 110°C , sau đó được nung ở 600°C trong 1,5 giờ, sau đó

xử lý bằng hơi nước ở 810°C trong 12 giờ và được nung lần nữa ở 600°C trong 1 giờ để cân bằng giả chất xúc tác này.

Thí nghiệm phản ứng

4,8g chất xúc tác cân bằng giả được nạp vào bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) của thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi, và trong khi cấp khí N₂ làm khí hóa lỏng trong điều kiện 30ml (STP)/phút để hóa lỏng chất xúc tác này, nhiệt độ được tăng lên 550°C. Sau đó, phản ứng (số 1) được tiến hành theo các điều kiện dưới đây.

Phản ứng (số 1)

Về dầu hydrocarbon nguyên liệu, hỗn hợp chứa dầu cặn đã loại lưu huỳnh trong khí quyển (DSAR) và dầu gazoin cất chân không loại lưu huỳnh (DSVGO) theo tỷ lệ là 1:1 được cấp ở tốc độ phun dầu là 0,096 g/giây trong 10 giây. Ở thời điểm này, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) là 5, lưu lượng trên một đơn vị thể tích (WHSV) là 72 trong mỗi giờ, và thời gian phản ứng là 10 giây.

Cùng lúc bắt đầu phản ứng, sản phẩm được thu gom qua đường ống thu gom sản phẩm (5), và sau khi kết thúc phun nguyên liệu, sản phẩm còn lại trên chất xúc tác này được thu gom trong khi cấp khí N₂ vào vòi phun nguyên liệu (2) trong điều kiện 30 ml/phút và cấp khí N₂ vào vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) trong điều kiện 30 ml/phút. Sau đó, sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách bằng thiết bị ngưng tụ được làm lạnh đến -10°C, và sau đó các thành phần có trong sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách và được định lượng.

Sau khi kết thúc phản ứng, chất xúc tác này được lấy ra khỏi bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), và than cốc còn lại trên chất xúc tác được định lượng bằng máy phân tích cacbon (EMIA-321V được sản xuất bởi HORIBA, Ltd.). Dựa vào các kết quả tách và định lượng, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định theo phương pháp xác định dưới đây.

Khoảng điểm sôi của dầu hỏa: 36 đến 204°C, khoảng điểm sôi của dầu tuần hoàn nhẹ (LCO): 204 đến 343°C, khoảng điểm sôi của dầu tuần hoàn nặng

(HCO): không thấp hơn 343°C

Sự biến đổi (% trọng lượng) = $100 - (\text{LCO \% trọng lượng} + \text{HCO \% trọng lượng})$ (% trọng lượng)

Phản ứng (số 2)

Phản ứng (số 2) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ 5,76g, chất xúc tác này được nạp vào bình điện phân, dầu hydrocarbon nguyên liệu được phun ở tốc độ phun dầu là 0,096 g/giây trong 10 giây, tỷ lệ chất xúc tác /dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 6, lưu lượng trên một đơn vị thể tích (WHSV) thay đổi thành 57 trong mỗi giờ, và thời gian phản ứng là 10 giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Phản ứng (số 3)

Phản ứng (số 3) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ 6,72g chất xúc tác này được nạp vào bình điện phân, dầu hydrocarbon nguyên liệu được phun ở tốc độ phun dầu là 0,096 g/giây trong 10 giây, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 7, lưu lượng trên một đơn vị thể tích (WHSV) thay đổi thành 49 trong mỗi giờ, và thời gian phản ứng là 10 giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Các kết quả của các phản ứng số 1 đến số 3 được vẽ đồ thị như là mối tương quan giữa tỷ lệ biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần, và từ đồ thị này, sản lượng của mỗi thành phần tương ứng với sự biến đổi của 68% trọng lượng được xác định. Các kết quả được thể hiện trong bảng. Hơn nữa, sự khác nhau về sản lượng của các thành phần ở các kết quả của ví dụ tham khảo 1 dưới đây được thể hiện trong bảng.

Ví dụ tham khảo 1

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Thử nghiệm đánh giá tính năng được tiến hành bằng cách sử dụng xường

sản xuất thử loại tái sinh tuần hoàn chất xúc tác đã biết cho đến nay (Midget-2 được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD.) được thể hiện ở Fig.4. Đường kính của đáy tháp phản ứng (41) là 1,28cm, đường kính của đỉnh tháp phản ứng (42) là 0,94cm là đường kính nhỏ nhất của phần dưới và là 2,14cm là đường kính lớn nhất của phần trên, và tổng chiều cao của tháp phản ứng là 81,7cm.

Chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Chất xúc tác được cân bằng giả theo cách tương tự như trong ví dụ 1 được sử dụng.

Thí nghiệm phản ứng

Trong thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi loại tuần hoàn xúc tác (Midget-2 được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD.), 2kg chất xúc tác cân bằng giả được nạp, và trong khi chất xúc tác được tuần hoàn, hỗn hợp chứa dầu cặn đã loại lưu huỳnh trong khí quyển (DSAR) và dầu gazoin cất chân không loại lưu huỳnh (DSVGO) theo tỷ lệ là 1:1 được phun làm dầu hydrocarbon nguyên liệu ở tốc độ 10 g/phút. Ở thời điểm này, tiến hành kiểm soát nhiệt độ bằng bộ phát nhiệt bằng điện theo phương pháp sao cho nhiệt độ của đỉnh tháp phản ứng là 520°C và nhiệt độ của đáy tháp phản ứng là 550°C.

Sau phản ứng, chất xúc tác được chuyển đến tháp tái sinh (47) qua bộ cát phân nhẹ (45) và đường ống dẫn lên (46), và trong khi cung cấp không khí ở nhiệt độ là 680°C, chất xúc tác này được tái sinh theo phương pháp sao cho lượng than cốc trên chất xúc tác tái sinh không lớn hơn 0,05% khối lượng. Chất xúc tác tái sinh được tuần hoàn tới tháp phản ứng.

Phản ứng (số 1)

Trong thử nghiệm trên, phản ứng được tiến hành trong điều kiện lượng tuần hoàn chất xúc tác là 50 g/phút và tỷ lệ chất xúc tác/ dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) là 5.

Sản phẩm thu được được tách thành sản phẩm dầu và sản phẩm khí bằng bộ cất phân đoạn được làm lạnh đến -20°C , và chúng được thu gom. Sau đó, mỗi thành phần được tách và được định lượng.

Sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định theo phương pháp xác định như trong ví dụ 1.

Phản ứng (số 2)

Trong thử nghiệm trên, phản ứng (số 2) được tiến hành trong điều kiện lượng tuần hoàn chất xúc tác là 70 g/phút và tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) là 7.

Sản phẩm thu được được tách và được định lượng theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1).

Phản ứng (số 3)

Trong thử nghiệm trên, phản ứng (số 3) được tiến hành trong điều kiện lượng tuần hoàn chất xúc tác là 80 g/phút và tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) là 8.

Sản phẩm thu được được tách và được định lượng theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1).

Các kết quả của các phản ứng số 1 đến số 3 được vẽ đồ thị dưới dạng mối tương quan giữa sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần, và từ đồ thị này, sản lượng của mỗi thành phần tương ứng với tỷ lệ biến đổi của 68% trọng lượng được xác định. Các kết quả được thể hiện trong bảng.

Ví dụ so sánh 1

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng cố định

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng cố định (ASTM-MAT được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD.) được thể hiện ở Fig.3 được sử dụng. Ở ASTM-MAT, đường kính trong của lò phản ứng (34) là 1,56cm, chiều cao của nó là 25,7cm, và diện tích mặt cắt của

vòi cấp dầu gốc (32) là $0,6\text{mm}^2$.

Chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Chất xúc tác được cân bằng giả theo cách tương tự như trong ví dụ 1 được sử dụng.

Thí nghiệm phản ứng

Phần dưới của lò phản ứng của thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng cố định (ASTM-MAT được sản xuất bởi JGC CATALYSTS AND CHEMICALS LTD.) được độn bằng bông thủy tinh, sau đó, 4g chất xúc tác được cân bằng giả theo cách tương tự như trong ví dụ 1 được nạp lên bông thủy tinh, và bông thủy tinh được đặt lên chất xúc tác này để cài đặt lò phản ứng.

Phản ứng (số 1)

Nhiệt độ bên trong của lò phản ứng được đặt ở 550°C , và về dầu hydrocarbon nguyên liệu, hỗn hợp chứa dầu cặn đã loại lưu huỳnh trong khí quyển (DSAR) và dầu gazoin cất chân không loại lưu huỳnh (DSVGO) theo tỷ lệ là 1:1 được phun ở tốc độ phun dầu là $0,0177\text{ g/giây}$ trong 75 giây. Ở thời điểm này, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) là 3, lưu lượng trên một đơn vị thể tích (WHSV) là 16 trong mỗi giờ, và thời gian phản ứng là 75 giây.

Cùng lúc bắt đầu phản ứng, sản phẩm được thu gom qua đường ống thu gom sản phẩm, và sau khi kết thúc phun nguyên liệu, sản phẩm còn lại trên chất xúc tác này được thu gom trong khi cung cấp khí N_2 vào vòi phun nguyên liệu (32) trong điều kiện 30 ml/phút . Sau đó, sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách bởi thiết bị ngưng tụ được làm lạnh đến -10°C , và sau đó các thành phần có trong sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách và được định lượng.

Sau khi kết thúc phản ứng, chất xúc tác được lấy ra khỏi bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), và than cốc còn lại trên chất xúc tác này được định lượng bằng máy phân tích cacbon (EMIA-321V được sản xuất bởi HORIBA, Ltd.).

Sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định theo phương pháp xác định như trong ví dụ 1.

Phản ứng (số 2)

Phản ứng (số 2) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ thời gian cấp thay đổi thành 64,4 giây, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 3,5, và thời gian phản ứng thay đổi thành 64,4 giây, mặc dù tốc độ phun dầu của dầu hydrocarbon nguyên liệu vẫn giữ ở 0,0177 g/giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Phản ứng (số 3)

Phản ứng (số 3) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ thời gian cấp thay đổi thành 56,4 giây, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 4, và thời gian phản ứng thay đổi thành 56,4 giây, mặc dù tốc độ phun dầu của dầu hydrocarbon nguyên liệu vẫn giữ ở 0,0177 g/giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Các kết quả của các phản ứng số 1 đến số 3 được vẽ đồ thị dưới dạng mối tương quan giữa sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần, và từ đồ thị này, sản lượng của mỗi thành phần tương ứng với sự biến đổi của 68% trọng lượng được xác định. Các kết quả được thể hiện trong bảng. Hơn nữa, sự khác nhau về sản lượng của các thành phần ở các kết quả của ví dụ tham khảo 1 nêu trên được thể hiện trong bảng.

Ví dụ so sánh 2

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi (ACE-MAT, model R+, được sản xuất bởi Kayser) được thể hiện ở Fig.2 được sử dụng.

Đường kính trong của phần dưới của lò phản ứng (21) là 1,58cm, đường

kính trong của phần trên của nó là 2,29cm, tổng chiều cao của nó là 38,4cm, diện tích mặt cắt của nguyên liệu và vòi phun khí phân tán (22) là $0,2\text{mm}^2$, và diện tích mặt cắt của phần cấp khí phân tán của nó là $1,8\text{mm}^2$.

Chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi

Chất xúc tác được cân bằng giả theo cách tương tự như trong ví dụ 1 được sử dụng.

Thí nghiệm phản ứng

Lò phản ứng của thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi (ACE-MAT, kiểu R+, được sản xuất bởi Kayser) được độn bằng 9g chất xúc tác được cân bằng giả theo cách tương tự như trong ví dụ 1, và phản ứng được tiến hành theo các điều kiện dưới đây.

Phản ứng (số 1)

Nhiệt độ bên trong của lò phản ứng được đặt ở 550°C , và về dầu hydrocarbon nguyên liệu, hỗn hợp chứa dầu cặn đã loại lưu huỳnh trong khí quyển (DSAR) và dầu gazoin cất chân không loại lưu huỳnh (DSVGO) theo tỷ lệ là 1:1 được phun ở tốc độ phun dầu là $0,02\text{ g/giây}$ trong 120 giây. Ở thời điểm này, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu thô (C/O) là 3,75, lưu lượng trên một đơn vị thể tích (WHSV) là 8 trong mỗi giờ, và thời gian phản ứng là 120 giây.

Cùng lúc bắt đầu phản ứng, sản phẩm được thu gom qua đường ống thu gom sản phẩm (24), và sau khi kết thúc phun dầu hydrocarbon nguyên liệu, khí N_2 được cấp, và sản phẩm trên chất xúc tác này được thu gom. Sản phẩm được thu gom được tách thành sản phẩm khí và sản phẩm dầu bằng thiết bị ngưng tụ được làm lạnh đến -15°C , và chúng được định lượng. Sau đó, các thành phần có trong sản phẩm khí và sản phẩm dầu được tách và được định lượng. Sau đó, nhiệt độ của lò phản ứng được tăng lên 700°C trong dòng không khí, và trong khi đốt cháy than cốc còn lại trên chất xúc tác này, than cốc được định lượng bằng máy phân tích cacbon (1440D được sản xuất bởi Servomex).

Sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định theo phương pháp xác định như trong ví dụ 1.

Phản ứng (số 2)

Phản ứng (số 2) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ thời gian cấp thay đổi thành 90 giây, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 5, và thời gian phản ứng thay đổi thành 90 giây, mặc dù tốc độ phun dầu của dầu hydrocarbon nguyên liệu vẫn giữ ở 0,02 g/giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Phản ứng (số 3)

Phản ứng (số 3) được tiến hành theo cách tương tự như trong phản ứng (số 1), ngoại trừ thời gian cấp thay đổi thành 75 giây, tỷ lệ chất xúc tác/dầu hydrocarbon nguyên liệu (C/O) thay đổi thành 6, và thời gian phản ứng thay đổi thành 75 giây, mặc dù tốc độ chảy dầu của dầu hydrocarbon nguyên liệu vẫn giữ ở 0,02 g/giây. Sau đó, sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần được xác định.

Các kết quả của các phản ứng số 1 đến số 3 được vẽ đồ thị dưới dạng mối tương quan giữa sự biến đổi và sản lượng của mỗi thành phần, và từ đồ thị này, sản lượng của mỗi thành phần tương ứng với sự biến đổi của 68% trọng lượng được xác định. Các kết quả được thể hiện trong bảng. Hơn nữa, sự khác nhau về sản lượng của các thành phần trong các kết quả của ví dụ tham khảo 1 nêu trên được thể hiện trong bảng.

Bảng 1

		Ví dụ 1	Ví dụ tham khảo 1	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
Nhiệt độ phản ứng		550°C	520°C	550°C	550°C
H ₂	%	0,33(-0,24)	0,57	0,75(+0,18)	0,49(-0,08)
C ₁	%	0,6(-0,1)	0,7	1,2(+0,5)	1,0(+0,3)
C ₂ +C ₂ =	%	1,2(+0,1)	1,1	1,8(+0,7)	1,3(+0,2)
LPG	%	13,2(+1,2)	12	16,8(+4,8)	16,7(+4,7)
C ₃	%	0,5(-0,1)	0,6	1,1(+0,5)	1,0(+0,4)
C ₃ =	%	4,3(+0,1)	4,2	5,6(+1,4)	5,2(+1,0)
n-C ₄	%	0,4(±0)	0,4	0,7(+0,3)	0,7(+0,3)
i-C ₄	%	1,9(+0,3)	1,6	2,3(+0,7)	2,6(+1,0)
C ₄ =	%	6,1(+0,9)	5,2	7,1(+1,9)	7,2(+2,0)
dầu hỏa	%	46,7(-1,0)	47,7	40,5(-7,2)	42,0(-5,7)
LCO	%	18,3(-1,9)	20,2	17,5(-2,7)	17,7(-2,5)
HCO	%	13,7(+1,9)	11,8	14,5(+2,7)	14,3(+2,5)
Than cốc	%	6,0(+0,1)	5,9	6,9(+1,0)	6,5(+0,6)
Khả năng olefin hóa LPG	-	0,79(+0,01)	0,78	0,76(-0,02)	0,74(-0,05)
Olefin trong dầu hỏa	%	36,4(+1,7)	34,7	-	-

Các giá trị dưới dạng số trong dấu ngoặc đơn cho thấy sự khác nhau từ ví dụ tham khảo 1.

Từ các kết quả của các ví dụ ở trên, có thể thấy là thiết bị thử nghiệm của ví dụ 1 cho các kết quả thử nghiệm khác không đáng kể với các kết quả thử nghiệm của ví dụ tham khảo sử dụng thiết bị thử nghiệm sản xuất thử, và cho thấy các kết quả gần như là giống với các kết quả thu được bằng thiết bị thử nghiệm sản xuất thử. Mặt khác, ở ví dụ so sánh 2 sử dụng thiết bị thử nghiệm theo tài liệu sáng chế 7, các kết quả thử nghiệm của LPG và tỷ lệ sản xuất dầu hỏa khác nhiều với các kết quả của ví dụ tham khảo 1.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Bằng cách chấp nhận thiết bị thử nghiệm theo sáng chế, sự đánh giá chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi trong thiết bị crackinh xác tác công nghiệp và sự đánh giá chất xúc tác rút khỏi thiết bị crackinh xác tác công nghiệp có thể được tiến hành bằng thiết bị thử nghiệm quy mô nhỏ. Do tính toán đó, thiết bị thử nghiệm này là thiết bị thử nghiệm có khả năng góp phần tích cực để nghiên cứu và phát triển các chất xúc tác để crackinh xúc tác.

Các số chỉ dẫn

- 1: bình điện phân tầng sôi xúc tác
- 2: vòi phun nguyên liệu
- 2': bơm phun nguyên liệu
- 3: vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác
- 3': nguồn cấp khí hóa lỏng xúc tác
- 4: trụ đỡ
- 5: đường ống thu gom sản phẩm
- 6: bể phản ứng
- 7: lò gia nhiệt
- 8: cặp nhiệt điện (bộ phát hiện nhiệt độ)
- 21: lò phản ứng (tầng sôi xúc tác)
- 22: vòi phun nguyên liệu và khí phân tán
- 23: vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác
- 23': đường ống cấp khí hóa lỏng xúc tác
- 24: đường ống thu gom sản phẩm
- 25: lò gia nhiệt
- 26: cặp nhiệt điện (bộ phát hiện nhiệt độ)
- 31: tầng xúc tác (tầng cố định)
- 32: vòi phun nguyên liệu
- 32': bơm phun nguyên liệu
- 33: đường ống khí thổi
- 34: lò phản ứng
- 35: lò gia nhiệt
- 36: cặp nhiệt điện (bộ phát hiện nhiệt độ)
- 41: đáy tháp phản ứng
- 42: đỉnh tháp phản ứng
- 43: đường ống phun nguyên liệu
- 44: máy phân ly
- 45: bộ cất phân nhẹ
- 46: đường ống dẫn lên
- 47: thiết bị tái sinh
- 48: đường ống vận chuyển chất xúc tác
- 49: bể xúc tác

50: bình thu nhận dầu sản phẩm

51: bộ cắt phân đoạn

52: sản phẩm khí

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi, bao gồm bể phản ứng (6) trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1), vòi phun nguyên liệu (2) và vòi cấp khí hóa lỏng xúc tác (3) được bố trí phía trong bể, nguyên liệu và khí hóa lỏng xúc tác này được nạp từ phần trên của bể, và đường ống thu gom sản phẩm (5) được bố trí ở phần dưới của bể.
2. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo điểm 1, trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có hình trụ, có đường kính trong (D_I) nằm trong khoảng từ 1 đến 4cm, chiều cao (T) nằm trong khoảng từ 2 đến 14cm và tỷ lệ của chiều cao (T) đối với đường kính trong (D_I), $(T)/(D_I)$, nằm trong khoảng từ 1,1 đến 7,0, và có đáy bình điện phân có cấu trúc hình nón lõm xuống hoặc cấu trúc hình bán cầu.
3. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) có thể tích bên trong nằm trong khoảng từ 5 đến 40ml.
4. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất xúc tác được nạp vào bình điện phân tầng sôi xúc tác (1) khi thử nghiệm nằm trong khoảng từ 1 đến 20g.
5. Thiết bị thử nghiệm đối với chất xúc tác để crackinh xúc tác tầng sôi theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất xúc tác này có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 40 đến 100 μ m, và khối lượng riêng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1 g/ml.

Fig.1

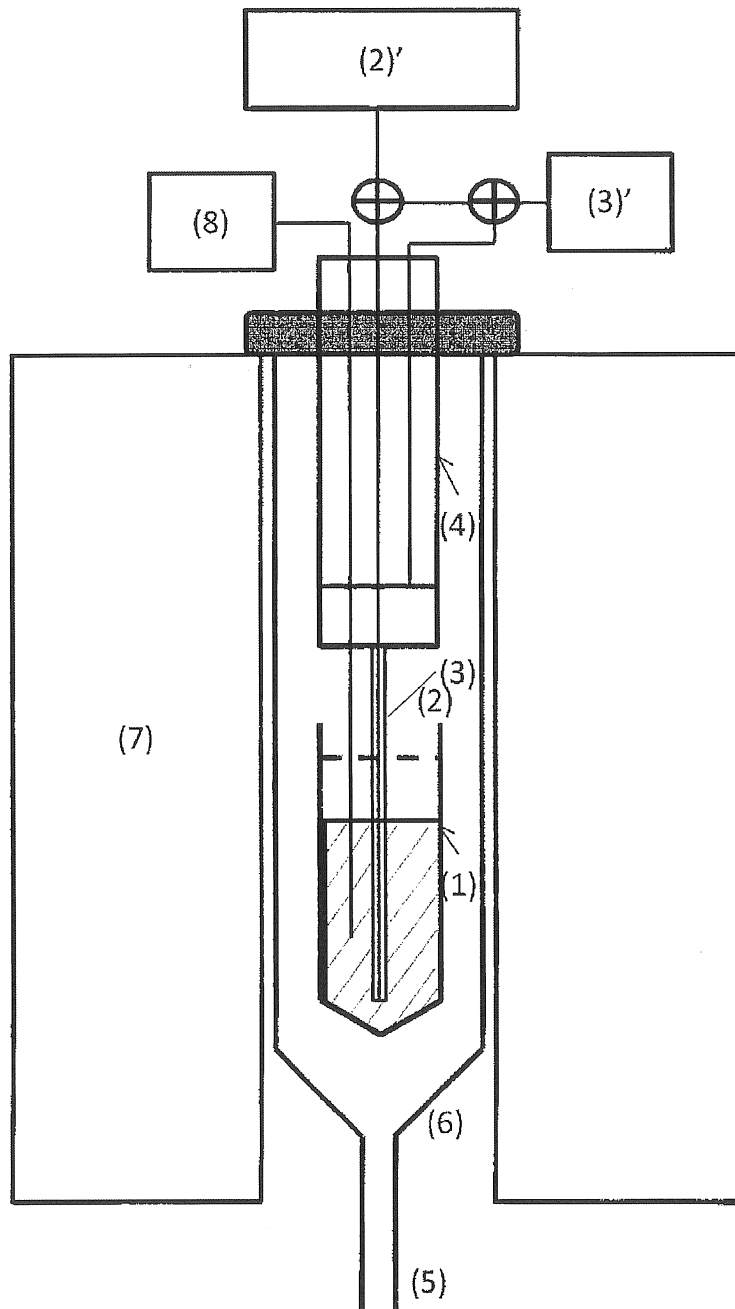


Fig.2

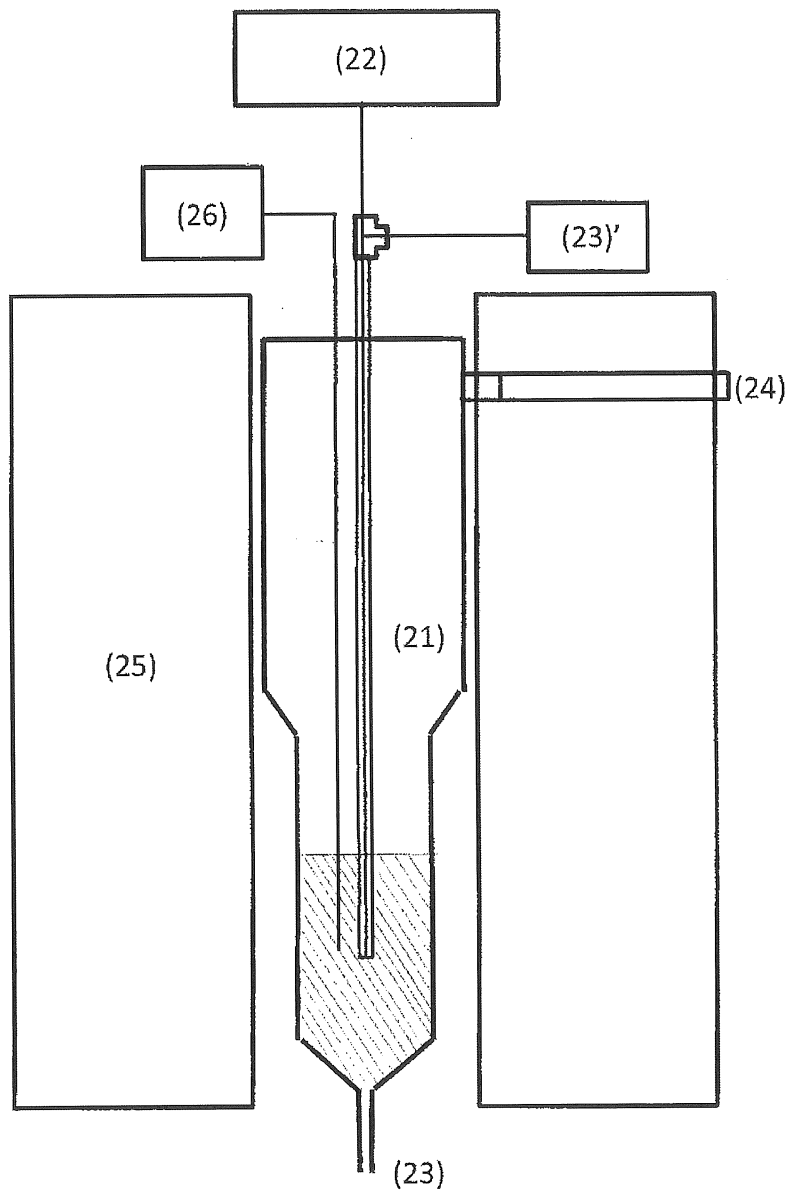


Fig.3

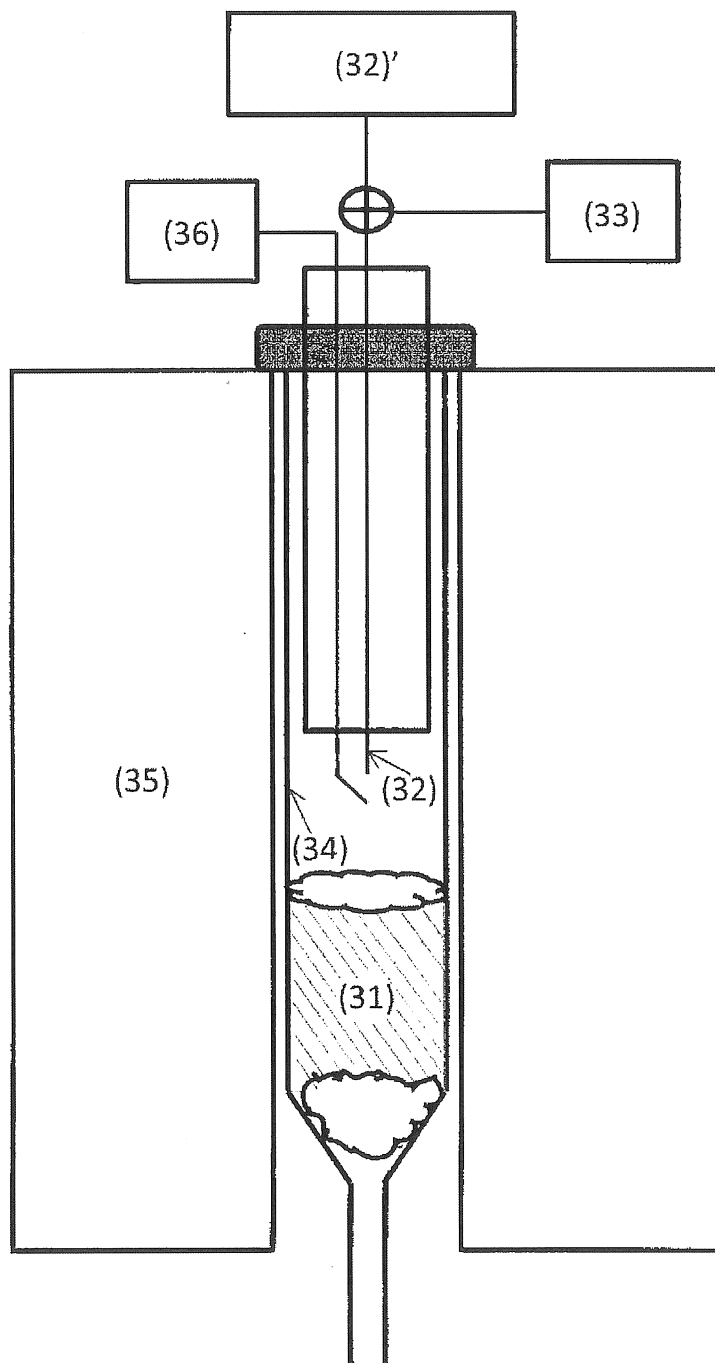


Fig.4

