



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108225824 A

(43)申请公布日 2018.06.29

(21)申请号 201711486269.5

(22)申请日 2017.12.29

(71)申请人 上海华谊能源化工有限公司  
地址 200241 上海市闵行区龙吴路4280号

(72)发明人 汪峻 章觉之 张巍

(74)专利代理机构 上海光华专利事务所(普通合伙) 31219

代理人 高燕 许亦琳

(51)Int.Cl.

G01N 1/10(2006.01)

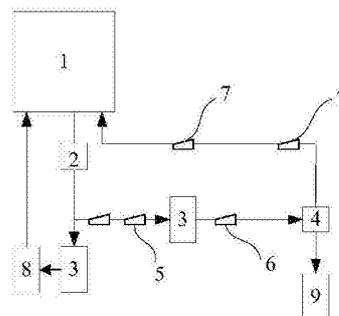
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

## (54)发明名称

一种适用于高压气液混合反应液的取样装置

## (57)摘要

本发明提供一种用于高压气液混合反应液的取样装置,所述取样装置包括反应器、在线取样通道和离线取样通道;所述反应器(1)连接有供高压气液混合反应液流出的出口通道;所述出口通道与所述在线取样通道和离线取样通道通过三通接头连接;所述离线取样通道上沿着高压气液混合反应液的流动方向依次设有冷凝器(3)和三通切换阀(4);所述三通切换阀(4)还连接有回流通道和手动取样通道;所述回流通道与反应器(1)流体连通;所述三通切换阀(4)上设有阀杆。采用本发明取样装置在对高压混合反应液进行取样时,操作简单方便、样品流实时响应性好、样品流和操作者零接触、达到安全以及环境友好的效果。



1. 一种用于高压气液混合反应液的取样装置,其特征在于,所述取样装置包括反应器(1)、在线取样通道和离线取样通道;

所述反应器(1)连接有供高压气液混合反应液流出的出口通道;所述出口通道与所述在线取样通道和离线取样通道通过三通接头连接;

所述离线取样通道上沿着高压气液混合反应液的流动方向依次设有冷凝器(3)和三通切换阀(4);

所述三通切换阀(4)还连接有回流通道和手动取样通道;所述回流通道与反应器(1)流体连通;所述三通切换阀(4)上设有阀杆,所述阀杆用于切换高压气液混合反应液的连接通道;

所述在线取样通道与反应器(1)之间流体连通形成液体回流通路。

2. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,所述出口通道上设有工艺泵(2)。

3. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,所述离线取样通道上还设有若干个第一阀门(5),所述第一阀门(5)设于所述冷凝器(3)的上游。

4. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,沿着高压气液混合反应液的流动方向,所述在线取样通道上依次设有冷凝器(3)和在线监测仪器(8)。

5. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,包括如下特征中的一种或多种:

所述三通切换阀(4)为L型三通球阀;

L型三通球阀中的球填料采用对位聚苯酚材料。

6. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,冷凝器(3)和所述三通切换阀(4)之间的离线取样通道上设有第二阀门(6)。

7. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,包括如下特征中的一种或多种:

沿着高压气液混合反应液流动方向,所述三通切换阀(4)与反应器(1)之间的回流通道上还设有若干个第三阀门(7);

所述若干个第三阀门(7)包括单向阀和截止阀中的一种或多种;

所述第三阀门(7)包括截止阀和单向阀时,所述单向阀设于所述截止阀的上游。

8. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,取样装置中与高压气液混合反应液接触的部件均采用 $Zr_7O_2$ 材料。

9. 根据权利要求1所述的取样装置,其特征在于,包括如下特征中的一种或多种:

所述取样装置还包括取样瓶(9);

所述取样瓶(9)与所述手动取样通道流体连接;

所述取样瓶(9)的内壁由内至外依次涂覆有silcosteel CR涂层和保护膜。

## 一种适用于高压气液混合反应液的取样装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种取样装置,特别是涉及一种适用于高压气液混合反应液的取样装置。

### 背景技术

[0002] 在甲醇液体与CO气体发生羰化反应合成制备醋酸生产中,由于羰化反应液存在高温、高压、有毒和强腐蚀等特性,现有技术中需要对反应液进行取样分析时需尤为谨慎,当前通常的取样方法为:从反应器溢流通道上引出待测样品,待测样品通过通道经冷凝器冷却、除泡器除泡、流量控制器进行流量控制,其中一路待测样品由旁路取样针阀控制完成实验室样品手动取样,另一路待测样品通过通道进入在线色谱仪进行在线色谱检测,如图1所示。现有技术中在在线色谱仪后还通过管道连通有收集槽,收集槽中的收集液经过管路进入闪蒸器中闪蒸处理后进入所述工艺反应器循环使用。

[0003] 这种方法存在许多不足,主要有:实验室样品来源于旁通回路,样品的代表性不足;位于分析室的待测样品流经通路的距离大于150米,实验室样品传输时间长,存在工艺滞后现象;实验室样品为开放式针阀取样,需要样品置换、现场排放,对操作者和环境均有不利影响;由于反应液特有的强腐蚀性,铅材冷凝器后的316L材质样品管线和阀件常常发生因腐蚀造成系统泄漏,存在工艺物料的损失和安全环境上的隐患;铅材冷凝器采用冷冻水做冷媒,缺失冷却效果监测和控制手段,易造成待测样品流结晶堵塞通道,导致同时丢失离线取样和在线检测功能。

### 发明内容

[0004] 鉴于以上所述现有技术的缺点,本发明的目的在于提供一种适用于高压气液混合反应液的取样装置,用于解决现有技术中对高压气液混合反应液进行取样时的取样方法存在的测试精确性不足,存在安全隐患以及取样材料容易腐蚀等造成的问题。

[0005] 为实现上述目的及其他相关目的,本发明是通过以下技术方案获得的。

[0006] 本发明提供一种用于高压气液混合反应液的取样装置,所述取样装置包括反应器、在线取样通道和离线取样通道;

[0007] 所述反应器连接有供高压气液混合反应液流出的出口通道;所述出口通道与所述在线取样通道和离线取样通道通过三通接头连接;

[0008] 所述离线取样通道上沿着高压气液混合反应液的流动反向依次设有冷凝器和三通切换阀;

[0009] 所述三通切换阀还连接有回流通道和手动取样通道;所述回流通道与反应器流体连通;所述三通切换阀上设有阀杆,所述阀杆用于切换高压气液混合反应液的连接通道;

[0010] 所述在线取样通道与反应器之间流体连通形成液体回流通路。

[0011] 在一个优选的实施例中,所述出口通道上设有工艺泵。

[0012] 在一个优选的实施例中,所述离线取样通道上还设有若干个第一阀门,所述第一

阀门设于所述冷凝器的上游。

[0013] 在一个优选的实施例中,沿着高压气液混合反应液的流动方向,所述在线取样通道上依次设有冷凝器和在线监测仪器。

[0014] 在一个优选的实施例中,所述取样装置包括如下特征中的一种或多种:

[0015] 所述三通切换阀为L型三通球阀;

[0016] L型三通球阀中的球填料采用对位聚苯酚材料。

[0017] 在一个优选的实施例中,冷凝器和所述三通切换阀之间的离线取样通道上设有第二阀门。

[0018] 在一个优选的实施例中,所述取样装置包括如下特征中的一种或多种:

[0019] 沿着高压气液混合反应液流动方向,所述三通切换阀与反应器之间的回流通道上还设有若干个第三阀门;

[0020] 所述若干个第三阀门包括单向阀和截止阀中的一种或多种;

[0021] 所述第三阀门包括截止阀和单向阀时,所述单向阀设于所述截止阀的上游。

[0022] 在一个优选的实施例中,取样装置中与高压气液混合反应液接触的部件均采用 $Zr_7O_{12}$ 材料。

[0023] 在一个优选的实施例中,包括如下特征中的一种或多种:

[0024] 所述取样装置还包括取样瓶;

[0025] 所述取样瓶与所述手动取样通道流体连通;

[0026] 所述取样瓶的内壁由内至外依次涂覆有silcosteel CR涂层和保护膜。

[0027] 更优选地,所述保护膜为钢化玻璃膜。

[0028] 本发明针对现有反应液取样装置及方法的不足,通过改进取样装置及设备材质,填料密封、避免了因腐蚀造成系统泄露的问题;同时提供一种样品即时代表性好、通过“安装-切换-取样三步法”操作直接完成高压气液混合物和高温高压强腐蚀实验室样品的取样方法;达到取样操作简单方便、样品流实时响应性好、样品流和操作者零接触、安全以及环境友好的效果。

## 附图说明

[0029] 图1显示为本发明背景技术中采用的取样装置及方法的示意图。

[0030] 图2显示为本发明的用于高压气液混合反应液的取样装置中的结构示意图。

[0031] 图2中元件标号说明

[0032]

1	反应器
2	工艺泵
3	冷凝器
4	三通切换阀
5	第一阀门
6	第二阀门
7	第三阀门
8	在线监测仪器

### 具体实施方式

[0033] 以下由特定的具体实施例说明本发明的实施方式,熟悉此技术的人士可由本说明书所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点及功效。

[0034] 在进一步描述本发明具体实施方式之前,应理解,本发明的保护范围不局限于下述特定的具体实施方案;还应当理解,本发明实施例中使用的术语是为了描述特定的具体实施方案,而不是为了限制本发明的保护范围。下列实施例中未注明具体条件的试验方法,通常按照常规条件,或者按照各制造商所建议的条件。

[0035] 当实施例给出数值范围时,应理解,除非本发明另有说明,每个数值范围的两个端点以及两个端点之间任何一个数值均可选用。除非另外定义,本发明中使用的所有技术和科学术语与本技术领域技术人员通常理解的意义相同。除实施例中使用的具体方法、设备、材料外,根据本技术领域的技术人员对现有技术的掌握及本发明的记载,还可以使用与本发明实施例中所述的方法、设备、材料相似或等同的现有技术的任何方法、设备和材料来实现本发明。

[0036] 如图2所示,本申请提供一种用于高压气液混合反应液的取样装置所述取样装置包括反应器1、在线取样通道和离线取样通道;

[0037] 所述反应器1连接有供高压气液混合反应液流出的出口通道;所述出口通道与所述在线取样通道和离线取样通道通过三通接头连接;

[0038] 所述离线取样通道上沿着高压气液混合反应液的流动反向依次设有冷凝器3和三通切换阀4;

[0039] 所述三通切换阀4还连接有回路通道和取样通道;所述回流通道与反应器1流体连通;所述三通切换阀4上设有阀杆,所述阀杆用于切换高压气液混合反应液的连接通道;

[0040] 所述在线取样通道与反应器1之间流体连通形成液体回流通路。

[0041] 采用本申请中的上述取样装置进行取样时,所述反应器1中的高压气液混合反应液从出口通道1流出后经三通接头分流,一部分高压气液混合反应液经分流后进入在线取样通道进行在线实时检测,另一部分高压气液混合反应液经分流后进入离线取样通道进行取样。所述离线取样通道上沿着高压气液混合反应液的流动方向依次设有冷凝器3和三通切换阀4;进入离线取样通道中的高压气液混合反应液先经过冷凝器3冷却;冷却后经三通切换阀4切换流体方向;当不需要采样时,所述高压气液混合反应液经过三通切换阀4的一个通道经回流通道回流至反应器中;当需要采样时,所述高压气液混合反应液经三通切换阀4的另一个通道手动取样通道取样至取样瓶。

[0042] 一般情况下,所述出口通道设置在所述反应器1的底部。所述反应器1中的高压气液混合反应液利用重力自动流出。在一个优选的实施例中,所述出口通道上设有工艺泵2。所述工艺泵2用于为反应器1中的高压气液混合反应液的流动提供动力。

[0043] 在一个优选的实施例中,所述离线取样通道上还设有若干个第一阀门5,所述第一阀门5设于所述冷凝器3的上游。所述第一阀门5为截止阀。所述第一阀门5的个数可以为1个、2个或3个,多个的截止阀是为了保证离线取样通道上反应液流动的有效性。为了同时保证离线取样通道上反应液流动的安全性,避免出现多个易泄漏点,在本申请中一个具体的

实施例中如图2所示,所述第一阀门为2个。

[0044] 在一个优选的实施例中,沿着高压气液混合反应液的流动方向,所述在线取样通道上依次设有冷凝器3和在线监测仪器8。在线取样通道3中的高压气液混合反应液经冷凝器3冷却后进入在线检测仪器8中进行非接触式的自动实时分析检测。所述在线检测仪器可以为在线傅里叶红外检测仪器。

[0045] 在一个优选的实施例中,本申请中所述冷凝器3采用水做冷却媒介。通过循环水对离线取样通道或在线取样通道中的高压气液混合反应液进行热交换进而将其冷却成液体。所述冷凝器可以选择现有技术中常用的冷却装置,在本申请一个具体的实施例中,所述冷凝器3为双螺旋型夹套冷凝器。所述双螺旋型夹套冷凝器使得离线取样通道能够螺旋折叠形成双螺旋通道,在优选的空间内能够比直通道及单螺旋通道有更大的热交换表面和长度。

[0046] 在一个优选的实施例中,所述切换阀4为L型三通球阀。在一个更优选的实施例中,L型三通球阀中的球填料采用对位聚苯酚材料。这种材料对于高压气液混合反应液的耐受性好。

[0047] 在一个优选的实施例中,冷凝器3和所述三通切换阀4之间的离线取样通道上设有第二阀门6。在此处设置第二阀门便于冷凝器的单独检修,当需要对冷凝器进行检修或更换时,可以同时关闭第一阀门和第二阀门,在第一阀门和第二阀门之间的离线取样通道上无反应液流动和泄露,可以安全的摘除冷凝器进行检修或更换。

[0048] 在一个优选的实施例中,沿着高压气液混合反应液流动方向,所述三通切换阀4与反应器1之间的回流通道上还设有若干个第三阀门7。所述若干个第三阀门7包括单向阀和截止阀中的一种或多种。在一个更优选的实施例中,所述第三阀门包括截止阀和单向阀时,所述单向阀设于所述截止阀的上游。第三阀门与第二阀门同时关闭时,所述采样阀中无反应液流动通过和泄露,可以安全的摘除采样器进行检修或更换。

[0049] 本申请中取样装置中与高压气液混合反应液接触的部件均采用 $Zr_7O_2$ 材料。更优选地,本申请中用于承载高压气液混合反应液的通道均为管道,如采用1//4英寸管道。本申请中阀门、工艺泵及通道均为 $Zr_7O_2$ 材料。更优选地,本申请中所用阀、工艺泵和通道与流体接触的内壁由内至外依次涂覆有silcosteel CR涂层。

[0050] 如:具体地,所述第三阀门的材质为 $Zr_7O_2$ 。具体地,第二阀门上游的离线取样通道及第一阀门所用材质均为 $Zr_7O_2$ 。具体地,第二阀门至第三阀门之间的离线取样通道所使用材质为 $Zr_7O_2$ 。具体地,第三阀门之后的离线取样通道所用材质为 $Zr_7O_2$ 。

[0051] 以上通路及阀门中材质的使用有效的避免了反应液腐蚀引起的泄漏渗透,杜绝冒泡滴漏的隐患,满足长周期无故障安全运行的要求。

[0052] 在一个优选的实施例中,本申请及具体实施例中所述的高压气液混合反应液的组份包括乙酸、丙酸、丁酸、碘甲烷、碘化氢、甲醛、乙醛、丙醛、丁醛、乙酸甲酯和乙酸乙酯中的一种或多种。这些组分为高温高压气液混合反应液,其具有强腐蚀性。

[0053] 在一个优选的实施例中,上述所述高压气液混合反应液的温度为(50~200)℃;在一个优选的实施例中,所述高压气液混合反应液的压力为(0.2~6)MPa。

[0054] 本申请中所述取样装置特别适合于高温高压强腐蚀的气液混合液的取样。

[0055] 在一个优选的实施例中,所述取样装置还包括取样瓶9。所述取样瓶9与所述手动

取样通道流体连接。在一个更为优选的实施例中,所述取样瓶9的内壁由内至外依次涂覆有silcosteel CR涂层和保护膜。在一个具体的实施例中,所述保护膜为钢化玻璃膜。

[0056] 本申请提供了一种高压气液混合反应液自反应器引出至取样后经循环又返回反应器的循环回路,此循环回路中经离线取样通道上的总长度小于20米,比现有技术中100米以上的长度小很多,避免了工艺滞后现象。

[0057] 本发明针对现有反应液取样装置及方法的不足,通过改进取样工艺及设备材质,避免了因腐蚀造成系统泄露的问题;同时提供一种样品即时代表性好、通过“安装-切换-取样三步法”操作直接完成高压气液混合物实验室样品的取样装置和取样方法;达到取样操作简单方便、样品流和操作者零接触、安全以及环境友好的效果。

[0058] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。

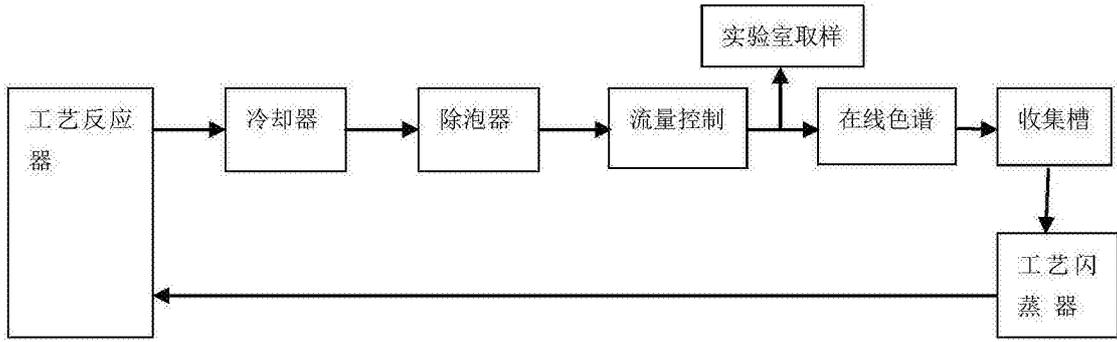


图1

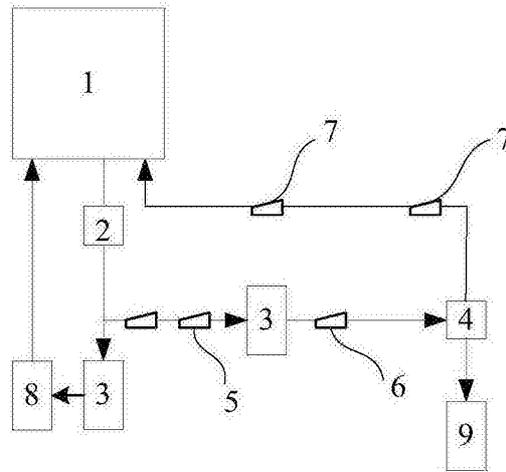


图2