

THIẾT KẾ VÀ VẬN HÀNH HỆ THỐNG THIẾT BỊ PHẢN ỨNG TẦNG CỐ ĐỊNH PHA HƠI

Võ Thị Mỹ Nga^{1*}, Nguyễn Hoàng Viên¹, Đào Thị Sương¹
Nguyễn Tấn Chí²

¹Trường Cao đẳng Công Thương miền Trung

²Trường Đại học Phú Yên

Tóm tắt

Hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi là một mô hình được thiết kế trên cơ sở mô phỏng các quá trình chế biến lọc hóa dầu như cracking xúc tác, đồng phân hóa xúc tác. Ngoài ra, có thể dễ dàng cải tiến để thực hiện các quá trình khác như reforming xúc tác, oxy hóa, ... Mô hình hệ thống thiết bị này đã được thiết kế hoàn thiện và vận hành ổn định tại Khoa Hóa – Tài nguyên và môi trường, Trường Cao đẳng Công Thương miền Trung. Đặc biệt, độ thu hồi sản phẩm của quá trình cracking xúc tác cận dầu là 93 – 94% gần xấp xỉ với độ thu hồi theo tiêu chuẩn ASTM D3907: 96 – 102%.

Từ khóa: cracking xúc tác, cracking tầng cố định, cracking cận dầu, hệ thống MAT-3000

Abstract

Design and operation of a fixed-bed reactor system in the vapor phase

The system of reactive vapor phase stabilizer is a model designed on the basis of petrochemical processing processes such as catalytic cracking and catalytic isomerization. In addition, it can be easily improved to implement other processes such as catalytic reforming, catalytic oxidation, ... This model of equipment system has been designed completely and operated stably at the Department of Chemistry - Natural Resources and Environment, MienTrung Industry and Trade College. In particular, the product recovery of catalytic cracking process with residue oil is 93 - 94%, approximately equivalent to the recovery 96 - 102% of ASTM D3907.

Keywords: Catalytic cracking, fixed-bed cracking, residue oil cracking, pilot MAT-3000

1. Đặt vấn đề

Các quá trình chế biến lọc hóa dầu là quá trình diễn ra nhiều phản ứng hóa học phức tạp. Việc xây dựng các hệ thống thiết bị phản ứng trên cơ sở là các mô hình thu nhỏ của một công đoạn sản xuất hay một phân xưởng sẽ đáp ứng được nhu cầu thực hành, thực nghiệm của học sinh, sinh viên ngành Phân tích sản phẩm lọc dầu. Trong đó, hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi giúp học sinh, sinh viên tiếp cận thực tế, cụ thể hóa các học phần Xúc tác lọc dầu, Quá trình thiết bị, Công nghệ chế biến dầu khí và Tổng hợp hữu cơ hóa dầu. Đồng thời, hệ thống này cũng mang lại nhiều hiệu quả ứng dụng trong lĩnh vực nghiên cứu khoa học như khảo sát và đánh giá hoạt tính và độ chọn lọc xúc tác ở các phản ứng lọc hóa dầu, có thể thực hiện nghiên cứu ở các điều kiện nhiệt độ, tỷ lệ xúc tác/nguyên liệu, tốc độ dòng thay đổi ...

Trên cơ sở đó, nhóm nghiên cứu liên ngành Hóa – Điện – Cơ của Trường Cao đẳng

* Email: vothimyinga.mtc@gmail.com

Công Thương miền Trung đã xây dựng hoàn thiện hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi và cũng đã vận hành thử nghiệm phản ứng cracking xúc tác với nguyên liệu cận dầu có độ thu hồi sản phẩm cao.

2. Cơ sở lý thuyết

2.1. Yêu cầu về các chi tiết, bộ phận thiết bị

- Lựa chọn vật liệu chế tạo ống phản ứng chịu nhiệt độ cao.
- Thiết kế, chế tạo bơm vi lượng có thể điều khiển thời gian đưa nguyên liệu vào ống phản ứng và có khả năng hút, đẩy được chất lỏng có độ nhớt cao. Yêu cầu độ kín xilanh cao.
- Thiết kế bộ phận gia nhiệt và lò bảo ôn, đảm bảo nhiệt độ gia nhiệt trên 600°C và an toàn, không bị rò rỉ nhiệt, điện.
- Thiết kế lắp đặt khung, giá đỡ.
- Lựa chọn các bộ phận kèm theo: bộ thu sản phẩm lỏng, bộ thu sản phẩm khí, các van, ống dẫn khí ...

2.2. Xây dựng hệ thống thiết bị

Quá trình xây dựng hệ thống thiết bị, gồm các bước:

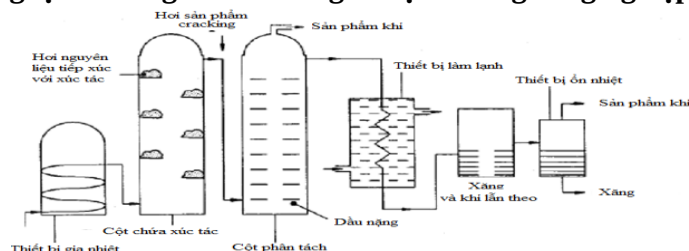
- Nhóm nghiên cứu ngành điện – điện tử thiết kế, chế tạo bơm vi lượng, bộ phận gia nhiệt và lò bảo ôn đảm bảo yêu cầu.
- Nhóm nghiên cứu ngành cơ khí thiết kế lắp đặt khung, giá đỡ và lựa chọn vật liệu chế tạo ống phản ứng đảm bảo yêu cầu.
- Nhóm nghiên cứu ngành Công nghệ Hóa: Tìm kiếm, lựa chọn bộ thu sản phẩm lỏng, bộ thu sản phẩm khí, các van, ống dẫn khí...

2.3. Phương pháp nghiên cứu, kỹ thuật sử dụng

- Kỹ thuật được sử dụng: Gia công lắp đặt các bộ phận, chi tiết, tủ điều khiển, thiết bị điện, thiết bị gia nhiệt. Thử bền, thử kín và vận hành điều chỉnh các thông số kỹ thuật để hoàn thiện hệ thiết bị phản ứng. Đo thể tích khí tạo thành. Thu các mẫu lỏng và khí gửi phân tích thành phần và tính độ chuyển hóa.

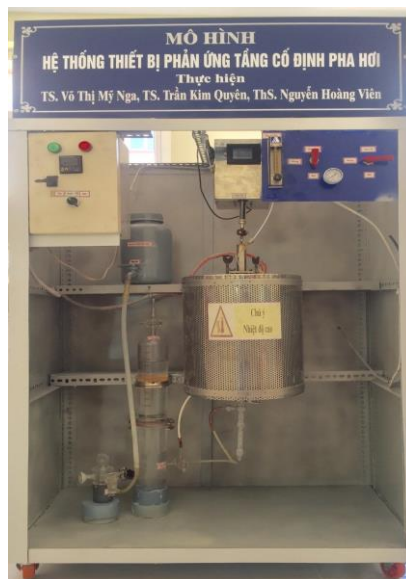
- Phương pháp nghiên cứu: được tiến hành các phản ứng thử nghiệm sau khi hoàn tất mô hình nhiều lần nhằm hiệu chỉnh thông số công nghệ của mô hình. Hướng dẫn sinh viên các bài thực hành, nghiên cứu xúc tác, đánh giá xúc tác trên hệ thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi.

2.4. Sơ đồ công nghệ cracking xúc tác tầng cố định trong công nghiệp



Hình 1. Sơ đồ công nghệ cracking xúc tác tầng cố định trong công nghiệp [3]

2.5. Mô hình thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi



Hình 2. Hình ảnh chụp mô hình hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi

3. Thực nghiệm

3.1. Nội dung thử nghiệm

- Tiến hành thực nghiệm với xúc tác cân bằng của nhà máy lọc dầu Dung Quất và nguyên liệu dầu cặn, có độ nhớt cao, có trạng thái lỏng ở nhiệt độ trên 70°C.

- Phản ứng được thực hiện lặp lại nhiều lần ở cùng một điều kiện để đánh giá độ ổn định khi vận hành.

- Các phân đoạn sản phẩm sau khi thu được sẽ được tiến hành cân, đo và phân tích trên các hệ sắc ký GC-SIMDIS, GC-GAS. Sản phẩm khí được thu qua bộ thu sản phẩm khí và thể tích khí chính bằng thể tích nước muối bão hòa được đẩy ra khỏi cột nước muối; sau đó, sẽ được thu vào túi khí, đưa đi phân tích thành phần. Sản phẩm lỏng được thu cũng sẽ được tiến hành cân khối lượng và đưa đi phân tích. Sản phẩm cốc bám trên bề mặt xúc tác cũng được tiến hành cân sau phản ứng.

3.2. Các bước vận hành

- Chuẩn bị xúc tác, cân và đưa xúc tác vào ống phản ứng
- Khởi động lò gia nhiệt, cài đặt nhiệt độ hoạt hóa xúc tác ở 500°C trong 1,5 giờ.
- Cài đặt nhiệt độ lò gia nhiệt tại nhiệt độ phản ứng và giữ ổn định tại nhiệt độ phản ứng ít nhất 0,5 giờ.
- Bơm nguyên liệu vào xilanh, nối xi lanh với ống phản ứng.
- Lắp đặt bộ thu sản phẩm lỏng và khí.
- Cài đặt tốc độ bơm nguyên liệu.
- Thực hiện thao tác bơm nguyên liệu vào ống phản ứng có chứa xúc tác.
- Thu sản phẩm lỏng đem cân và tiến hành đo GC-MS (GC-SIMDIS).
- Ghi lại lượng nước muối bão hòa bị đẩy ra khỏi cột, thu sản phẩm khí và đem sản phẩm khí đi đo GC-MS (GC-GAS).

4. Kết quả và thảo luận

4.1. Ống phản ứng

Ống trụ thẳng đứng, dài 300mm, đường kính trong 8,0 mm, đường kính ngoài 10,0 mm, bằng thép không gỉ, chịu nhiệt tới khoảng 600°C, áp suất tới 10 bar. [3, 4]

4.2. Lò gia nhiệt

Công suất: 500 - 2000 W. Nguồn điện 1 pha, 220 V. Một vùng gia nhiệt, chiều dài vùng gia nhiệt: 300 mm. Tốc độ gia nhiệt tối đa: 15 °C/phút. Khoảng nhiệt độ: 50°C-600°C. Dây gia nhiệt 150°C, 1,5m. [5]

4.3. Bơm vi lượng với màn hình cảm ứng

- Vi điều khiển chọn Atmega32 vì giá thành rẻ, xung nhịp đạt đến 16MHz nên khả năng tính toán linh hoạt.

- RTC chọn loại DS1307, thông dụng để làm nguồn giữ thời gian thực cho hệ thống.

- Động cơ bơm chọn động cơ bước vì có thể kiểm soát được số vòng, tốc độ quay có thể nhỏ nhưng mô men vẫn đạt yêu cầu

- Driver điều khiển động cơ bơm chọn loại phù hợp với loại động cơ bước.

- Xy lanh bơm chọn loại xy lanh tự động để cho việc hút và đẩy hóa chất ở hai ngõ khác nhau.

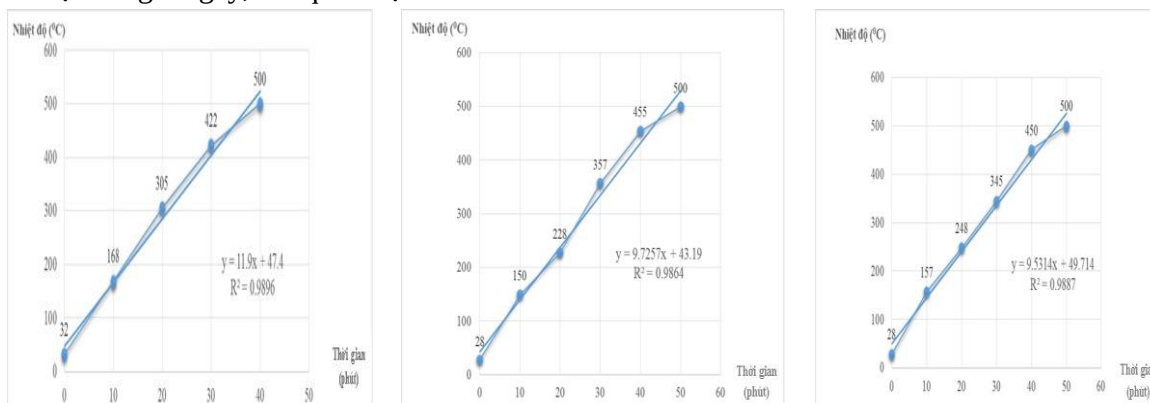
- Cảm biến phản hồi vị trí chọn công tắc hành trình để nhận biết vị trí 0 của xy lanh.

- Màn hình chọn loại HMI UART cảm ứng điện trở nextion 2.4 inch, có tích hợp cảm ứng nên trực quan cho việc quan sát và nhập thông số cài đặt.

4.4. Đánh giá độ ổn định của hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi

4.4.1. Khảo sát độ ổn định của bộ gia nhiệt

Để thực hiện các nghiên cứu về các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình cracking hoặc thực hiện đánh giá hoạt tính xúc tác, nhóm nghiên cứu thực hiện mỗi đợt 7-10 ngày/mỗi đợt. Trong quá trình gia nhiệt để hoạt hóa xúc tác, nhóm nghiên cứu ghi lại nhiệt độ tăng dần theo thời gian. Trong đợt nghiên cứu này, nhóm theo dõi tốc độ gia nhiệt của bộ gia nhiệt trong 3 ngày, kết quả được biểu diễn ở các biểu đồ sau:



Hình 3. Các biểu đồ biểu diễn tốc độ gia nhiệt của bộ gia nhiệt tại nhiệt độ cài đặt 500°C

Từ các biểu đồ trên, ta thấy được tốc độ gia nhiệt của lò gia nhiệt tương đối ổn định.

4.4.2. Khảo sát sự ổn định của hệ thống thiết bị

Để khảo sát độ ổn định của hệ thống, nhóm nghiên cứu đã tiến hành lặp lại tại nhiệt độ 500°C với nguyên liệu là phân đoạn naphtha và kết quả thu được ghi lại như sau:

Bảng 1. Lượng sản phẩm thu được khi thực hiện phản ứng ở cùng một điều kiện

Thông số	Giá trị khảo sát lập theo số lần thực hiện phản ứng		
	(1)	(2)	(3)

Nhiệt độ phản ứng, °C(T)	500	500	500
Khối lượng xúc tác, g	2,0053	2,0112	2,0091
Thể tích nguyên liệu, ml(V _o)	2	2	2
Khối lượng nguyên liệu tương ứng, g	1,7997	1,7015	1,7370
Áp suất, mmHg(P)	760	760	760
Thời gian tiếp xúc, giây	30	30	30
Chiều cao cột nước muối, ml (V _k)	50	52	51
Khối lượng sản phẩm lỏng, g (W _l)	0,8110	0,8209	0,8173
Khối lượng cốc, g (W _c)	1,3032	1,289	1,3107

Từ bảng 1, cho thấy rằng các giá trị sản phẩm thu được ở các lần thực hiện phản ứng chênh lệch không đáng kể. Một lần nữa, khẳng định sự ổn định và độ kín của hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi. Đặc biệt, lò gia nhiệt cấp nhiệt ổn định.

Ngoài ra, nhóm nghiên cứu cũng đã tiến hành thay đổi nhiệt độ phản ứng để khảo sát sự ảnh hưởng của yếu tố nhiệt đến sản phẩm. Kết quả thu được cụ thể theo bảng dưới đây:

Bảng 2. Lượng sản phẩm thu được khi thực hiện phản ứng ở các nhiệt độ khác nhau

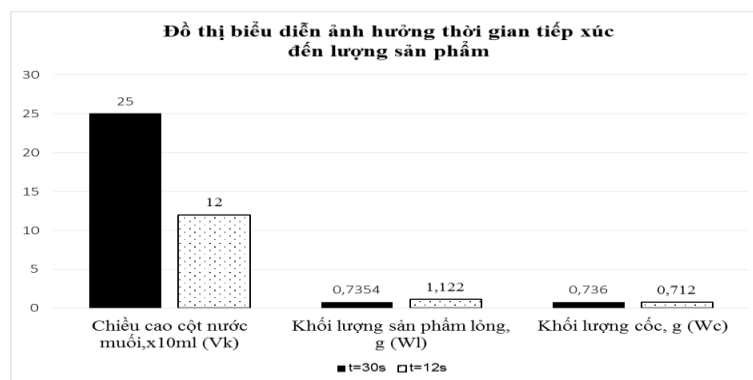
Thông số	Giá trị khảo sát lập theo sự thay đổi nhiệt độ		
	500 °C	450 °C	400 °C
Khối lượng xúc tác, g	2,0053	2,0124	2,0892
Thể tích nguyên liệu, ml(V _o)	2	2	2
Khối lượng nguyên liệu tương ứng, g	1,7997	1,756	1,7843
Áp suất, mmHg(P)	760	760	760
Thời gian tiếp xúc, giây	30	30	30
Chiều cao cột nước muối, ml (V _k)	50	45	20
Khối lượng sản phẩm lỏng, g (W _l)	0,8110	0,8960	0,9205
Khối lượng cốc, g (W _c)	1,3032	1,2942	1,2725

Như vậy, các thông số phản ứng như áp suất và các giá trị thể tích của nguyên liệu, khối lượng xúc tác FCC cân bằng không thay đổi, chỉ thay đổi nhiệt độ phản ứng. Từ kết quả thống kê, cho thấy khi nhiệt độ tăng, lượng sản phẩm khí tạo thành tăng và sản phẩm lỏng giảm. Kết quả này phù hợp với phân lý thuyết [2].

4.4.3. Khảo sát độ thu hồi sản phẩm và độ chuyển hóa

Trên cơ sở những kết quả thu được nói trên, nhóm nghiên cứu tiếp tục thử nghiệm với nguyên liệu là dầu cặn, có độ nhớt cao hơn so với phân đoạn naphtha và đã tiến hành khảo sát sự thay đổi các thông số như: nhiệt độ, tỷ lệ xúc tác/nguyên liệu và thời gian đưa nguyên liệu vào ống phản ứng, nguyên liệu có số C khác nhau ... [6]

Đặc biệt, khi tiến hành phản ứng ở cùng một áp suất 1atm và nhiệt độ 520°C và tỷ lệ tỷ lệ xúc tác/nguyên liệu ~ 2,5 nhưng thay đổi thời gian đưa nguyên liệu vào ống phản ứng (cài đặt trên bơm). Việc thay đổi thời gian đưa nguyên liệu vào ống phản ứng, tương đương với việc thay đổi thông số thời gian tiếp xúc giữa nguyên liệu và xúc tác. [6]



Hình 4. Đồ thị biểu diễn ảnh hưởng thời gian tiếp xúc đến lượng sản phẩm

Như vậy, thời gian tiếp xúc có ảnh hưởng đến lượng sản phẩm khí và lỏng. Khi tăng thời gian tiếp xúc, quá trình bẻ gãy mạch C-C diễn ra sự cracking sâu, dẫn đến việc sản phẩm khí và cốc tăng. Cũng chính vì vậy, độ chuyển hóa của mẫu được thực hiện ở thời gian tiếp xúc 30 giây (M520-30) cao hơn mẫu được thực hiện ở thời gian tiếp xúc 12 giây (M520-12).

Kết quả phân tích được của hai mẫu cũng đã gửi phân tích GC-MS để xác định thành phần khí và lỏng tạo thành sau phản ứng.

Từ đó, tính được độ thu hồi của hệ thống [1].

Bảng 3. Kết quả phân tích GC – MS

Tên mẫu	Tính theo % khối lượng					
	Khí khô	LPG	Xăng	LCO	HCO	Cốc
M520-30	7,86	32,03	44,21	4,42	2,41	9,07
M520-12	1,30	16,96	57,76	13,38	6,74	3,86

Bảng 4. Độ thu hồi của hệ thống thiết bị phản ứng tăng cô định pha hơi

Tên mẫu	Độ thu hồi (%)	Độ chuyển hóa (%)
M520-30	93,52	93,17
M520-12	93,97	79,88

Như vậy, hệ thống có độ thu hồi tương đối cao : 93 – 94%, trong đó: độ thu hồi theo tiêu chuẩn ASTM D3907: 96 – 102%.

5. Kết luận

Hệ thống thiết bị tăng cô định pha hơi đã được xây dựng bởi nhóm nghiên cứu có các đặc điểm nổi bật như sau:

- Tính sư phạm: Mô hình Hệ thống thiết bị tăng cô định pha hơi giúp cho các học sinh, sinh viên của ngành/nghề Phân tích sản phẩm lọc dầu, các ngành nghề liên quan Hóa Công nghệ tiếp cận được với thực tế, cụ thể hóa các học phần chuyên ngành. Nhóm tác giả đã xây dựng các bài thực hành mô tả các quá trình chế biến lọc dầu nhằm cụ thể hóa học phần Công nghệ chế biến dầu mỏ. Qua đó, góp phần thực hiện mục tiêu đổi mới công tác giảng dạy theo hướng đáp ứng nhu cầu xã hội.

- Tính khoa học và kỹ thuật: Mô hình Hệ thống thiết bị tăng cô định pha hơi đã kế thừa và cải tiến mô hình của Bộ môn Hóa dầu – Khoa Hóa học Trường Đại học Khoa học tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội như: đã thay bộ phận bơm nguyên liệu vận hành bằng

thông số quy ước bằng bơm nguyên liệu vi lượng tự động được điều khiển bằng màn hình cảm ứng nên dễ dàng thực hiện thay đổi các thông số thể tích, thời gian bơm mẫu; thiết kế khung đỡ hệ thống gọn nhẹ, dễ dàng di chuyển; thêm bộ phận thu hồi sản phẩm khí nên có thể thực hiện các phản ứng với nguyên liệu là các phân đoạn dầu mỏ (hỗn hợp chứa nhiều thành phần). Đồng thời, mô hình được thiết kế dựa trên hệ thiết bị SR-SCT-MAT (Đức) của Trung tâm nghiên cứu và phát triển chế biến dầu khí - Viện dầu khí Việt Nam theo tiêu chuẩn ASTM D5154, hệ thống kín và có độ thu hồi cao.

- Tính ứng dụng: Mô hình thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi không chỉ được sử dụng vào việc giảng dạy mà còn phát triển nghiên cứu khoa học của các giảng viên và học sinh, sinh viên nghề Phân tích sản phẩm lọc dầu hoặc ngành Công nghệ Hóa dầu tại các trường cao đẳng, đại học. Trong các phòng thí nghiệm lọc dầu của các Viện nghiên cứu hay trường Đại học, hệ thống MAT (*Micro Activity Test*) là một hệ thống dùng để đánh giá hoạt tính và độ chọn lọc xúc tác.

- Tính kinh tế: Giá thị trường của bơm vi lượng: từ 30-50 triệu đồng. Tổng chi phí của thiết bị bơm được nhóm thiết kế và chế tạo khoảng từ 5 – 7 triệu đồng. So với hệ thiết bị SR-SCT-MAT của Đức (~ 7-8 tỉ đồng), tổng chi phí chế tạo của mô hình này rẻ hơn nhiều (~ 70 -100 triệu) □

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Hoa Hữu Thu (2007), *Thực tập hóa học dầu mỏ*, Nhà xuất bản Quốc gia Hà Nội.
- [2] Lê Văn Hiếu (2006), *Công nghệ chế biến dầu mỏ*, Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật, Hà Nội.
- [3] J.A. Dumesic, G.W. Huber, and M. Boudart (2008), *Principles of Heterogeneous Catalysis*, Handbook of Heterogeneous Catalysis, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [4] Richardson, R.C.(1963), *Design of fixed bed catalytic reactors*, Iowa State University.
- [5] Vũ Quang Hồi và cộng sự (2006), *Phần 2 – chương 6 - Giáo trình Trang bị điện - điện tử máy công nghiệp dùng chung*, NXB Giáo dục.
- [6] Võ Thị Mỹ Nga (2017), *Xây dựng hệ thống thiết bị phản ứng tầng cố định pha hơi*, Tạp chí Thông tin Khoa học và Công nghệ, Số 2, ISSN 2354-1180.

(Ngày nhận bài: 14/09/2019; ngày phản biện: 26/09/2019; ngày nhận đăng: 02/10/2019)