(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 203699908 U
(45)授权公告日 2014.07.09

(21)申请号 201420008834.2

(22)申请日 2014.01.08

(73)专利权人 石祖嘉
地址 223300 江苏省淮安市淮阴区黄河花园别墅 4B

(72)发明人 石祖嘉

(74)专利代理机构 淮安市科翔专利商标事务所 32110
代理人 韩晓斌

(51)Int.Cl.
C01B 15/023(2006.01)

(ESM)同样的发明创造已同日申请发明专利

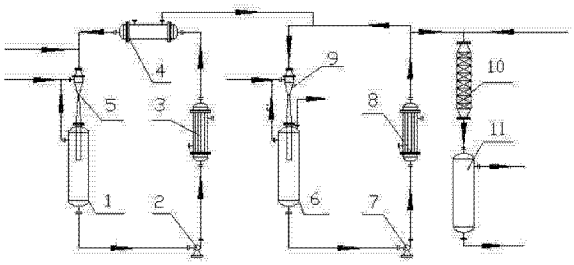
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)实用新型名称

蒽醌法双氧水生产装置

(57)摘要

本实用新型公开了蒽醌法双氧水生产装置，氢化反应器顶部安装 1#喷射器，氢化反应器底部通过管道与 1#循环泵的进口连接，1 #循环泵的出口通过管道与 1#换热器的进口连接，1 #换热器的出口通过管道与错流过滤器的进口连接，错流过滤器的出口通过管道与 1#喷射器的进口连接且该段管道上设置工作液进口；氧化反应器顶部安装 2#喷射器，氧化反应器底部通过管道与 2 #循环泵的进口连接，2#循环泵的出口通过管道与 2 #换热器的进口连接，2#换热器的出口通过管道与 2 #喷射器的进口连接且该段管道上分别设置进口；氢化液进口通过管道与错流过滤器上的氢化液出口连接，静态混合器出口通过管道与油水分离器进口连接，油水分离器的上部和下部分别设置出口。



CN 203699908 U

1. 蒽醌法双氧水生产装置，由氢化反应单元、氧化反应单元及萃取分离单元三个部分组成，其特征是：它包括氢化反应器（1）、1# 循环泵（2）、1# 换热器（3）、错流过滤器（4）、1# 喷射器（5）、氧化反应器（6）、2# 循环泵（7）、2# 换热器（8）、2# 喷射器（9）、静态混合器（10）和油水分离器（11）；氢化反应器（1）顶部安装 1# 喷射器（5），氢化反应器（1）上部与 1# 喷射器（5）之间设置氢气循环管，氢气循环管上设置氢气进口，氢化反应器（1）底部通过管道与 1# 循环泵（2）的进口连接，1# 循环泵（2）的出口通过管道与 1# 换热器（3）的进口连接，1# 换热器（3）的出口通过管道与错流过滤器（4）的进口连接，错流过滤器（4）上设置氢化液出料口，错流过滤器（4）的出口通过管道与 1# 喷射器（5）的进口连接且该段管道上设置工作液进口；以空气为氧化剂时氧化反应器顶部设置氧化尾气排放口，氧化反应器（6）顶部安装 2# 喷射器（9），氧化反应器（6）上部与 2# 喷射器（9）之间设置气体循环管，气体循环管上设置空气或氧气进口，氧化反应器（6）底部通过管道与 2# 循环泵（7）的进口连接，2# 循环泵（7）的出口通过管道与 2# 换热器（8）的进口连接，2# 换热器（8）的出口通过管道与 2# 喷射器（9）的进口连接且该段管道上分别设置氧化液出口和氢化液进口；氢化液进口通过管道与错流过滤器（4）上的氢化液出口连接，氧化液出口通过管道与静态混合器（10）进口连接，该段管道上设置纯水进口，静态混合器（10）出口通过管道与油水分离器（11）进口连接，油水分离器（11）的上部和下部分别设置萃余液出口和双氧水粗品（萃取液）出口，整体构成蒽醌法双氧水的生产装置。

2. 根据权利要求 1 所述的蒽醌法双氧水生产装置，其特征是：至少采用一级萃取分离单元，采用多级萃取分离方式时，下一级的萃取液作为上一级的萃取剂，纯水作为最后一级的萃取剂，双氧水粗品从第一级的油水分离器流出去净化工序，萃余液从最后一级油水分离器流出去再生循环使用。

蒽醌法双氧水生产装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及双氧水生产装置，具体涉及蒽醌法双氧水生产装置。

背景技术

[0002] 双氧水是一种绿色化工产品 ，其生产和使用过程几乎没有污染，故被称为“清洁”的化工产品，其应用前景日趋看好。最初双氧水仅用于医药和军工，逐步应用于化学品合成、纺织、造纸、环保、食品、医药、冶金和农业等广泛领域，市场需求日益扩大。

[0003] 双氧水的生产方法有多种，其中蒽醌法生产双氧水是目前世界上该行业最为成熟的生产方法之一，国外大型的生产厂家都采用蒽醌法生产双氧水，国内目前双氧水的制备也几乎都是蒽醌法。该方法具体生产工艺为 :2- 烷基蒽醌与有机溶剂（C_9 ～ C_{10}）配制成工作溶液，在压力为 0.30 ～ 0.50MPa、温度 55℃～ 65℃、催化剂（Ni 或 Pd）存在的条件下，通入 H_2 进行氢化，再在 40 ～ 44℃与空气进行逆流氧化，经萃取、再生、精制与浓缩得到 H_2O_2 水溶液成品。

[0004] 国内外蒽醌法生产双氧水的主要化学反应和基本原理相同，但具体的技术方案有所差别，主要区别在于工作液组成、氢化催化剂及采用的氢化方式。目前采用的氢化方式主要有悬浮床镍或钯碳催化剂工艺、固定床钯催化剂工艺和流化床钯碳催化剂反应工艺。

[0005] 国内 20 世纪 80 年代中期以前，双氧水的生产主要以镍催化剂搅拌釜氢化蒽醌法工艺为主，随着生产能力的不断扩大，与搅拌釜工艺相比，以钯为催化剂的固定床工艺逐渐显示出其优越性 :氢化设备结构简单，装置生产能力大，生产过程中不需经常补加催化剂，安全性能好，操作方便，借助于计算机集散控制技术，可大大提高装置的安全性能，该工艺已成为双氧水生产发展的方向。钯催化固定床工艺虽操作简单、催化剂不用分离，但也存在明显缺陷，诸如各部分反应不均匀，易形成短路，造成局部热点，容易产生工作液降解，催化剂粉碎、结块、利用率低，反应速度受氢的扩散影响，国内广泛使用的固定床加氢效率（以 H_2O_2 计）一般为 6g/L ～ 7g/L，与国外采用的流化床加氢效率可达 18g/L 以上相比，存在巨大差距。

[0006] 流化床工艺虽然能够大大提高装置生产效率，降低生产成本，使蒽醌氢化反应均匀，避免反应过程局部热点形成而导致工作液降解，有利于提高双氧水产品质量，更好地满足食品等行业的需求，但是目前在国内还没有出现氢化流化床的文献报道，只有上海阿托菲纳双氧水公司和福建第一化工厂引进国外技术采用钯催化氢化流化床的专利工艺。

[0007] 不论是固定床工艺还是流化床工艺，除了氢化反应设备不同外，其它部分基本相同。

[0008] 氢化液的氧化是在带有分散器的三节空塔组成的氧化塔中进行的，现有的氧化方式和氧化设备存在着以下缺点 :气流分布不均匀，气液接触不充分，传质效果差，空气利用效率及氧化效率低 ;氢化液氧化不完全，加重了后续工序的负担，运行不平稳 ;冷却不均匀，双氧水易分解。

[0009] 双氧水的萃取是在筛板塔内进行的，纯水和氧化液进行逆流萃取、分离，这种萃取

方式存在以下缺点：两相混合不充分，需要的纯水量大，分离出来的双氧水浓度低，影响设备生产能力等。

[0010] 另外，现有的蒽醌法双氧水生产装置还存在着设备多、结构复杂、体积大、占地面积大、设备投资大等缺点。

发明内容

[0011] 本实用新型的目的在于：根据蒽醌法生产双氧水氢化、氧化反应分别为气－液－固三相和气－液两相反应，反应速率及总效率受传质效果控制这一特征，提供一种新型的蒽醌法双氧水生产装置，以解决现有蒽醌法双氧水生产装置存在的诸多缺陷。

[0012] 本实用新型的技术解决方案是：该双氧水生产装置由氢化反应单元、氧化反应单元及萃取分离单元组成；它包括氢化反应器、1# 循环泵、1# 换热器、错流过滤器、1# 喷射器、氧化反应器、2# 循环泵、2# 换热器、2# 喷射器、静态混合器及油水分离器；氢化反应器顶部安装 1# 喷射器，氢化反应器上部与 1# 喷射器之间设置氢气循环管，氢气循环管上设置氢气进口，氢化反应器底部通过管道与 1# 循环泵的进口连接，1# 循环泵的出口通过管道与 1# 换热器的进口连接，1# 换热器的出口通过管道与错流过滤器的进口连接，错流过滤器上设置氢化液出料口，错流过滤器的出口通过管道与 1# 喷射器的进口连接且该段管道上设置工作液进口；氧化反应器顶部设置氧化尾气排放口，氧化反应器顶部安装 2# 喷射器，氧化反应器上部与 2# 喷射器之间设置气体循环管，气体循环管上设置空气或氧气进口，氧化反应器底部通过管道与 2# 循环泵的进口连接，2# 循环泵的出口通过管道与 2# 换热器的进口连接，2# 换热器的出口通过管道与 2# 喷射器的进口连接且该段管道上分别设置氧化液出口和氢化液进口；氢化液进口通过管道与错流过滤器上的氢化液出口连接，氧化液出口通过管道与静态混合器进口连接，该段管道上还设置纯水进口，静态混合器出口通过管道与油水分离器进口连接，油水分离器上部和下部分别设置萃余液出口和双氧水粗品（萃取液）出口，整体构成蒽醌法双氧水生产装置。

[0013] 本实用新型采用一只空的压力罐作为氢化反应器，并配置循环泵、换热器、错流过滤器及喷射器构成一个氢化反应单元；生产时，启动循环泵，氢化反应器内混合催化剂的氢化液通过循环泵首先进入换热器，移走反应热，维持体系反应温度，再通过错流过滤器分离出氢化液，一小部分氢化液从错流过滤器上氢化液出口流向氧化反应单元，绝大部分氢化液与催化剂一起运去循环，与新鲜的工作液一起进入喷射器，经过喷射器高速喷射，气室内形成负压，氢气和含有催化剂的工作液剧烈混合，气－液－固三相充分接触，在混合区高效反应，冲出后继续在反应器中反应，经过缓冲，气体和液体分离，气体回到反应器上部，通过循环管被喷射器再次吸入继续参于反应，氢化反应器内混合催化剂的氢化液进入循环泵再进入换热器及错流过滤器，氢化液连续采出，反应继续循环进行。

[0014] 本实用新型采用一只空的压力罐作为氧化反应器，并配置循环泵、换热器及喷射器构成一个氧化反应单元；生产时，向反应器内注入反应液，启动循环泵，氧化反应器内的氧化液通过循环泵首先进入换热器，移走反应热，维持体系反应温度，一小部分氧化液从氧化液出口流向静态混合器，绝大部分氧化液去循环，与来自氢化单元的氢化液一起，进入喷射器，经过喷射器高速喷射，气室内形成负压，将反应器内反应液吸入，气体和反应液剧烈混合，在混合区高效反应，冲出后继续在反应器中反应，经过缓冲，气体和液体分离，气体回

到反应器上部，通过循环管被喷射器再次吸入继续参于反应，氧化反应器内的氧化液将再次被循环泵吸走，进入换热器换热后，采出一小部分氧化液，大部分氧化液再进入喷射器，反应继续进行。

[0015] 本实用新型至少采用一级萃取分离单元，采用多级萃取分离方式时，下一级的萃取液作为上一级的萃取剂，纯水作为最后一级的萃取剂，双氧水粗品从第一级的油水分离器流出去净化工序，萃余液从最后一级油水分离器流出去再生循环使用。

[0016] 本实用新型具有以下优点：

[0017] 1、氢化、氧化反应单元喷射器及循环泵的使用，不仅使反应体系获得了极高的传质效果，提高了反应速率，还使得整个反应体系实现快速的循环，保证了反应体系内的温度各处均等，反应平稳而快速进行；极佳的传质效果，使加氢效率（以H_2O_2计）可达25g/L以上，反应速度快、反应时间短，大大提高了生产效率高；良好的传热效果，使蒽醌氢化反应均匀，避免了反应过程局部过热而导致工作液分解，提高了双氧水产品质量高。

[0018] 2、设备结构及工艺流程简单，体积小，一套10万t/a的双氧水（27.5%）装置所采用的反应器体积只有$2m^3$左右，是流化床或悬浮床反应器体积的几十分之一，设备投资大大节省，同样生产能力的固定床（或悬浮床）工艺装置设备投资为本实用新型的8～10倍。

[0019] 3、极大地减少了贵金属（Pd/C）催化剂和工作液的使用量，利用率高，消耗量少，只有现有反应器结构使用量的几十分之一，从而节省了运行成本与投资。

[0020] 4、氧化单元采用纯氧作为氧化剂时，只需在氧化反应器上部的呆端灌注氮气形成氮封，既提高了装置的安全性，又可使之成为无排放的安全顶部空间，既达到安全生产，又不产生氧化尾气，实现清洁生产。

[0021] 5、氢化、氧化反应单元采用外置式换热器，使得换热面积不受反应器容量及反应物料的限制，可以根据生产需要配置换热器面积的大小。

[0022] 6、采用静态混合器和油水分离器取代现有工艺的萃取塔，氧化液和纯水在静态混合器内充分混合后进入油水分离器，根据双氧水和工作液的不相溶性和比重不同进行分离。由于静态混合器有非常好的混合功能，能够获得很好的萃取效果；同时萃取分离单元至少采用一级，如果采用多级萃取分离，无需浓缩即可获得高浓度的双氧水产品，浓度可高达40～50%，既减少了设备投入，又实现了节能减排。

[0023] 7、设备实现了小型化，减少了装置的占地面积，节省用地百分之五十以上；简化了工艺流程，降低了用工成本。

附图说明

[0024] 图1为本实用新型的结构原理流程示意图。

[0025] 图2为本实用新型的多级萃取分离流程及物料走向示意图。

[0026] 图中：1 氢化反应器、2 1#循环泵、3 1#换热器、4 错流过滤器、5 1#喷射器、6 氧化反应器、7 2#循环泵、8 2#换热器、9 2#喷射器、10 静态混合器、11 油水分离器。

具体实施方式

[0027] 如图1所示，该双氧水生产装置由氢化反应单元、氧化反应单元及萃取分离单元组成；它包括氢化反应器1、1#循环泵2、1#换热器3、错流过滤器4、1#喷射器5、氧化反应器

6、2# 循环泵 7、2# 换热器 8、2# 喷射器 9、静态混合器 10 和油水分离器 11 ；氢化反应器 1 顶部安装 1# 喷射器 5，氢化反应器 1 上部与 1# 喷射器 5 之间设置氢气循环管，氢气循环管上设置氢气进口，氢化反应器 1 底部通过管道与 1# 循环泵 2 的进口连接，1# 循环泵 2 的出口通过管道与 1# 换热器 3 的进口连接，1# 换热器 3 的出口通过管道与错流过滤器 4 的进口连接，错流过滤器 4 上设置氢化液出料口，错流过滤器 4 的出口通过管道与 1# 喷射器 5 的进口连接且该段管道上设置工作液进口 ；以空气为氧化剂时在氧化反应器顶部设置氧化尾气排放口，氧化反应器 6 顶部安装 2# 喷射器 9，氧化反应器 6 上部与 2# 喷射器 9 之间设置气体循环管，气体循环管上设置空气或氧气进口，氧化反应器 6 底部通过管道与 2# 循环泵 7 的进口连接，2# 循环泵 7 的出口通过管道与 2# 换热器 8 的进口连接，2# 换热器 8 的出口通过管道与 2# 喷射器 9 的进口连接且该段管道上分别设置氧化液出口和氢化液进口 ；氢化液进口通过管道与错流过滤器 4 上的氢化液出口连接，氧化液出口通过管道与静态混合器 10 进口连接，该段管道上还设置纯水进口，静态混合器 10 出口通过管道与油水分离器 11 进口连接，油水分离器 11 的上部和下部分别设置萃余液出口和双氧水粗品（萃取液）出口，整体构成蒽醌法双氧水生产装置。

[0028] 如图 2 所示，为多级萃取分离，下一级的萃取液作为上一级的萃取剂，纯水作为最后一级的萃取剂，双氧水粗品从第一级的油水分离器流出去净化工序，萃余液从最后一级油水分离器流出去再生循环使用。

[0029] 生产时，向氢化反应器中注入工作液，开车前各项准备工作做好后开启 1# 循环泵 2，并将工作液和氢气连续送入氢化反应器 1，进行加氢反应，含催化剂的氢化液通过 1# 循环泵 2 送入 1# 换热器 3 移走反应产生的热量，维持体系反应温度，再进入错流过滤器 4，分离出一部分氢化液进入氧化反应器 6 进行氧化反应，另一部分含催化剂的氢化液去循环，与新鲜的工作液一起进入 1# 喷射器 5 喷射入氢化反应器 1，氢化反应继续进行 ；进入氧化反应器 6 的氢化液与氧气进行氧化反应，生成的氧化液通过 2# 循环泵 7 送入 2# 换热器 8 移走反应产生的热量，维持体系反应温度，一部分氧化液去循环，与来自错流过滤器的氢化液一起进入 2# 喷射器 9 喷射入氧化反应器 6，氧化反应继续进行，另一部分氧化液进入静态混合器 10 与纯水混合萃取，混合萃取后进入油水分离器 11 进行分离，分离出的萃余液从油水分离器 11 的上部流出再生后回氢化反应器循环使用，双氧水粗品（也叫萃取液）从油水分离器 11 下部流出去净化工序净化得双氧水成品。

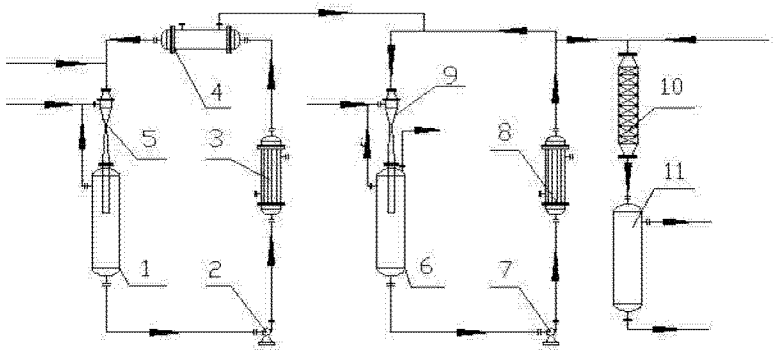


图 1

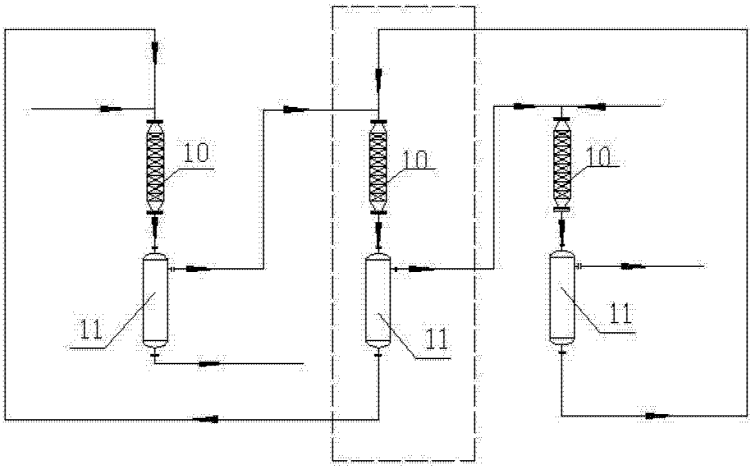


图 2