

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B01F 5/02 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910038985.6

[43] 公开日 2009年9月30日

[11] 公开号 CN 101543736A

[22] 申请日 2009.4.24

[21] 申请号 200910038985.6

[71] 申请人 华南理工大学

地址 510640 广东省广州市天河区五山路 381 号

[72] 发明人 樊栓狮 杨亮 郎雪梅 裴飞

[74] 专利代理机构 广州粤高专利代理有限公司
代理人 何淑珍

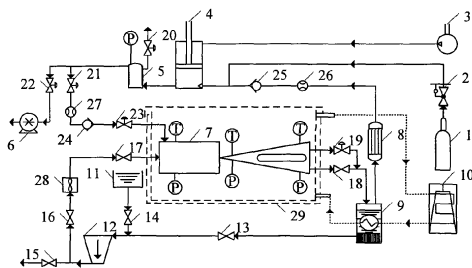
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种喷射制备气体水合物的可视化装置

[57] 摘要

本发明公开了一种喷射制备气体水合物的可视化装置，包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒液循环回路、喷射反应器和冷媒恒温箱。气体增压泵前另连接气体减压阀、气瓶和空气压缩机，缓冲罐外连有真空泵和压力表；反应水循环回路上连有柱塞泵、液体流量计、阀门、反应器和储罐，柱塞泵前另连接水箱和阀门；冷媒液循环回路上设有低温恒温槽，可为缓冲罐、储罐和冷媒恒温箱提供冷媒液；本发明可使气体与反应水充分接触混合后喷射雾化，增大气-水接触面积，缩短水合反应的诱导时间，极大提高气体水合物的生成速率，实现气体水合物的快速生成，是一种高效制备气体水合物的装置。



1、一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于，包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒液循环回路、反应器和冷媒恒温箱，其中：

所述气体循环回路连有气瓶（1）、气体增压泵（4）、缓冲罐（5）、储罐（9）和除水器（8），气体循环回路通过管路连接到反应器（7）的气体进口（37），反应器（7）中未反应的气体经反应器（7）的气液出口（38）进入储罐（9），然后经除水器（8）回到气体循环回路的气体增压泵（4），最后利用空气压缩机（3）压入缓冲罐（5）循环使用；

所述反应水循环回路连有水箱（11）、柱塞泵（12）和储罐（9），反应水循环回路通过管路连接到反应器（7）的反应水进口（36），反应器（7）中未反应的水从气液出口（38）流入储罐（9）中，然后经柱塞泵（12）增压至反应器（7）循环使用；

所述冷媒液循环回路上设有低温恒温槽（10），低温恒温槽（10）为缓冲罐（5）、储罐（9）和冷媒恒温箱（29）提供循环冷媒液，通过循环冷媒液对缓冲罐（5）、储罐（9）和反应器（7）进行恒温控制；

所述反应器（7）进水管中设有调节喷嘴（30）面积的针阀（35），通过旋转针阀（35）的阀柄使针阀（35）向前旋进，针头和喷嘴（30）之间的空隙逐渐减小，进而控制进水的流量，反应器设有与卷吸室（31）相通的气体进口（37），卷吸室（31）与喉管（32）以及喉管（32）与扩散管（33）通过焊接连为一体；喉管（32）末端装有流控器（39），扩散管（33）处开有椭圆形玻璃视窗（34）；

所述反应器（7）置于冷媒恒温箱（29）中，冷媒恒温箱（29）前侧开有一玻璃视窗，与反应器（7）上的视窗（34）相对应，便于观察。

2、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于气体被高压反应水卷吸进所述卷吸室（31）处，气液在喉管（32）处进行混合，最后通过流控器（39）在扩散管（33）处喷射雾化，在高压低温环境下生成气体水合物。

3、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述反应器（7）的扩散管（33）处开有视窗（34），以观察反应器内雾化效果及水合情况。

4、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述反应器（7）的喉管（32）末端和流控器（12）通过螺纹连接，通过更换流控器（12）来改变喉管（32）末端的孔径。

5、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述反应器（7）的卷吸室（31）、喉管（32）和扩散管（33）处均装有温度传感器（40、41、42）和压力传感器（43、44、45）以测量各处的温度和压力。

6、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述气体循环回路上还装有气阀（19、21、23）、止回阀（24、25）和气体流量计（26、27）；所述反应水循环回路还装有阀门（13、16、17、18）和液体流量计（28）。

7、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述缓

冲罐（5）的支路上连有真空泵（6）和压力表。

8、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于与所述气体增压泵（4）和柱塞泵（12）相连接的管路分别设有气体安全阀（20）和液体安全阀（15）。

9、根据权利要求1所述的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，其特征在于所述缓冲罐（5）外置冷媒夹套，储罐（9）内置冷媒盘管，冷媒恒温箱（29）的不锈钢夹套内置保温棉。

一种喷射制备气体水合物的可视化装置

技术领域

本发明涉及合成气体水合物的气液分散技术，具体涉及一种喷射制备气体水合物的可视化装置。

背景技术

气体水合物是由某些气体（或易挥发液体）和水在低温高压条件下形成的一类笼型包络状晶体。不同气体生成气体水合物所需温度和压力条件不同，形成气体水合物的种类也不同。气体水合物具有储气量大、运输方便、使用安全的特点，但目前合成气体水合物的技术还不太成熟，尤其是对于难以形成水合物的气体，温度和压力条件不易控制，水合速率也很难提高，因此该技术的应用急需一种高效制备气体水合物的装置。

目前，用于制备气体水合物的技术主要有四种：静止接触法、多孔介质填充法、气泡扰动法和机械搅拌法。（1）静止接触法是在无扰动的情况下，使气液两相在相界面处直接接触，气体通过相界面扩散至水中，经过结晶成核、生长，最终形成气体水合物。（2）多孔介质填充法是一种采用多孔介质加速气体水合物生成的技术，将气体通入多孔介质中，增大气液接触面积，快速生成气体水合物。（3）气泡扰动法是使气体通过反应器内的孔板而产生气泡，气泡在水中不断上升、破碎，增大气体在水中的溶解度，缩短水合诱导时间，从而加快水合物成核、生长。（4）机械搅拌法是在反应器内设置一个搅拌器，通过搅拌可加速气体在水中的溶解，促使气体和水充分接触，缩短水合诱导时间，增加水合速率。还有将气泡扰动法和机械搅拌法相结合的方法，是在反应器内同时设置孔板和搅拌器，可进一步增大气体和水的接触面积，加速气体水合物的生成。

但以上方法存在缺点：①气体与水的接触面积都很有有限，很大程度上影响了气体水合物的生成速率；②气体水合物的合成不是连续的，不断生成的水合物阻止了气体在水中的扩散，增加了吹气动力和搅拌动力，这在经济上是不提倡的；③机械搅拌时产生的热效应，也会不可避免地影响水合条件。

发明内容

本发明的目的在于克服现有技术的缺点，提供了一种喷射制备气体水合物的可视化装置，通过气液混合物同时喷射，形成雾状流或者泡沫流，增大了气体在水中溶解度，增加了气液接触面积，缩短了水合诱导时间，可实现水合物高效、快速的生成，同时利用可视化窗口可对混合流体状态和反应情况的观察。

本发明目的通过以下技术方案来实现。

一种可视化喷射高效制备气体水合物的装置，包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒液循环回路、反应器和冷媒恒温箱。

一种喷射制备气体水合物的可视化装置，包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒

液循环回路、反应器和冷媒恒温箱，其中：

所述气体循环回路连有气瓶 1、气体增压泵 4、缓冲罐 5、储罐 9 和除水器 8，气体循环回路通过管路连接到反应器 7 的气体进口 37，反应器 7 中未反应的气体经反应器 7 的气液出口 38 进入储罐 9，然后经除水器 8 回到气体循环回路的气体增压泵 4，最后利用空气压缩机 3 压入缓冲罐 5 循环使用；

所述反应水循环回路连有水箱 11、柱塞泵 12 和储罐 9，反应水循环回路通过管路连接到反应器 7 的反应水进口 36，反应器 7 中未反应的水从气液出口 38 流入储罐 9 中，然后经柱塞泵 12 增压至反应器 7 循环使用；

所述冷媒液循环回路上设有低温恒温槽 10，低温恒温槽 10 为缓冲罐 5、储罐 9 和冷媒恒温箱 29 提供循环冷媒液，通过循环冷媒液对缓冲罐 5、储罐 9 和反应器 7 进行恒温控制；

所述反应器 7 进水管中设有调节喷嘴 30 面积的针阀 35，通过旋转针阀 35 的阀柄使针阀 35 向前旋进，针头和喷嘴 30 之间的空隙逐渐减小，进而控制进水的流量，反应器设有与卷吸室 31 相通的气体进口 37，卷吸室 31 与喉管 32 以及喉管 32 与扩散管 33 通过焊接连为一体；喉管 32 末端装有流控器 39，扩散管 33 处开有椭圆形玻璃视窗 34；

所述反应器 7 置于冷媒恒温箱 29 中，冷媒恒温箱 29 前侧开有一玻璃视窗，与反应器 7 上的视窗 34 相对应，便于观察。

气体被高压反应水卷吸进所述反应器 7 的卷吸室 31 处，气液在喉管 32 处进行混合，最后通过流控器 39 在扩散管 33 处喷射雾化，在高压低温环境下生成气体水合物。

所述反应器 7 的扩散管 33 处开有视窗 34，以观察反应器内雾化效果及水合情况。

所述反应器 7 的喉管 3 末端和流控器 12 通过螺纹连接，通过更换流控器 12 来改变喉管 3 末端的孔径。

所述反应器 7 的卷吸室 31、喉管 32 和扩散管 33 处均装有温度传感器（40、41、42）和压力传感器（43、44、45）以测量各处的温度和压力。

所述气体循环回路上还装有气阀（19、21、23）、止回阀（24、25）和气体流量计（26、27）；所述反应水循环回路还装有阀门（13、16、17、18）和液体流量计 28。

所述缓冲罐 5 的支路上连有真空泵 6 和压力表。

所述气体增压泵 4 和柱塞泵 12 相连接的管路分别设有气体安全阀 20 和液体安全阀 15。

所述缓冲罐 5 外置冷媒夹套，储罐 9 内置冷媒盘管，冷媒恒温箱 29 的不锈钢夹套内置保温棉。

整套装置的运行步骤是：①开启真空泵 6，实现缓冲罐 5、反应器 7、储罐 9 及各气路管线所需真空度要求；②启动冷媒液循环回路，控制缓冲罐 5、反应器 7 和储罐 9 的温度；③利用空气压缩机 3 和气体增压泵 4 将气瓶 1 中的气体增压入缓冲罐 5，达到所需压力（10MPa 左右），由缓冲罐 5 释放部分气体到反应器 7 和储罐 9 中，然后关闭气瓶 1，使储罐 9 中气体被气体增压泵 4 增压入缓冲罐 5，实现气路循环；④适量反应水由水箱 11 经柱塞泵 12 增压后经反应器 7 喷嘴 30 喷出，在卷吸室 31 卷吸循环的气体，气体和反应水初步混合后，在反应器喉管 32 处进行能量和质量的交换（包括温差引起的热量交换），最后在

扩散管 33 处喷射雾化，雾化后的雾滴和气体充分接触后，在低温条件下增加反应器 7 内气体压力，短时间内就可以在视窗 34 中看到有水合物晶体生成。反应器 7 上的针阀 35 可以控制喷嘴 30 面积，进而控制反应水进入量；反应器 7 的喉管 32 末端装有流控器 39，可进行喉管 32 末端孔径的更改；反应器 7 外部的冷媒恒温箱 29 对反应器内部进行恒温控制，同时会将水合反应过程中放出的热量换走，冷媒恒温箱不锈钢夹套内置保温棉；气体循环回路上安有气体流量计（26、27）监测气体流量；反应器 7 喷嘴 30 处、喉管 32 处、扩散管 33 处均设有温度和压力传感器对反应条件进行测量；气体流量计 26 前设有除水器 8，用于从储罐 9 中出来气体的除湿；气体增压泵 4 和柱塞泵 12 分别设有气体安全阀 20 和液体安全阀 15，防止气压或水压过大造成设备的损坏。

本发明的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，有如下特点：

- (1) 反应器 7 扩散管 33 处设有玻璃视窗 34 用以观察反应器 7 内雾化效果及水合情况。
- (2) 反应器 7 喷嘴 30 处设有针阀 25 用以调节喷嘴 30 面积，进而控制反应水进入量。
- (3) 反应器 7 喉管 32 末端装有流控器 39，可进行喉管 32 末端孔径的更改。
- (4) 气体循环回路上有气体增压泵 4、缓冲罐 5、气阀（19、21、23）、气体流量计（26、27）、止回阀（24、25）及除水器 8。
- (5) 反应水循环回路上有柱塞泵 12、阀门（13、16、17、18）、液体流量计 28 及储罐 8。
- (6) 低温恒温槽 9 可控制缓冲罐 5、反应器 7 和储罐 9 的温度。
- (7) 缓冲罐 5 外置冷媒夹套，储罐 9 内置冷媒盘管，冷媒恒温箱 29 夹套内置保温棉。
- (8) 气体增压泵 4 和柱塞泵 12 分别设有气体安全阀 20 和液体安全阀 15。

本发明与现有技术相比，具有如下优点和有益效果：

现有制备水合物的喷射雾化技术只针对液体进行喷射雾化，再与气体接触混合，而且进液流量不能控制，雾化效果和水合反应情况不能观察。本发明的一种喷射制备气体水合物的可视化装置，通过液体卷吸气体，再对气液混合物同时喷射，形成雾状流或者泡沫流，在增大气体在水中溶解度、增加气液接触面积、缩短水合诱导时间和提高水合速率等方面，比现有技术效果更明显，可实现水合物高效、快速的生成。本发明可视化窗口的设计实现了对混合流体状态和反应情况的观察，并可利用摄像机和图像处理软件分析其泡沫或雾滴大小，进而对其雾化效果和反应速率进行研究，提高水合反应速率。

附图说明

图 1 为本发明装置的结构示意图；

图 2 为本发明装置的反应器的结构图。

气瓶 1，气体减压阀 2，空气压缩机 3，气体增压泵 4，缓冲罐 5，真空泵 6，反应器 7，除水器 8，储罐 9，低温恒温槽 10，水箱 11，柱塞泵 12，阀门 13，阀门 14，液体安全阀 15，阀门 16，阀门 17，阀门 18，气阀 19，气体安全阀 20，气阀 21，气阀 22，气阀 23，止回阀 24，止回阀 25，气体流量计 26，气体流量计 27，液体流量计 28，冷媒恒温箱 29，阀门 18，气阀 19，喷嘴 30，卷吸室 31，喉管 32，扩散管 33，视窗 34，针阀 35，反应水

进口 36, 气体进口 37, 气液出口 38, 流控器 39, 温度传感器 40, 温度传感器 41, 温度传感器 42, 压力传感器 43, 压力传感器 44, 压力传感器 45。

具体实施方式

一种喷射制备气体水合物的可视化装置, 包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒液循环回路、喷射反应器和冷媒恒温箱 29。一种喷射制备气体水合物的可视化装置, 其特征在于, 包括气体循环回路、反应水循环回路、冷媒液循环回路、反应器和冷媒恒温箱。

反应器 7 由喷嘴 30、卷吸室 31、喉管 32、扩散管 33、视窗 34 和针阀 35 六部分构成, 其外部设有反应水进口 36、气体进口 37、气液出口 38、温度传感器 (40、41、42) 和压力传感器 (43、44、45), 内部喉管 31 末端装有流控器 39; 气体循环回路上连有气体增压泵 4、缓冲罐 5、气体流量计 (26、27)、气阀 (19、21、23)、止回阀 (24、25)、反应器 7、储罐 9 和除水器 8, 气体增压泵 4 前另连接空气压缩机 3 及气瓶 1, 气瓶 1 后设有气体减压阀 2, 缓冲罐 5 外连有压力表、气阀 22 和真空泵 6; 反应水循环回路上连有柱塞泵 12、阀门 (13、16、17、18)、液体流量计 28、反应器 7 和储罐 9, 柱塞泵 12 前另连接水箱 11 及阀门 14; 冷媒液循环回路上设有低温恒温槽 9, 连接储罐 9 和冷媒恒温箱 29; 气体增压泵 4 和柱塞泵 12 外部分别设有气体安全阀 20 和液体安全阀 15; 气液出口 38 连接储罐 9, 气体流量计 26 前装有除水器 7。

气路抽真空: 打开气阀 (19、21、22、23), 关闭气体减压阀 2 和阀门 (13、17、18), 开启真空泵 6 对气路系统抽真空, 直至反应器 7、缓冲罐 5、储罐 9 及各气路管线所需的真空度要求。

启动制冷系统: 开启低温恒温槽 10 制冷, 并开始冷媒液的循环, 控制缓冲罐 5、反应器 7 和储罐 9 的温度。

实现气体循环: 关闭气阀 (21、22) 和气体减压阀 2, 开启空气压缩机 3 和气体增压泵 4 将气瓶 1 中的气体增压入缓冲罐 5, 达到所需压力 (10MPa 左右); 打开气阀 (19、21、23), 关闭气体减压阀 2、阀门 (13、17、18)、空气压缩机 3 和气体增压泵 4, 使缓冲罐 5 部分气体释放到反应器 7 和储罐 9 中, 使二者压力控制在气体增压泵 4 进口压力范围内 (小于 0.8MPa); 关闭气体减压阀 2, 开启空气压缩机 3 和气体增压泵 4 使储罐 9 中气体被气体增压泵 4 增压入缓冲罐 5, 实现气路循环;

通入高压反应水: 关闭阀门 (13、17), 打开阀门 (14、16) 和柱塞泵 12, 水箱 11 中的水被增压直至液体安全阀 15 有水溢出, 然后开启阀门 17, 使高压水经反应水进口 36 进入反应器 7, 在喷嘴 30 处喷出, 在卷吸室 31 卷吸循环的气体, 气体和反应水初步混合后, 在反应器喉管 32 处进行能量和质量的交换, 最后在扩散管 33 处喷射雾化, 雾化后的雾滴和气体充分接触后, 在低温条件下增大气阀 23 开度, 使反应器 7 内气体压力增加到反应压力 (5~8MPa), 短时间内就可以在视窗 34 中看到有水合物晶体生成。

另外可通过调节反应器 7 上的针阀 35 来控制喷嘴 30 面积, 进而控制反应水的进入量; 更换喉管 32 末端的流控器 39 可改变喉管 32 末端孔径, 从而可调节雾滴粒径。水合反应过程的温度和压力条件可通过反应器 7 的卷吸室 31、喉管 32 和扩散管 33 处的温度传感器 (40、

41、42) 和压力传感器 (43、44、45) 进行测量。

本装置在制备水合物的过程中, 可通过气瓶 1 补加气体, 通过水箱 11 补加反应水; 未反应的气体可进入储罐, 经除水器 8 循环回到气体增压泵 4, 未反应的水可储存到储罐 9 中, 可在关闭阀门 14、打开阀门 13 的同时, 将储罐 9 中的水通过柱塞泵 12 增压循环使用。

本发明可视化窗口的设计实现了对混合流体状态和反应情况的观察, 通过窗口可以清楚的看到反应器内混合物的雾化情况, 利用高速摄像机和图像处理软件分析其泡沫或雾滴粒径数量级在 $10\sim 10^2\mu\text{m}$, 比现有技术中喷雾形成的雾滴粒径 $10^2\sim 10^3\mu\text{m}$ 有所降低; 在进行 CH_4 水合物实验时, 利用数据采集仪对温度和压力数据进行采集, 发现反应温度在 $0\sim 5^\circ\text{C}$, 压力在 $5\sim 8\text{MPa}$ 范围内, 水合物过冷度可以降低到 3°C , 水合实验的诱导时间可以降低到 $100\sim 150\text{min}$ 之内, 比现有的搅拌技术中水合诱导时间 (200min 以上) 有所降低。

