



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111137864 B

(45) 授权公告日 2024. 04. 05

(21) 申请号 202010044515.7

(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 111137864 A

(43) 申请公布日 2020.05.12

(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 马会强 沈冲 赵晓东 贺江峰 马俊

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

(56) 对比文件
CN 101837956 A, 2010.09.22
GB 768675 A, 1957.02.20
WO 2011134344 A1, 2011.11.03
CN 209143699 U, 2019.07.23

CN 103663385 A, 2014.03.26
CN 107032306 A, 2017.08.11
CN 108455537 A, 2018.08.28
CN 205099601 U, 2016.03.23
JP 2018135231 A, 2018.08.30
US 6375921 B1, 2002.04.23
WO 9828225 A1, 1998.07.02
CN 211896042 U, 2020.11.10

胡长诚.“国外蒽醌法制过氧化氢工艺研究开发新进展”.《化学推进剂与高分子材料》.2002, (第01期), 第1-7, 20页.

Afsahi, G等.“Intensified and Short Catalytic Bleaching of Eucalyptus Kraft Pulp”.《INDUSTRIAL & ENGINEERING CHEMISTRY RESEARCH》.2015, 第54卷 (第34期), 第8417-8421页.

施友立. 蒽醌法生产过氧化氢工艺中氧化塔的设计与改造. 化工设计. 2006, (第06期), 全文.

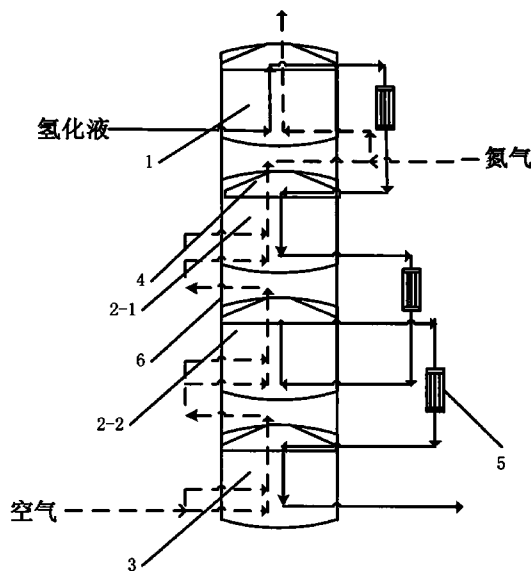
审查员 阳雅丽

权利要求书1页 说明书3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,其特征是氧化塔本体(6)包括上塔(1)、下塔(3)和两节中塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器,每节塔顶部设有空气出口管线;上塔下部有氢化液进口,上部有氢化液出口并通过热交换器后与第一中塔(2-1)上部相通;第一中塔下部有氢化液出口并通过热交换器后与第二中塔(2-2)下部相通;第二中塔上部有氢化液出口并通过热交换器后与下塔上部相通;下塔下部有氢化液出口管线;上塔下部有氮气管线,第一中塔空气出口管线接入上塔氮气管线后一并进入上塔;除上塔外,其他节塔中、下部均设置两个空气进口,并且两个空气进口与下节塔顶部空气出口管线相通;下塔两个空气进口连接空气送风系统。



CN 111137864 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)包括上塔(1)、下塔(3)和两节中塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器,每节塔顶部设有空气出口管线;上塔(1)下部有氢化液进口,上部有氢化液出口并通过热交换器后与第一中塔(2-1)上部相通;第一中塔(2-1)下部有氢化液出口并通过热交换器后与第二中塔(2-2)下部相通;第二中塔(2-2)上部有氢化液出口并通过热交换器后与下塔(3)上部相通;下塔(3)下部有氢化液出口管线;上塔(1)下部有氮气管线,第一中塔(2-1)空气出口管线接入上塔氮气管线后一并进入上塔(1);除上塔(1)外,其他节塔中、下部均设置两个空气进口,并且两个空气进口与下节塔顶部空气出口管线相通;下塔(3)两个空气进口连接空气送风系统。

2. 根据权利要求1所述的氧化塔,其特征是中塔的节数是4节、6节或8节。

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、四丁基脲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钨催化剂的氢化塔内,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,溶液中的蒽氢醌恢复成原来的蒽醌,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,国内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,因为采用并流氧化的方式,空气和氢化液流向相同,使得空气和氢化液的气液传质、传热效率较低,影响氧化收率,同时容易在塔底产生较多的氧化残液。同时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,影响氧化效果。因为单节塔的高度较大,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,且上部和底部温差大,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。因为每个塔节的总体积较大,造成总的氧化塔持液量较高,提高了投资成本。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于,克服现有技术中存在的问题,提供一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,提高氧化收率,减少降解物的生成量和氧化残液的产生,降低设备制造成本和原材料单耗。

[0006] 本发明的技术方案是:一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,氧化塔本体6包括上塔1、下塔3和两节中塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器,每节塔顶部设有空气出口管线;上塔1下部有氢化液进口,上部有氢化液出口并通过热交换器后与第一中塔2-1上部相通;第一中塔2-1下部有氢化液出口并通过热交换器后与第二中塔2-2下部相通;第二中塔2-2上部有氢化液出口并通过热交换器后与下塔3上部相通;下塔3下部有氢化液出口管线;上塔1下部有氮气管线,第一中塔2-1空气出口管线接入上塔氮气管线后一并进入上塔1;除

上塔1外,其他节塔中、下部均设置两个空气进口,并且两个空气进口与下节塔顶部空气出口管线相通;下塔3两个空气进口连接空气送风系统。

[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下部进入上塔,在上塔内和空气并流氧化后从上部流出进入第一中塔上部,和空气逆流氧化后从第一中塔下部流出,进入第二中塔下部,和空气并流氧化后从第二中塔上部流出,进入下塔上部,和空气逆流氧化后从下塔下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:空气首先从下塔的下部、中部流入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从第二中塔的中、下部进入,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,从第一氧化塔的中、下部进入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,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] 上述氧化塔中,中塔节数可以为4,6,8等偶数。其中奇数中塔的氢化液进口在中塔上部,空气和氢化液逆方向相互接触进行逆流氧化;偶数中塔的氢化液进口在中塔下部,空气和氢化液同方向相互接触进行并流氧化。

[0010] 本发明所述氧化塔,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;将部分塔节内氢化液和空气的接触方式由并流改为逆流后,可以减少氧化残液的产生,提高氧化收率。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;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,提高氧化收率;上塔,中塔和下塔,在保持塔径不变的情况下,氧化塔总高度由32米降低到27米以下,氧化塔总体积降低到原来的70%以下,使得氧化塔内(10万吨/a 27.5w%过氧化氢装制造置)的工作液总持液量由300立方减少到225立方以下,氧化时间由30min降低到20min以下,生产每吨27.5w%过氧化氢产生的氧化残液由0.5kg降低到0.2kg以下。

附图说明

[0011] 图1是两节中塔氧化塔示意图;

[0012] 图2是四节中塔氧化塔示意图;

[0013] 图中:1.上塔,2-1.第一中塔,2-2.第二中塔,2-3.第三中塔,2-4.第四中塔,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

[0014] 实施例1

[0015] 下面结合附图和实施例对本发明做进一步详细说明。

[0016] 如图1所示,一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,氧化塔本体6包括上塔1,下塔3和两节中塔,每节塔内靠近塔顶处设置有气液分离器,每节塔顶部设有空气出口管线;上塔下部有氢化液进口,上部有氢化液出口并通过热交换器后与第一中塔上部相通;第一中塔下部有氢化液出口并通过热交换器后与第二中塔下部相通;第二中塔上部有氢化液出口并通过热交换器后与下塔上部相通;下塔下部有氢化液出口管线;上塔1下部有氮气管线,第一

中塔2-1空气出口管线接入上塔氮气管线后一并进入上塔;除上塔外,其他节塔中、下部均设置两个空气进口,并且两个空气进口与下节塔顶部空气出口管线相通;下塔两个空气进口连接空气送风系统。

[0017] 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下部进入上塔,在上塔内和空气并流氧化后从上部流出进入第一中塔上部,和空气逆流氧化后从第一中塔下部流出,进入第二中塔下部,和空气并流氧化后从第二中塔上部流出,进入下塔上部,和空气逆流氧化后从下塔下部流出进入下道工序。

[0018] 空气在本发明所述的氧化塔中的流程是:空气首先从下塔的下部、中部流入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从第二中塔的中、下部进入,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,从第一氧化塔的中、下部进入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,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。

[0019] 本实施例氧化塔用于产能10万吨/a 27.5w% 蒽醌法制造过氧化氢化工序,氧化塔高度由32米降低到26米,氧化收率由97%提高到99.2%以上,塔内的工作液总持液量由300立方减少到215立方,氧化时间由30min降低到18min,生产每吨27.5w%过氧化氢产生的氧化残液由0.5kg降低到0.15kg。

[0020] 实施例2

[0021] 如图1所示,一种蒽醌法制备过氧化氢的氧化塔,包括四节中塔,其中第一中塔和第三中塔的氢化液进口在中塔上部;第二中塔和第四中塔的氢化液进口在中塔下部,其他同实施例1。

[0022] 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下部进入上塔,在上塔内和空气并流氧化后从上部流出进入第一中塔上部,和空气逆流氧化后从第一中塔下部流出,进入第二中塔下部,和空气并流氧化后从第二中塔上部流出,进入第三中塔上部,和空气逆流氧化后从第三中塔下部流出,进入第四中塔下部,和空气并流氧化后从第四中塔上部流出进入下塔上部,和空气逆流氧化后从下塔下部流出进入下道工序。

[0023] 空气在本发明所述的氧化塔中的流程是:空气首先从下塔的下部、中部流入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从第四中塔的中、下部进入,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,从第三中塔的中、下部进入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,从第二中塔的中、下部进入,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,从第一中塔的中、下部进入,和氢化液逆方向相互接触进行氧化,然后由塔内的气液分离器分离后,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。

[0024] 本实施例氧化塔用于产能10万吨/a 27.5w% 蒽醌法制造过氧化氢化工序,氧化塔高度由32米降低到24米,氧化收率由97%提高到99.4%以上,氧化塔内的工作液总持液量由300立方减少到208立方,氧化时间由30min降低到15min,生产每吨27.5w%过氧化氢产生的氧化残液由0.5kg降低到0.12kg。

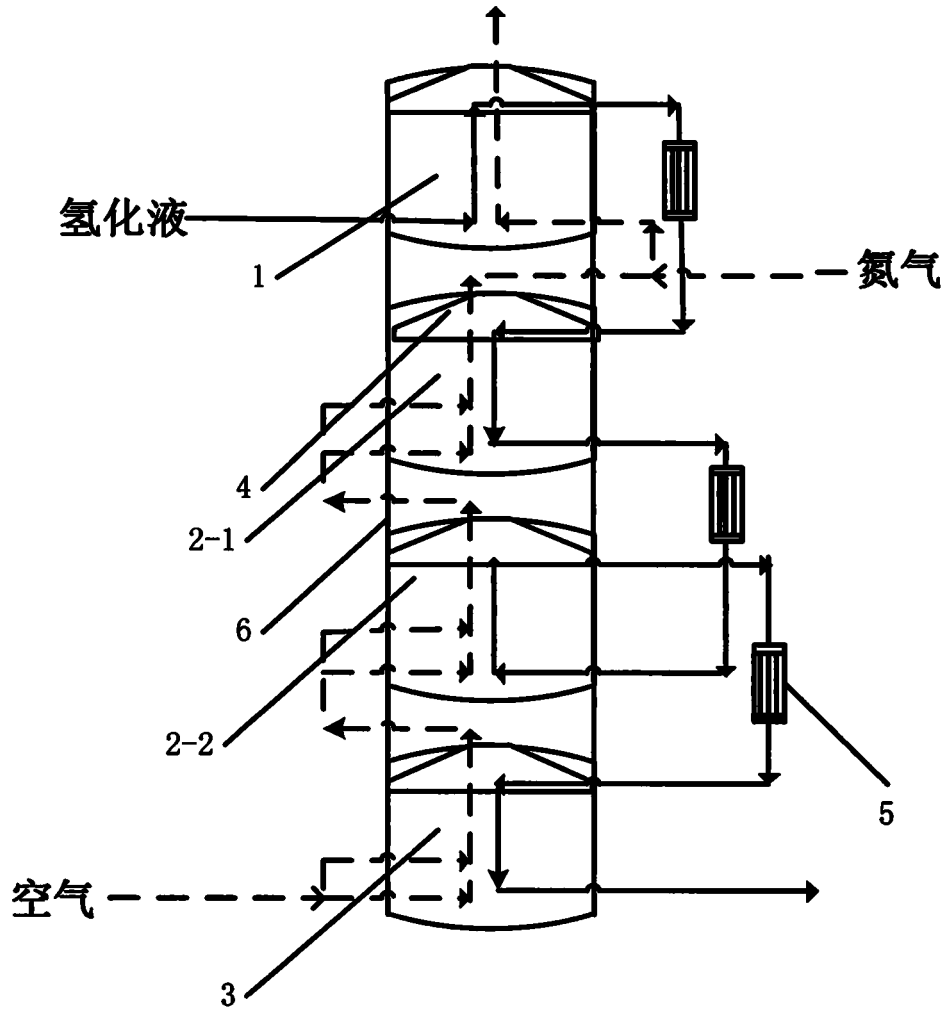


图1

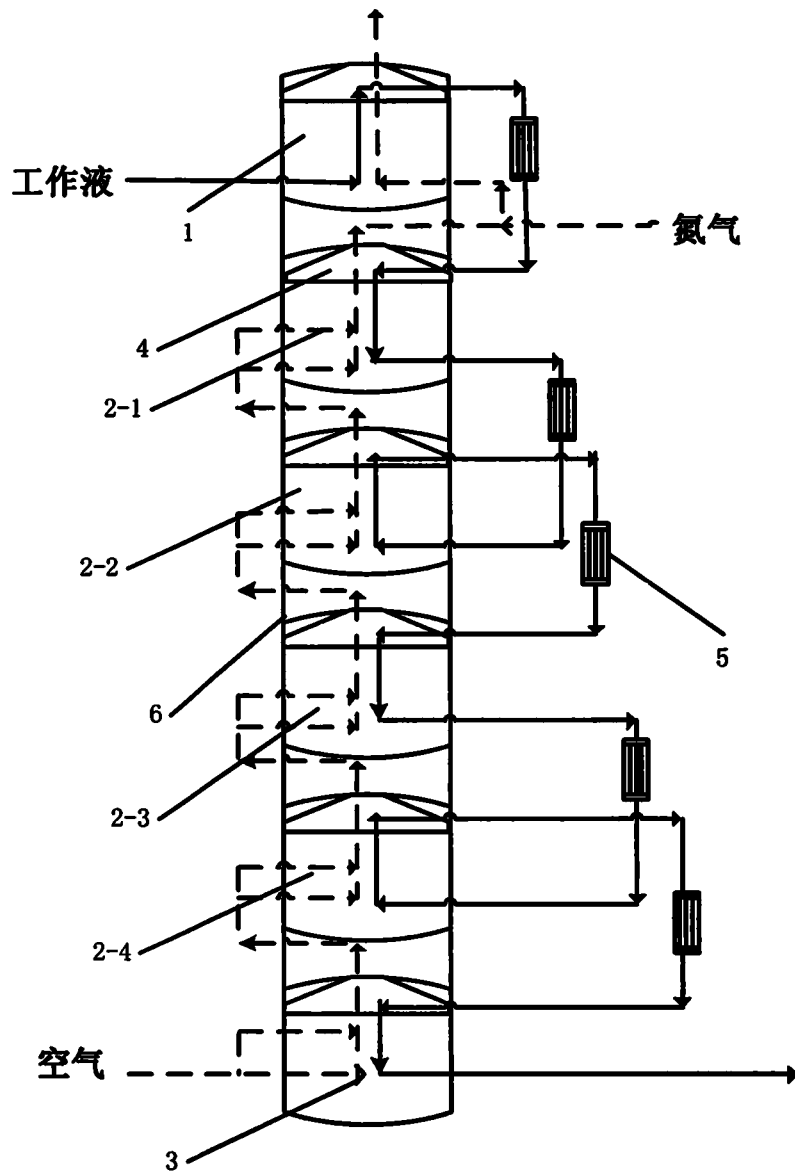


图2