



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002476

(51)

(13) **Y**

(21) 2-2020-00003

(22) 01/08/2016

(67) 1-2016-02839

(45) 25/11/2020 392

(43) 26/02/2018 359A

(73) Viện Dầu khí Việt Nam (VN)

Tòa nhà Viện dầu khí Việt Nam, 167 Trung Kính, phường Yên Hòa, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Dương Thanh Long (VN); Nguyễn Văn Phúc (VN); Nguyễn Huỳnh Hưng Mỹ (VN); Nguyễn Đông Trúc (VN).

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT ĐIÊZEN SINH HỌC GỐC B100**

(57) Giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp sản xuất điêzen sinh học gốc B100 sử dụng thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn hoạt động liên tục trong đó các môđun ống lồng xoắn có dạng ống bên trong gắn các cánh xoắn, với mục đích nhằm gia tăng tối đa đặc tính chảy rối của các dòng lưu chất nguyên liệu đi qua thiết bị với tốc độ cao, từ đó làm tăng hiệu suất thu sản phẩm điêzen sinh học, giảm thời gian lưu sản phẩm trong thiết bị phản ứng, tăng chất lượng sản phẩm điêzen sinh học. Hệ thiết bị ống lồng xoắn hoạt động tối ưu với điều kiện vận hành như sau: nhiệt độ phản ứng khoảng 60°C, hàm lượng xúc tác NaOH là 1% trọng lượng, chiều dài ống lồng xoắn là 3 m và tỷ lệ mol metanol/dầu là 6/1.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập:

Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp sản xuất diesel sinh học gốc B100, cụ thể là phương pháp sản xuất diesel sinh học gốc B100 sử dụng thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn hoạt động liên tục.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích:

Điesel sinh học thường được sản xuất thông qua quá trình chuyển vị este hóa dầu thực vật với metanol dưới tác dụng của xúc tác (đồng thể hay dị thể) hoặc không sử dụng xúc tác mà thực hiện phản ứng dưới điều kiện siêu tới hạn. Khi thực hiện quá trình sản xuất biodiesel sử dụng metanol và xúc tác kiềm NaOH hoặc KOH thường được thực hiện điều kiện áp suất thường 0,1MPa, nhiệt độ phản ứng khoảng 30-60°C, thời gian phản ứng từ 60-360 phút (Demirbas 2007). Do đặc tính của dầu và metanol khó tan lẫn vào nhau nên hiệu suất phản ứng thường bị giới hạn bởi sự tiếp xúc pha của hai nguồn nguyên liệu này.

Theo công nghệ truyền thống thì thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy trộn (thiết bị dạng liên tục và dạng mẻ) được sử dụng phổ biến. Ưu điểm chính của thiết bị khuấy dạng mẻ là cấu tạo đơn giản, tuy nhiên mô hình này mang nhiều nhược điểm như sử dụng nhiều nhân công, thời gian phản ứng kéo dài và chất lượng sản phẩm không đồng nhất.

Các thiết bị phản ứng dùng để sản xuất diesel sinh học ngày nay không ngừng được nghiên cứu cải tiến để nâng cao hiệu quả phản ứng và giảm giá thành sản phẩm. Các thiết bị này có thể thuộc các dạng sau: thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn (ống lồng xoắn reactor), thiết bị phản ứng vi sóng (microwave reactor), thiết bị vi phản ứng (micro reactor), thiết bị phản ứng thùng quay (rotational packed-bed reactor), thiết bị phản ứng dòng xung (oscillatory flow reactor)...

Thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn được sử dụng phổ biến trong công nghệ phối trộn nhiên liệu. Trong sản xuất, thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn thường được sử dụng để trộn lẫn các chất lỏng không hòa tan với nhau. Ở một số quốc gia, công nghệ này đã được sử dụng trong sản xuất diesel sinh học. Về mặt cấu tạo, thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn có dạng ống, bên trong có các tấm chặn hoặc vật

chêm với các dạng khác nhau sao cho gia tăng tối đa đặc tính chảy rôi của các dòng lưu chất nguyên liệu (như dòng dầu thực vật và dòng metanol đã được hòa tan với xúc tác) đi qua thiết bị với tốc độ cao.

So với các dạng thiết bị phản ứng khác, thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn có một số ưu điểm sau:

- Bộ phận cánh xoắn của thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn thúc đẩy quá trình phân tán của hai tác chất (dầu và metanol) trở thành gần như đồng pha, dẫn đến quá trình phản ứng xảy ra dễ dàng hơn nên thực hiện được ở nhiệt độ phòng với thời gian phản ứng rất ngắn. Quy trình sản xuất điêzen sinh học bằng công nghệ này sẽ giảm thiểu tối đa sản phẩm phụ xả phòng do điều kiện phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn và với thời gian phản ứng ngắn, giảm thiểu lượng chất thải ra môi trường và tiết kiệm năng lượng;
- Cấu tạo không có các chi tiết di động, cho nên có ưu điểm là giảm thiểu chi phí bảo dưỡng, vận hành cũng như không gian làm việc;
- Có thể thay đổi cấu trúc các chi tiết bên trong ống phản ứng để có các chế độ phối trộn phù hợp với từng loại nguyên liệu trong trường hợp cần phải đa dạng hóa nguyên liệu sản xuất điêzen sinh học;
- Quy trình hoạt động liên tục nên có thể thực hiện quá trình sản xuất ở nhiều quy mô khác nhau với chất lượng sản phẩm tạo ra đồng nhất.

Công nghệ sản xuất điêzen sinh học trong nước hiện nay chủ yếu là thực hiện gián đoạn do đó có năng suất thấp, độ chuyển hóa của nguyên liệu chưa cao nên ảnh hưởng ít nhiều đến chất lượng sản phẩm. Trong khi đó, quy trình công nghệ sản xuất điêzen sinh học theo phương pháp ống lồng xoắn có nhiều ưu điểm vượt trội nhưng còn rất mới mẻ ở Việt Nam.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của Giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp sản xuất điêzen sinh học gốc B100 sử dụng thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn hoạt động liên tục để sản xuất điêzen sinh học liên tục. Trong đó, thiết bị sản xuất điêzen sinh học dạng ống lồng xoắn, bên trong có các cánh xoắn nhằm gia tăng tối đa đặc tính chảy rôi của các dòng lưu chất nguyên liệu đi qua thiết bị với tốc độ cao, từ đó làm tăng hiệu suất thu sản

phẩm điêzen sinh học, giảm thời gian lưu sản phẩm trong thiết bị phản ứng, tăng chất lượng sản phẩm điêzen sinh học. Ống lồng xoắn có dạng ống có cánh xoắn bên trong. Nhờ kết cấu đơn giản nên ống lồng xoắn này có thể được sử dụng phổ biến trên thị trường và thiết bị có thể dễ dàng được chế tạo trong các xưởng cơ khí ở trong nước. Ống lồng xoắn (hay còn được gọi là môđun ống lồng xoắn) có mười hai cánh xoắn bên trong (các cánh xoắn được hàn vuông góc đảo chiều nhau), như được thể hiện trên Hình 1. Mỗi môđun ống lồng xoắn được lắp thêm hai mặt bích tại hai đầu để có thể kết nối nhiều môđun với nhau.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện cấu tạo của một môđun ống lồng xoắn với mười hai cánh xoắn.

Hình 1A là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện một cánh xoắn của ống lồng xoắn.

Hình 2 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện các cánh xoắn được gắn vào nhau.

Hình 3 là hình vẽ sơ lược thể hiện các môđun ống lồng xoắn lắp đặt nối tiếp nhau.

Hình 4 là hình vẽ dạng sơ đồ thể hiện hệ thống thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp sản xuất điêzen sinh học gốc B100 sử dụng thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn 15 hoạt động liên tục để sản xuất điêzen sinh học một cách liên tục. Trong đó, ống lồng xoắn 15 có dạng ống có cánh xoắn 151 bên trong. Nhờ kết cấu đơn giản nên ống lồng xoắn 15 này có thể được sử dụng phổ biến trên thị trường và thiết bị có thể dễ dàng được chế tạo trong các xưởng cơ khí ở trong nước. Ống lồng xoắn 15 (hay còn được gọi là môđun ống lồng xoắn) có mười hai cánh xoắn 151 bên trong (các cánh xoắn được hàn vuông góc đảo chiều nhau) được thể hiện trên Hình 1. Mỗi môđun ống lồng xoắn 15 được lắp thêm hai mặt bích 152 tại hai đầu để có thể kết nối nhiều môđun với nhau.

Trong đó, kích thước của một môđun ống lồng xoắn và cánh theo Giải pháp hữu ích được thể hiện trong bảng dưới đây:

Thông số kỹ thuật	Kích thước
Kích thước định danh	9,525 mm (3/8 inch)
Đường kính ngoài ống OD _{ống}	17,3 mm

Độ dày ống, mm	2,3 mm
Đường kính trong ống $ID_{\text{ống}} (\sim D_{\text{cánh}})$	12,7 mm
Chiều dài một cánh ($L_{\text{cánh}}$)	23 mm
Số cánh trong một môđun	12
Chiều dài phần cánh trong ống	276 mm
Chiều dài ống (kể cả mặt bích)	296 mm

Ở đây, cánh xoắn 151 được thiết kế với độ dày của cánh 1,5 mm, đường kính cánh $D_{\text{cánh}}$ gần bằng đường kính trong ống $ID_{\text{ống}}$ sao cho các cánh xoắn sau khi hàn liên kết có thể di chuyển được trong ống, chiều dài một cánh $L_{\text{cánh}} = 23$ mm. Mỗi cánh xoắn 180° và được gắn với cánh xoắn kế tiếp lệch một góc khoảng 90° (như được thể hiện trên Hình 2).

Môđun ống lồng xoắn 15 sau khi chế tạo, được lắp đặt trên khung đỡ và mắc nối tiếp với dòng nguyên liệu đầu vào của phản ứng (tại điểm gộp chung của các dòng tác chất metanol/xúc tác và dầu. Ở đây, với cấu tạo theo từng môđun, hệ môđun ống lồng xoắn có tính linh động cao, có thể lắp đặt kết nối nhiều môđun để tăng chiều dài thiết bị hoặc tháo ra dễ dàng; cho nên, điều này tạo thuận lợi cho việc nghiên cứu đánh giá ảnh hưởng của chiều dài ống lồng xoắn lên hiệu suất chuyển hóa thành điêzen sinh học, đồng thời thuận tiện trong việc bảo dưỡng lâu dài cho thiết bị (như được thể hiện trên Hình 3).

Hình 4 là sơ đồ thể hiện cấu tạo hệ thống thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn sản xuất điêzen sinh học bao gồm môđun ống lồng xoắn 15, bồn chứa dầu 5, bồn chứa metanol và xúc tác 6, hệ thống van, bơm để cấp nhiên liệu đến môđun ống lồng xoắn 15, nhiên liệu sau khi được hòa trộn sẽ được chuyển tới thùng chứa sản phẩm 16.

Toàn bộ hệ thiết bị được vận hành tại điều kiện thí nghiệm như sau:

Thông số kỹ thuật thử nghiệm	Đặc điểm
Dầu nguyên liệu	Dầu ăn thải, Dầu thực vật
Tỷ lệ metanol/dầu	6/1
Hàm lượng xúc tác NaOH/dầu, % trọng lượng	0,5-1
Nhiệt độ phản ứng, $^\circ\text{C}$	40-60
Chiều dài ống lồng xoắn, m	2-3

Các giá trị về tỷ lệ phối trộn metanol/dầu, hàm lượng xúc tác NaOH, nhiệt độ phản ứng được chọn dựa trên các kết quả tổng kết về nghiên cứu diêzen sinh học trên lý thuyết nhằm đảm bảo việc tổng hợp diêzen sinh học được thuận lợi (Demirbas 2009; Karmakar A. 2010; Vivek Rathore 2014). Sau quá trình sản xuất diêzen sinh học trên hệ thống thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn, hỗn hợp sản phẩm thu được bao gồm diêzen sinh học, glycerin, metanol, glyxerit chưa chuyển hóa, NaOH và nước. Pha diêzen sinh học bên trên được phân tách riêng ra khỏi pha glycerin bên dưới, sau đó được trung hòa acid, rửa nước và sấy trước khi phân tích thành phần và tính chất để đánh giá hiệu suất chuyển hóa, đánh giá chất lượng sản phẩm diêzen sinh học và là cơ sở để đánh giá lựa chọn điều kiện vận hành tối ưu của hệ thống.

Hệ thống thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn được thiết kế và lắp đặt tại Trung tâm Nghiên cứu và Phát triển Chế biến Dầu khí đã thành công trong việc tổng hợp sản phẩm diêzen sinh học từ nguyên liệu dầu ăn thải hoặc dầu thực vật và metanol, có mặt xúc tác NaOH trong thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn. Hiệu suất chuyển hóa diêzen sinh học so với dầu nguyên liệu ban đầu đạt được từ 88-94 % trọng lượng, hàm lượng este metylic trong pha diêzen sinh học sau tinh chế đạt trên 96,5 % trọng lượng. Kết quả phân tích một số chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm diêzen sinh học thu được được thể hiện theo bảng sau:

Stt	Tính chất	TCVN 7717:2007	Diêzen sinh học	Phương pháp đo
1	Hàm lượng metyl este, % trọng lượng	$\geq 96,5$	97,1	EN 14103
2	Độ nhớt động học tại 40°C, cSt	1,9-6,0	4,5	ASTM D445
3	Điểm vẫn đục, °C	-	13	ASTM D2500
4	Trị số axit, mg KOH/g	$\leq 0,50$	0,36	ASTM D664
5	Hàm lượng lưu huỳnh, mg/kg	≤ 500	-	ASTM D4294
6	Độ bền oxy hóa ở 110°C, giờ	≥ 6	15	EN 14112

Đồng thời, qua vận hành khảo sát trên hệ thống thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn, thông số thiết bị ở điều kiện vận hành tối ưu để sản xuất diêzen sinh học như sau:

Nhiệt độ phản ứng 60°C;

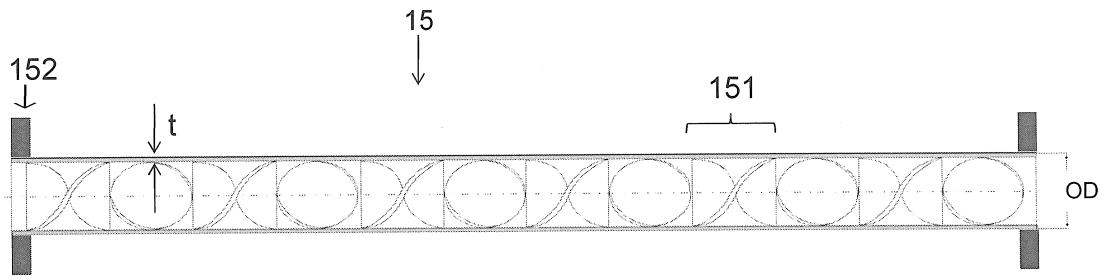
Hàm lượng xúc tác NaOH: 1% trọng lượng dầu;

Chiều dài ống lồng xoắn: 3 m;

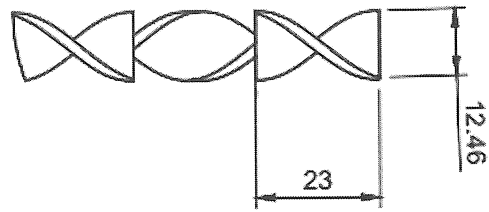
Tỷ lệ mol metanol/dầu = 6/1.

Yêu cầu bảo hộ

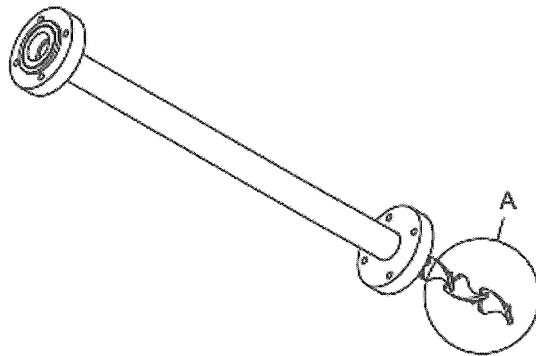
1. Phương pháp sản xuất diêzen sinh học gốc B100 sử dụng thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn hoạt động liên tục có các môđun ống lồng xoắn dạng ống; môđun ống lồng xoắn dạng ống (15) bên trong ống có bố trí các cánh xoắn (151) nhằm gia tăng tối đa đặc tính chảy rối của các dòng lưu chất nguyên liệu đi qua thiết bị với tốc độ cao, từ đó làm tăng hiệu suất thu sản phẩm diêzen sinh học, giảm thời gian lưu sản phẩm trong thiết bị phản ứng, tăng chất lượng sản phẩm diêzen sinh học; hệ thiết bị phản ứng dạng ống lồng xoắn hoạt động tối ưu với điều kiện vận hành như sau: nhiệt độ phản ứng khoảng 60°C, hàm lượng xúc tác NaOH là 1% trọng lượng, chiều dài ống lồng xoắn là 3 m và tỷ lệ mol metanol/dầu là 6/1.



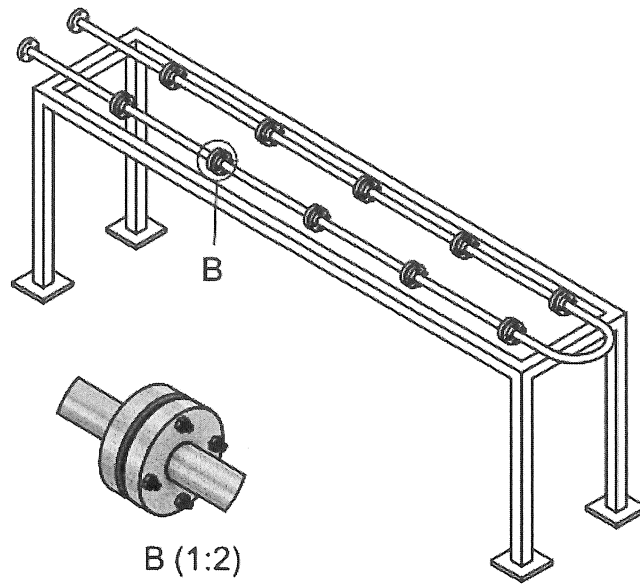
Hình 1



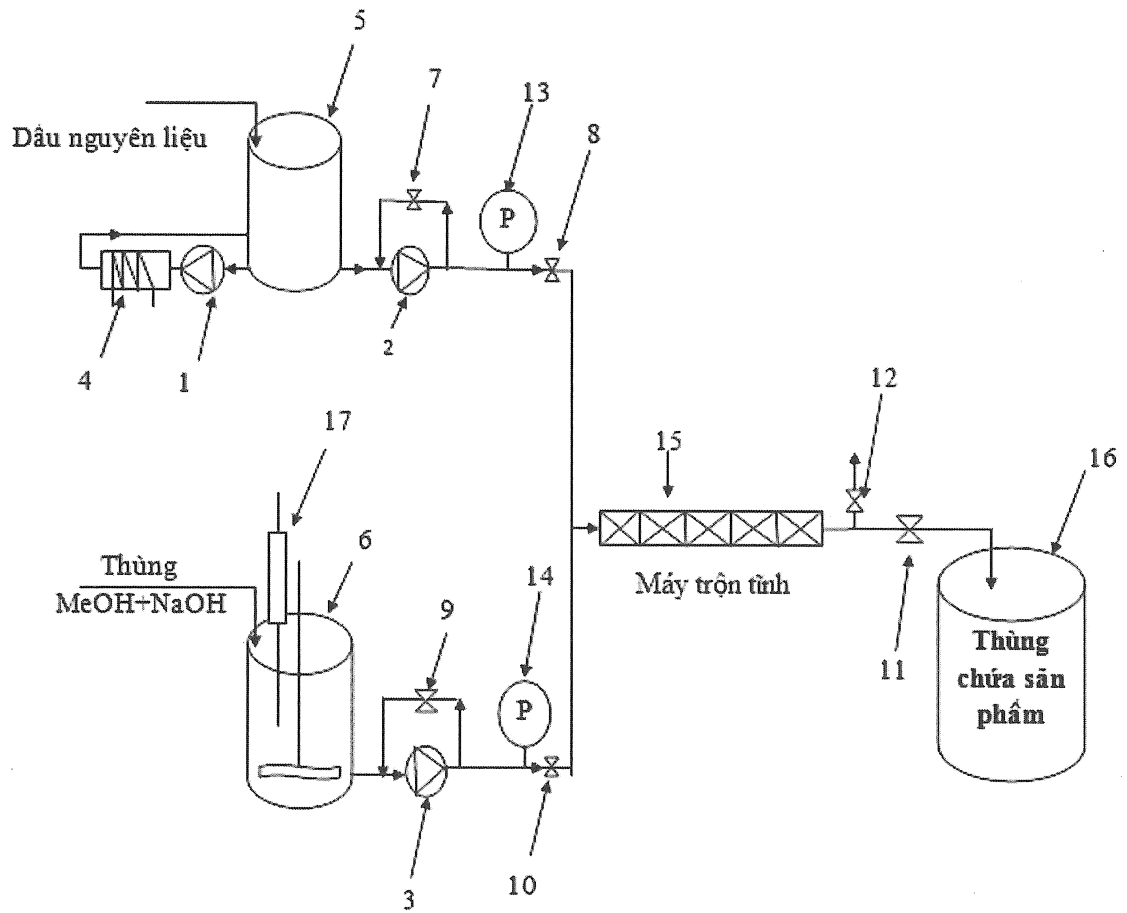
Hình 1A



Hình 2



Hình 3



Hình 4