



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104941552 B

(45)授权公告日 2017.05.17

(21)申请号 201510300449.4

审查员 周柯

(22)申请日 2015.06.03

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104941552 A

(43)申请公布日 2015.09.30

(73)专利权人 北京工业大学

地址 100124 北京市朝阳区平乐园100号

(72)发明人 李钊 侯海元 王义智 安震涛

(74)专利代理机构 北京思海天达知识产权代理

有限公司 11203

代理人 沈波

(51)Int.Cl.

B01J 19/12(2006.01)

B01J 8/24(2006.01)

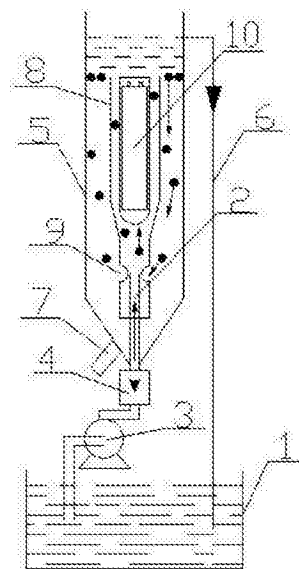
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种液固循环光催化反应流化床

(57)摘要

一种液固循环光催化反应流化床,贮液槽与进液管通过离心泵连接;进液管与离心泵之间设有转子流量计;进液管与内反应器的底部相连;内反应器设置在外反应器中间,内反应器与外反应器之间留有间隙;内反应器与进液管的端部表面设有内反应器低端开口,内反应器低端开口为开设在内反应器表面的凹形孔;带有石英套管的内置光源设置在内反应器的中间,带有石英套管的内置光源与内反应器之间留有间隙;固相排出口设置在外反应器底部;外反应器顶部与贮液槽之间通过液相回流管连接。该流化床分为液相循环与固相内循环。催化光源为内置光源,省去冷阱保护措施,节省循环用水且光能够直接照射反应物不易产生实验误差。



CN 104941552 B

1. 一种液固循环光催化反应流化床,其特征在于:该流化床包括贮液槽(1)、进液管(2)、离心泵(3)、转子流量计(4)、外反应器(5)、液相回流管(6)、固相排出口(7)、内反应器(8)、内反应器低端开口(9)、带有石英套管的内置光源(10);

贮液槽(1)与进液管(2)通过离心泵(3)连接;进液管(2)与离心泵(3)之间设有转子流量计(4);进液管(2)与内反应器(8)的底部相连;内反应器(8)设置在外反应器(5)中间,内反应器(8)与外反应器(5)之间留有间隙;内反应器(8)与进液管(2)的端部表面设有内反应器低端开口(9),内反应器低端开口(9)为开设在内反应器(8)表面的凹形孔;带有石英套管的内置光源(10)设置在内反应器(8)的中间,带有石英套管的内置光源(10)与内反应器(8)之间留有间隙;固相排出口(7)设置在外反应器(5)底部;外反应器(5)顶部与贮液槽(1)之间通过液相回流管(6)连接;

该流化床分为液相循环与固相内循环;贮液槽(1)中放入反应溶液,离心泵(3)提升液流,溶液通过进液管(2)进入内反应器(8)中,此时外反应器(5)与内反应器(8)中都有溶液进入,当外反应器(5)中溶液量高度到达液相回流管(6)高度时,溶液回流到贮液槽(1)中;固相内循环包括如下,将一定量的固相催化剂放入外反应器(5)中,外反应器(5)中将形成固液两相共流接触,当固相催化剂下落到内反应器低端开口(9)处时,由于进液管(2)的流体流动力作用使得固相催化剂进入内反应器(8)中,并随着流体沿内反应器(8)方向流动,最终溢出内反应器(8),从而达到固相内循环作用;所述固相催化剂提升速率 $U_s$ 与液相提升速率 $U_L$ 分别有以下公式计算, $U_s = m_s / Ar \rho_s t$

$$U_L = m_L / Ar \rho_L t$$

其中 $m_s$ 与 $m_L$ 分别为在时间 $t$ 内,从内反应器(8)中提取的混合物分离后,固相质量与液相质量, $Ar$ 为内反应器(8)的顶部横截面积, $\rho_s$ 、 $\rho_L$ 分别为固相催化剂与液相反应溶剂的浓度,因此根据公式求出固相催化剂与液相反应溶液的提升速率。

2. 根据权利要求1所述的一种液固循环光催化反应流化床,其特征在于:所述转子流量计(4)为了调控液相流速设定,根据转子流量计(4)的显示来调节离心泵(3)转速从而控制液相流速与液相循环速率。

3. 根据权利要求1所述的一种液固循环光催化反应流化床,其特征在于:所述进液管(2)通过微调与内反应器(8)的位置,通过调节进液管(2)的位置来调控内反应器低端开口(9)附近流体流动力,从而控制固相循环速率。

4. 根据权利要求1所述的一种液固循环光催化反应流化床,其特征在于:该流化床的操作流程如下,

S1先打开离心泵(3),使液相进入内反应器(8)与外反应器(5);

S2待液相进入液相回流管(6)后,打开带有石英套管的内置光源(10);

S3通过转子流量计(4)调节离心泵(3),从而调控液相循环;

S4待带有石英套管的内置光源(10)热量稳定后,从外反应器(5)顶部加入固相催化剂;

S5带固相催化剂与外反应器(5)中的液相溶剂进行共流接触,并达到内反应器低端开口(9)处时,通过调控进液管(2)的高低调控固相内循环速率;

S6最后待反应完成后打开固相排出口(7)排出固液相混合物,进行过滤分离;

S7贮液槽(1)中剩余溶液为产物,更换贮液槽(1)中溶液进行下一次反应,此过程为间歇式反应。

## 一种液固循环光催化反应流化床

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化学化工中光催化领域,特别涉及液固流动循环领域,本发明适合于化学化工中液固光催化领域。

### 背景技术

[0002] 光催化技术领域的兴起需要追溯到1972年,当Fujishima和Honda首次发现利用半导体氧化物材料TiO<sub>2</sub>单晶电极可用于光分解水以来,半导体的光催化效应被广泛应用于环境治理与能源开发,在有机降解,石油催化裂化也有大量的研究报道。光催化反应需要分子吸收特定波长的电磁辐射,受激发产生分子激发态,然后会发生一系列化学反应生成新物质。光化学反应的活化能来自与光子的能量,在太阳能的利用中光电转化、光催化以及光化学转化一直被广泛且大量研究。

[0003] 光催化技术按照相态区分可分为:均相光催化与异相光催化。均相光催化也称为液-液相光催化,异相光催化分为气-固相光催化和液-固相光催化。液-液相光催化因其产物与催化剂不易分离的原因所以在液相作为反应溶剂的反应中一般采用液-固相光催化,所以液-固相光催化在液相为反应剂的研究领域中应用最为广泛。

[0004] 目前,液-固相光催化反应器一般采用磁力搅拌使催化剂与反应溶剂混合均匀,而且光源外需要冷阱进行降温保护,不仅浪费水源而且光源经过水透射后易发生折射与吸收作用从而影响产物的生成,如南京胥江出产的XPA系列光催化仪。而后为了使液-固相进行流态化,使液相与固相能够充分反应的同时进行循环流动,制备出了密实移动床,此设备结构新颖,构造简单,但是在液-固相循环过程中采用双泵控制使得液相与固相的循环流速不易控制,且双泵控制不够节省能源。

[0005] 因此本发明提供一种新型液固循环光催化反应流动床将能够解决上述问题。

### 发明内容

[0006] 本发明克服了上述问题,首先固相催化剂采用流动内循环机制,打破磁力搅拌与双泵循环控制方法;其次内置光源可以省去冷阱保护措施,节省循环用水并能够降低外在因素的误差影响;最后通过调节进液管的高低与离心泵的转速能够单项控制固相与液相循环速率,从而能够测定实验条件的改变对产物的影响。

[0007] 为实现上述目的,本发明技术方案为一种液固循环光催化反应流化床,该流化床包括贮液槽(1)、进液管(2)、离心泵(3)、转子流量计(4)、外反应器(5)、液相回流管(6)、固相排出口(7)、内反应器(8)、内反应器低端开口(9)、带有石英套管的内置光源(10)。

[0008] 贮液槽(1)与进液管(2)通过离心泵(3)连接;进液管(2)与离心泵(3)之间设有转子流量计(4);进液管(2)与内反应器(8)的底部相连;内反应器(8)设置在外反应器(5)中间,内反应器(8)与外反应器(5)之间留有间隙;内反应器(8)与进液管(2)的端部表面设有内反应器低端开口(9),内反应器低端开口(9)为开设在内反应器(8)表面的凹形孔;带有石英套管的内置光源(10)设置在内反应器(8)的中间,带有石英套管的内置光源(10)与内反

反应器 (8) 之间留有间隙;固相排出口 (7) 设置在外反应器 (5) 底部;外反应器 (5) 顶部与贮液槽 (1) 之间通过液相回流管 (6) 连接。

[0009] 该流化床分为液相循环与固相内循环。

[0010] 液相循环:贮液槽 (1) 中放入反应溶液,离心泵 (3) 提升液流,溶液通过进液管 (2) 进入内反应器 (8) 中,此时外反应器 (5) 与内反应器 (8) 中都有溶液进入,当外反应器 (5) 中溶液量高度到达液相回流管 (6) 高度时,溶液回流到贮液槽 (1) 中。

[0011] 固相内循环:将一定量的固相催化剂放入外反应器 (5) 中,外反应器 (5) 中将形成固液两相共流接触,当固相催化剂下落到内反应器低端开口 (9) 处时,由于进液管 (2) 的流体流动力作用使得固相催化剂进入内反应器 (8) 中,并随着流体沿内反应器 (8) 方向流动,最终溢出内反应器 (8),从而达到固相内循环作用。

[0012] 所述的固相催化剂提升速率 $U_s$ 与液相提升速率 $U_L$ 可分别有以下公式计算: $U_s = m_s / Ar\rho_s t$

[0013]  $U_L = m_L / Ar\rho_L t$

[0014] 其中 $m_s$ 与 $m_L$ 分别为在时间 $t$ 内,从内反应器 (8) 中提取的混合物分离后,固相质量与液相质量, $Ar$ 为内反应器 (8) 的顶部横截面积, $\rho_s$ 、 $\rho_L$ 分别为固相催化剂与液相反应溶剂的浓度,因此根据公式求出固相催化剂与液相反应溶液的提升速率。

[0015] 所述转子流量计 (4) 为了调控液相流速设定,根据转子流量计 (4) 的显示来调节离心泵 (3) 转速从而控制液相流速与液相循环速率。

[0016] 所述进液管 (2) 通过微调与内反应器 (8) 的位置,通过调节进液管 (2) 的位置来调控内反应器低端开口 (9) 附近流体流动力,从而控制固相循环速率。

[0017] 本发明的优点在于:1) 固相催化剂为内循环机制,打破传统搅拌与双泵控制方法;2) 催化光源为内置光源,省去冷阱保护措施,节省循环用水且光能够直接照射反应物不易产生实验误差;3) 调节进液管的高低可调控固相催化剂的循环速率;4) 调节离心泵可控制液相流速,从而达到液相与固相可分别单项可控的目的。

## 附图说明

[0018] 图1为一种液固循环光催化反应流化床的结构示意图。

[0019] 图中:1、贮液槽,2、进液管,3、离心泵,4、转子流量计,5、外反应器,6、液相回流管,7、固相排出口,8、内反应器,9、内反应器低端开口,10、带有石英套管的内置光源。

## 具体实施方式

[0020] 以下结合附图对本发明作进一步详细描述

[0021] 如图1所示,本发明的一种液固循环光催化反应流化床的操作流程如下。

[0022] S1先打开离心泵 (3),使液相进入内反应器 (8) 与外反应器 (5)。

[0023] S2待液相进入液相回流管 (6) 后,打开带有石英套管的内置光源 (10)。

[0024] S3通过转子流量计 (4) 调节离心泵 (3),从而调控液相循环。

[0025] S4待带有石英套管的内置光源 (10) 热量稳定后,从外反应器 (5) 顶部加入固相催化剂。

[0026] S5带固相催化剂与外反应器 (5) 中的液相溶剂进行共流接触,并达到内反应器低

端开口 (9) 处时,通过调控进液管 (2) 的高低调控固相内循环速率。

[0027] S6最后待反应完成后打开固相排出口 (7) 排出固液相混合物,进行过滤分离。

[0028] S7贮液槽 (1) 中剩余溶液为产物,更换贮液槽 (1) 中溶液进行下一次反应,此过程为间歇式反应。

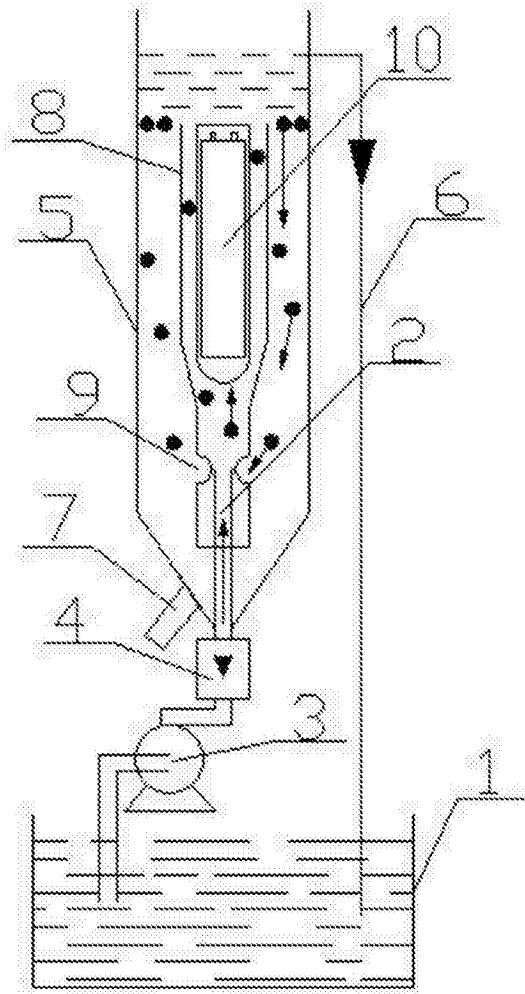


图1