



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111039262 B

(45) 授权公告日 2024.06.04

(21) 申请号 202010044514.2

(22) 申请日 2020.01.02

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111039262 A

(43) 申请公布日 2020.04.21

(73) 专利权人 黎明化工研究设计院有限责任公司  
地址 471000 河南省洛阳市西工区王城大道69号

(72) 发明人 赵晓东 马会强 沈冲 黄晓宇 杨盟飞

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

(56) 对比文件  
CN 201686491 U, 2010.12.29  
JP 2018135231 A, 2018.08.30  
CN 211733856 U, 2020.10.23  
CA 2562543 A1, 2005.11.10  
CN 101837956 A, 2010.09.22

CN 103663385 A, 2014.03.26  
CN 103677023 A, 2014.03.26  
CN 104275132 A, 2015.01.14  
CN 203916633 U, 2014.11.05  
CN 206814394 U, 2017.12.29  
CN 208373096 U, 2019.01.15  
FR 1027411 A, 1953.05.12  
WO 2011134344 A1, 2011.11.03  
MADRONICH, S等."EFFECTS OF INCREASED SOLAR ULTRAVIOLET-RADIATION ON TROPOSPHERIC COMPOSITION AND AIR-QUALITY".《AMBIO》.1995,第24卷(第03期),第188-190页.

周金华;李永福.乙醛氧化塔爆炸事故原因分析及预防措施.化工生产与技术.2006,(第06期),全文.

洪焱根;郭菊荣;寇志豪;方贤深.蒽醌法制H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>工艺过程强化.化学推进剂与高分子材料.2008,(第05期),全文.

审查员 阳雅丽

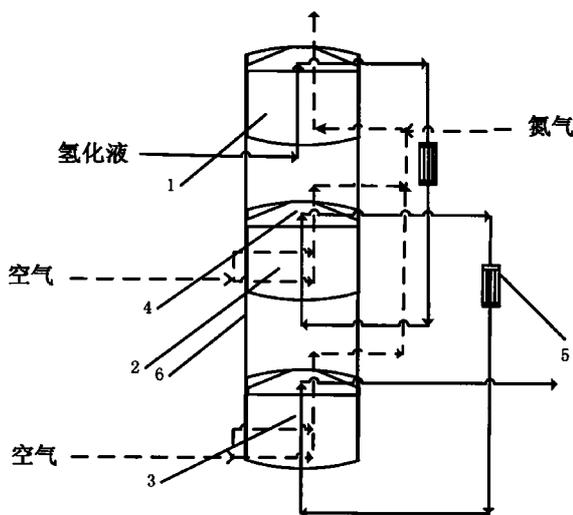
权利要求书1页 说明书2页 附图2页

(54) 发明名称

一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔

(57) 摘要

本发明公开一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,氧化塔本体(6)包括上、中、下三节塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器(4);上塔(1)底部有氢化液进口,顶部设有空气出口,下部有氮气管线,上部有氢化液出口管线并与中塔底部相通;中塔(2)中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口并与下塔底部相通;下塔(3)中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口管线;中塔2空气管线与下塔(3)空气管线并联后接入上塔氮气管线;两节塔之间氢化液管线上接有热交换器。该氧化塔氧化收率高,氧化残液量少。



CN 111039262 B

1. 一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,其特征是氧化塔本体(6)包括上、中、下三节塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器(4);上塔(1)底部有氢化液进口,顶部设有空气出口,下部有氮气管线,上部有氢化液出口管线并与中塔底部相通;中塔(2)中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口并与下塔底部相通;下塔(3)中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口管线;中塔(2)空气管线与下塔(3)空气管线并联后接入上塔氮气管线;两节塔之间氢化液管线上接有热交换器。

## 一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔

### 技术领域

[0001] 本发明涉及蒽醌法制过氧化氢的氧化塔。

### 背景技术

[0002] 过氧化氢是一种重要的精细化工原料,应用广泛。过氧化氢分解后产生水和氧气,对环境没有二次污染,绿色环保。

[0003] 现有技术中,通常通过蒽醌法来制备过氧化氢。蒽醌法制取过氧化氢是以2-烷基蒽醌(例如:2-乙基蒽醌、2-叔戊基蒽醌)为载体,以重芳烃、磷酸三辛酯、四丁基脒和二异丁基甲醇中的两种或三种作为混合溶剂,配制成具有一定组成的溶液(以下简称“工作液”)。工作液与氢气一起进入装有钌催化剂的氢化塔内,在一定压力、温度下进行氢化反应,得到相应的烷基蒽氢醌溶液(以下简称“氢化液”)。氢化液在氧化塔中被空气氧化,溶液中的烷基蒽氢醌恢复成原来的烷基蒽醌,同时生成过氧化氢。利用过氧化氢在水和工作液中的溶解度不同,以及工作液与水的密度差,在萃取塔中用纯水萃取含有过氧化氢的工作液(以下简称“氧化液”),得到一定浓度的过氧化氢水溶液。过氧化氢水溶液经芳烃净化,即可得到浓度27.5w%~35w%的过氧化氢产品。纯水萃取后的工作液(以下简称“萃余液”),经分离除水、碳酸钾溶液干燥、活性氧化铝再生处理后再回到氢化工序,完成一个周期循环。

[0004] 目前,工业应用的氧化塔主要为空腔并流氧化塔,氧化塔通常设置为三节塔,即上塔、中塔和下塔,冷凝器设置在氧化塔内部,空气从中塔和下塔的下部进入,氢化液从上塔下部进入。由于冷凝器设置在氧化塔内部,会阻碍空气向上流动,同时会使已经分散的气泡再次汇聚成大气泡,影响氧化收率。空气在每一节塔的上部容易团聚形成大气泡,分散较差,气液传质、传热效率较低,影响氧化收率,造成塔节上部和底部的温差较大,易生成氧化降解物,给后处理工序的工作液再生带来较大压力。在上塔内,虽然空气中氧含量已经降低,但是反应仍然较剧烈,容易产生较多的降解物和副产物;同时因为上塔的氢化液入口在塔下部,使塔内底部产生较多的氧化残液,降低氧化收率。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种制备过氧化氢的氧化塔,该氧化塔提高氧化收率,降低氧化残液量。

[0006] 本发明的技术方案是:一种制备过氧化氢的氧化塔,氧化塔本体6包括上、中、下三节塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器4;上塔1底部有氢化液进口,顶部设有空气出口,下部有氮气管线,上部有氢化液出口管线并与中塔底部相通;中塔2中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口并与下塔底部相通;下塔3中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口管线;中塔2空气管线与下塔3空气管线并联后接入上塔氮气管线;两节塔之间氢化液管线上接有热交换器5。

[0007] 氢化液在本发明所述的氧化塔中的流程是:来自氢化工序的氢化液从上塔底进入上塔,在上塔内经氧化后从上部流出进入中塔底部,经氧化后从中塔上部流出进入下塔底

部,在下塔内经氧化后从上部流出进入下道工序。

[0008] 空气在本发明所述的氧化塔中的流程是:空气首先从下塔和中塔的下部、中部流入,和氢化液同方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从下塔和中塔的顶部流出的空气并流后与氮气混合,进入上塔下部,和氢化液同方向相互接触氧化,并由上塔内的气液分离器分离后,从顶部流出。

[0009] 本发明所述氧化塔,特征在于中塔、下塔中部均设计有空气入口,使塔内的中、上部空气和氢化液接触更加充分,氢化液氧化更加完全;上塔下部的氮气管设置,使氮气和空气同时进入上塔,使进入上塔的空气得以稀释,使得氢化液初始氧化时,反应温和;上塔氢化液入口设在塔底部,可使塔内的氢化液全部流动起来,避免在塔底部产生氧化残液,显著提高工艺安全性和氧化收率;热交换器位于氧化塔外部,使得塔内空气向上流动顺畅,可有效避免气泡汇聚。以本发明氧化塔代替现有技术氧化塔,氧化收率提高到98.5%以上,氧化残液产生量大大降低。

### 附图说明

[0010] 图1是本发明氧化塔的示意图。

[0011] 图2是现有技术氧化塔的示意图。

[0012] 图1、图2中:1.上塔 2.中塔 3.下塔 4.气液分离器 5.热交换器 6.氧化塔本体

### 具体实施方式

[0013] 下面结合附图和实施例对本发明做进一步详细说明。

[0014] 实施例1

[0015] 如图1所示,一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,包括上、中、下三节塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器4;上塔1底部有氢化液进口,顶部设有空气出口,下部有氮气管线,上部有氢化液出口管线并与中塔底部相通;中塔2中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口并与下塔底部相通;下塔3中、下部分别设置两个空气进口,顶部设有空气出口管线,上部有氢化液出口管线;中塔2空气管线与下塔3空气管线并联后接入上塔氮气管线;两节塔之间外接有热交换器5。

[0016] 来自氢化工序的氢化液从上塔底进入上塔,在上塔内经氧化后从上部流出进入中塔底部,经氧化后从中塔上部流出进入下塔底部,在下塔内经氧化后从上部流出进入下道工序。

[0017] 空气首先从下塔和中塔的下部和中部流入,和氢化液同方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从下塔和中塔的顶部流出的空气并流后与氮气混合,进入上塔下部,和氢化液同方向相互接触氧化,并由上塔内的气液分离器分离后,从顶部流出。

[0018] 本发明的氧化塔在工作液流量,氧化塔温度,空气流量相同的条件下代替现有技术氧化塔应用于10万吨/a 27.5w%过氧化氢装制造置的氧化工序,氧化塔的氧化收率由97.1%提高到99.2%,生产每吨27.5w%过氧化氢产生的氧化残液由0.5kg降低到0.04kg。

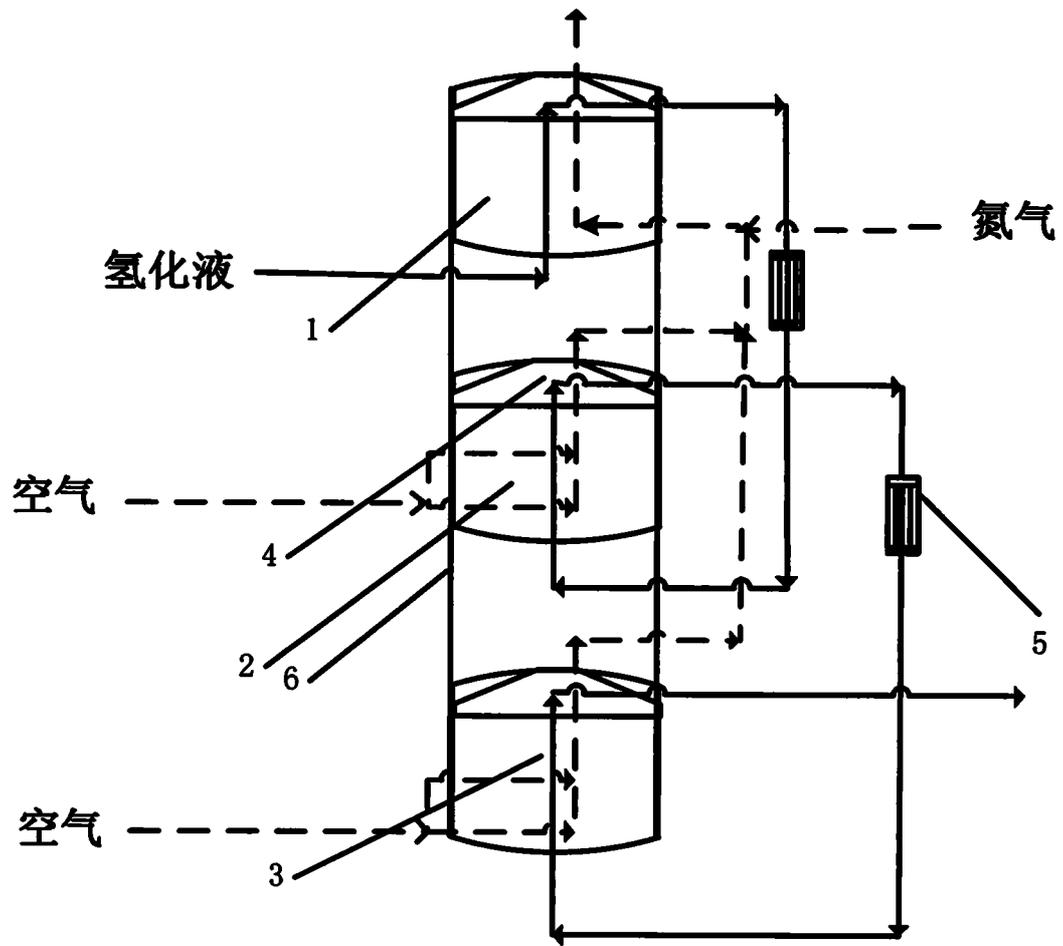


图1

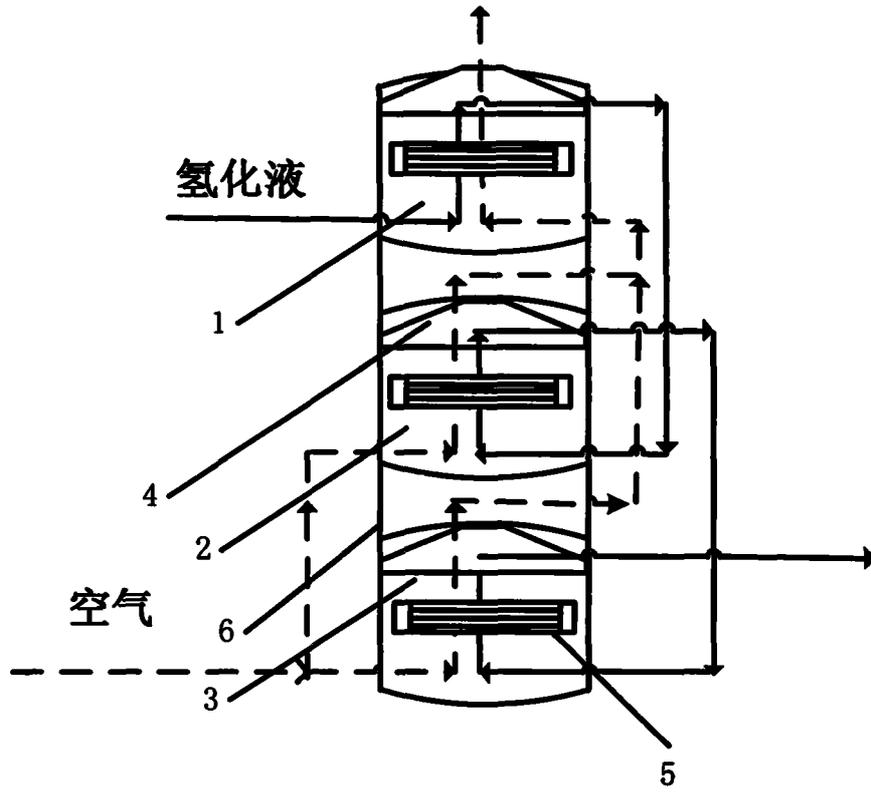


图2