



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112093776 A

(43) 申请公布日 2020.12.18

(21) 申请号 202010983344.4

(22) 申请日 2020.09.18

(71) 申请人 青岛海望能源科技有限公司
地址 266000 山东省青岛市黄岛区胶州湾
东路2566号

(72) 发明人 杨福胜 王京 张早校 吴震
尧兢

(74) 专利代理机构 青岛智地领创专利代理有限
公司 37252
代理人 张红凤

(51) Int. Cl.
C01B 3/00 (2006.01)

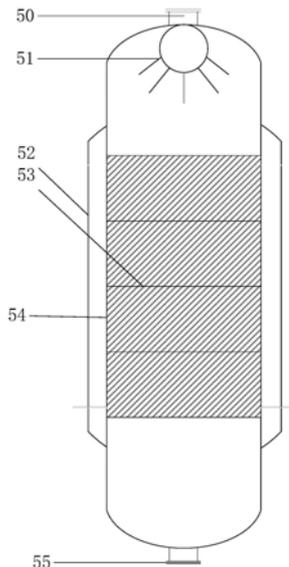
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统及方法

(57) 摘要

本发明公开了一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统及方法,属于有机液体储氢技术领域。其包括氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置、混合器、加热器、气液分布器、反应装置、产品分离装置及氢气再循环装置,反应装置包括并联的两个反应器,分别为滴流床反应塔一和滴流床反应塔二,在两个滴流床反应塔内部根据高度分为多段催化剂床层,其中在每段床层均填充有不同质量配比的催化剂。本发明采用催化剂优化布置的反应器床层设计,使反应物在反应器不同位置的放热情况基本一致,减少了热管理的难度,可以直接利用一段式的夹套油浴稳定反应温度,采用氢气再循环设计,提高了氢气利用效率,减少废气排放的环境污染问题,节约了生产成本。



1. 一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其包括氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置、混合器、加热器、气液分布器、吹扫装置、反应装置、产品分离装置及氢气再循环装置,其特征在于:

所述的氢气进料装置和所述的有机液体储氢介质进料装置分别与所述的混合器的入口连接,经所述的氢气进料装置提供氢气,经所述的有机液体储氢介质进料装置提供有机液体储氢介质,所述的氢气与所述的有机液体储氢介质在混合器中混合后,进入与所述的混合器连接的加热器中,所述的加热器的另一端经所述的气液分布器连接所述的反应装置;

所述的反应装置包括并联的两个反应器,分别为滴流床反应塔一和滴流床反应塔二,所述的滴流床反应塔一和滴流床反应塔二的大小及形状相同,在所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的内部根据高度分为2~4段催化剂床层,其中在每段床层均填充有惰性物质和不同质量配比的催化剂,且位于下段的催化剂床层内填充的催化剂多于位于上段的催化剂床层内填充的催化剂;在每段催化剂床层均连接有温度传感器对其温度进行控制,所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的外部通过夹套恒温控制其反应温度;

所述的产品分离装置与所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的出口连接,用于对反应装置内产生的反应物进行分离,通过所述的产品分离装置收集液相,气相经过所述氢气再循环装置进入所述的氢气进料装置,与新的氢气混合作为反应原料。

2. 根据权利要求1所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为2段催化剂床层时,催化剂的质量百分比从上到下依次为35%~40%和60%~65%;当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为3段催化剂床层时,催化剂的质量百分比从上到下依次为30%~35%、40%~50%和65%~75%;当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为4段催化剂床层时,催化剂的质量百分比从上到下依次为30%~35%、40%~50%、50%~60%和65%~80%。

3. 根据权利要求1所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:相邻的催化剂床层之间布置有孔径略小于催化剂颗粒的挡板,所述的挡板用于防止催化剂颗粒在催化剂床层轴向被物料冲击分散。

4. 根据权利要求1所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的顶部和底部均分别设置有进口法兰和出口法兰,反应物料通过所述的各自的进口法兰进入滴流床反应塔中,反应物经过所述的出口法兰进入所述的产品分离装置,在所述的进口法兰的下方设置有雾化喷嘴,经所述的雾化喷嘴将反应物料喷洒在催化剂床层上;通过夹套控制所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的反应温度为200℃。

5. 根据权利要求1所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二通过所述的加热器进行加热,所述的气液分布器设置有压力传感器,所述的压力传感器用于调节反应物压力,所述的气液分布器用来控制反应物流量,使得反应器内部的反应物停滞时间保持在合理范围,保护催化剂优化布置的热管理效果。

6. 根据权利要求1~5任一项所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的氢气进料装置主要包括氢气瓶、低压缓冲罐及高压缓冲罐,所述的氢气

瓶与所述的低压缓冲罐连接,通过所述的氢气瓶向低压缓冲罐内提供氢气,所述的低压缓冲罐连接所述的高压缓冲罐,在低压缓冲罐和高压缓冲罐之间有三条管路并联,分别为吹扫管路、稳压管路和增压管路,经高压缓冲罐后的氢气通入所述的混合器中。

7. 根据权利要求1~5任一项所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的有机液体储氢介质进料装置主要包括原料罐,所述的原料罐自带加热和搅拌功能,通过对原料罐采取外加热的方式使其中的有机液体储氢介质融化成液相,所述的原料罐通过与其连接的管路将有机液体储氢介质通入所述的混合器中;所述的有机液体储氢介质为乙基咪唑或添加有乙基咪唑的咪唑类有机储氢物质。

8. 根据权利要求1~5任一项所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的吹扫装置用于向所述的氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置中通入氮气、氩、氦、氙、氪或氙进行吹扫。

9. 根据权利要求1~5任一项所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其特征在于:所述的产品分离装置主要包括高分罐,在所述的高分罐中实现对反应物的气液分离,收集得到的液相即为反应产物,收集得到的气相即为氢气,所述的氢气经过所述的氢气再循环装置与新的氢气进行混合作为反应原料。

10. 一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢方法,其特征在于,其采用权利要求1~5任一项所述的一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,所述的方法依次包括以下步骤:

S1、通过所述的吹扫装置向氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置的相关管路中通入氮气进行吹扫;

S2、将有机液体储氢介质进料装置内的原料预热融化后搅拌,然后将液体原料通入混合器中,通过氢气进料装置向混合器中通入氢气;氢气和液体原料的体积比为1000~1500:1;

S3、设定加热器的加热温度为150℃,两个反应器的温度分别为200℃,将混合器中所得混合原料通过气液分布器通入其中一个反应器中,当反应物停滞时间大于设定阈值120min时,反应物只通入该反应器中;当反应物流量过大导致停滞时间小于设定阈值时,则将部分过载流量通入另一个反应器中;

S4、反应物通入产品分离装置进行气液分离,分离得到液相即为反应产物,主要为十二氢乙基咪唑;气相为未反应氢气,通入氢气再循环装置与新氢气混合作为反应原料。

一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统及方法

技术领域

[0001] 本发明属于有机液体储氢技术领域,具体涉及一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统及方法。

背景技术

[0002] 氢能是前景光明的新能源方式,凭借着高能量密度和清洁无污染等优势,将会取代锂离子电池等现存的储能技术。

[0003] 氢能的大规模利用面临着较多的挑战,目前主要的储氢方式都有着各种缺点。高压气态储氢应用广泛成本低廉,但充放氢需要的高压环境限制了氢气的进一步发展,而且存在安全性隐患;金属氢化物储氢安全稳定且压力较低,但金属氢化物本身质量大,而且充放氢过程收到传热传质能力的限制,不适宜在移动交通领域应用;低温液态储氢具有较高的能量密度,是航空航天领域的热点技术,但该技术成本高、技术复杂,难以长时间存储氢气。

[0004] 有机液体储氢技术能量密度高。安全稳定且方便大规模长距离运输,是未来氢能发展的重点。以乙基咔唑为代表的有机液体储氢材料吸氢过程复杂,由数个不同的基元反应组成,在反应的不同阶段,反应速度和放热水平各不相同。如果采用气液固三相滴流床反应器进行连续式加氢操作,反应床层各部放热情况不同,需要进行多段式控温,极大地增加了设备设计和系统控制的难度,造成了成本的增加。

发明内容

[0005] 本发明的目的之一在于提供一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其直接利用一段式的夹套油浴稳定反应温度,大大简化了系统复杂性,降低了系统控制难度,且通过采用氢气再循环设计,节约了成本。

[0006] 为实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0007] 一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其包括氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置、混合器、加热器、气液分布器、吹扫装置、反应装置、产品分离装置及氢气再循环装置;

[0008] 所述的氢气进料装置和所述的有机液体储氢介质进料装置分别与所述的混合器的入口连接,经所述的氢气进料装置提供氢气,经所述的有机液体储氢介质进料装置提供有机液体储氢介质,所述的氢气与所述的有机液体储氢介质在混合器中混合后,进入与所述的混合器连接的加热器中,所述的加热器的另一端经所述的气液分布器连接所述的反应装置;

[0009] 所述的反应装置包括并联的两个反应器,分别为滴流床反应塔一和滴流床反应塔二,所述的滴流床反应塔一和滴流床反应塔二的大小及形状相同,在所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的内部根据高度分为2~4段催化剂床层,其中在每段床层均填充有惰性物质和不同质量配比的催化剂,且位于下段的催化剂床层内填充的催化剂多于位于上段

的催化剂床层内填充的催化剂；在每段催化剂床层均连接有温度传感器对其温度进行控制，所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的外部通过夹套恒温控制其反应温度；

[0010] 所述的产品分离装置与所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的出口连接，用于对反应装置内产生的反应物进行分离，通过所述的产品分离装置收集液相，气相经过所述氢气再循环装置进入所述的氢气进料装置，与新的氢气混合作为反应原料。

[0011] 作为本发明的一个优选方案，当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为2段催化剂床层时，催化剂的质量百分比从上到下依次为35%~40%和60%~65%；当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为3段催化剂床层时，催化剂的质量百分比从上到下依次为30%~35%、40%~50%和65%~75%；当滴流床反应塔一、滴流床反应塔二内部分为4段催化剂床层时，催化剂的质量百分比从上到下依次为30%~35%、40%~50%、50%~60%和65%~80%。

[0012] 作为本发明的另一个优选方案，相邻的催化剂床层之间布置有孔径略小于催化剂颗粒的挡板，上述的挡板用于防止催化剂颗粒在催化剂床层轴向被物料冲击分散。

[0013] 进一步优选，上述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的顶部和底部均分别设置有进口法兰和出口法兰，反应物料通过上述的各自的进口法兰进入滴流床反应塔中，反应物经过上述的出口法兰进入上述的产品分离装置，在上述的进口法兰的下方设置有雾化喷嘴，经上述的雾化喷嘴将反应物料喷洒在催化剂床层上；通过夹套控制上述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的反应温度为200℃。

[0014] 进一步优选，上述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二通过上述的加热器进行加热，上述的气液分布器设置有压力传感器，上述的压力传感器用于调节反应物压力，上述的气液分布器用来控制反应物流量，使得反应器内部的反应物停滞时间保持在合理范围，保护催化剂优化布置的热管理效果。

[0015] 进一步优选，上述的氢气进料装置主要包括氢气瓶、低压缓冲罐及高压缓冲罐，上述的氢气瓶与上述的低压缓冲罐连接，通过上述的氢气瓶向低压缓冲罐内提供氢气，上述的低压缓冲罐连接上述的高压缓冲罐，在低压缓冲罐和高压缓冲罐之间有三条管路并联，分别为吹扫管路、稳压管路和增压管路，经高压缓冲罐后的氢气通入上述的混合器中。

[0016] 进一步优选，上述的有机液体储氢介质进料装置主要包括原料罐，上述的原料罐自带加热和搅拌功能，通过对原料罐采取外加热的方式使其中的有机液体储氢介质融化成液相，上述的原料罐通过与其连接的管路将有机液体储氢介质通入上述的混合器中；上述的有机液体储氢介质为乙基咪唑或添加有乙基咪唑的咪唑类有机储氢物质。

[0017] 进一步优选，上述的吹扫装置用于向上述的氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置中通入氮气、氦、氖、氩、氪或氙进行吹扫。

[0018] 进一步优选，上述的产品分离装置主要包括高分罐，在上述的高分罐中实现对反应物的气液分离，收集得到的液相即为反应产物，收集得到的气相即为氢气，上述的氢气经过上述的氢气再循环装置与新的氢气进行混合作为反应原料。

[0019] 本发明的另一目的在于提供一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢方法，依次包括以下步骤：

[0020] S1、通过所述的吹扫装置向氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置的相关管路中通入氮气进行吹扫；

[0021] S2、将有机液体储氢介质进料装置内的原料预热融化后搅拌,然后将液体原料通入混合器中,通过氢气进料装置向混合器中通入氢气;氢气和液体原料的体积比为1000~1500:1;

[0022] S3、设定加热器的加热温度为150℃,两个反应器的温度分别为200℃,将混合器中所得混合原料通过气液分布器通入其中一个反应器中,当反应物停滞时间大于设定阈值120min时,反应物只通入该反应器中;当反应物流量过大导致停滞时间小于设定阈值时,则将部分过载流量通入另一个反应器中;

[0023] S4、反应物通入产品分离装置进行气液分离,分离得到液相即为反应产物,主要为十二氢乙基咪唑;气相为未反应氢气,通入氢气再循环装置与新氢气混合作为反应原料。

[0024] 本发明一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,其主要创新点在于两个反应器的并联设计,通过将两个反应器按照高度分为多段,本发明优选2-4段,在每段催化剂床层中填充不同量的催化剂,可实现对于加氢反应进程的控制,使得反应器不同高度的床层中反应放热相近,减少反应器对温度控制的要求,即降低了现有技术中的反应器需要多段控温带来的控制难度,由于本发明中不同高度的催化剂床层的放热相近,因此易于控制其温度。

[0025] 反应装置在流量过大的情况下,原料滞留时间缩短,反应进程慢于催化剂布置时设定的反应程度,导致催化剂床层不能提供良好的热平衡效果;流量较小的情况下亦然,但流量小时放热较弱,反应程度超前于设定的反应程度,导致反应动力不足,放热同样更弱,所以对于热管理要求也更小。

[0026] 本发明反应装置设置两个相同的反应器并联,当总流量变化时,通过气液分布器控制反应物流量,使得反应器内部的反应物停滞时间保持在合理范围,保护催化剂优化布置的热管理效果;

[0027] 此外,本发明还通过氢气再循环装置对未反应的氢气进行利用,将其与新的氢气一起作为原料气参与到反应中,从一定程度上节省了原料。

[0028] 与现有技术相比,本发明带来了以下有益技术效果:

[0029] (1) 本发明采用催化剂优化布置的反应器床层设计,使反应物在反应器不同位置的放热情况基本一致,减少了热管理的难度,可以直接利用一段式的夹套油浴稳定反应温度,大大地简化了设备复杂性减小了系统控制难度;

[0030] (2) 本发明采用反应器并联设计,保持反应器内部反应物停滞时间不小于预定阈值,避免反应物停滞时间减少导致的反应进程和催化剂布置层次不匹配的问题;

[0031] (3) 本发明采用氢气再循环设计,提高了氢气利用效率,减少废气排放的环境污染问题,节约了生产成本。

[0032] 综上所述,本发明与现有技术相比,其反应温度易于控制,且节约了生产成本。

附图说明

[0033] 下面结合附图对本发明做进一步说明:

[0034] 图1为本发明一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统大体结构示意图;

[0035] 图2为本发明反应器的结构示意图,主要示出了其中一个滴流床反应塔的结构;

[0036] 图中:

[0037] 1、低压缓冲罐,2、高压缓冲罐,3、减压阀一,4、球阀一,5、球阀二,6、背压阀,7、球阀三,8、球阀四,9、过滤器一,10、电动增压泵,11、单向阀一,12、球阀五,13、过滤器二,14、减压阀二,15、气体质量流量计,16、单向阀二,17、混合器,18、原料罐,19、球阀六,20、过滤器三,21、进料泵,22、压力传感器一,23、单向阀三,24、安全阀一,25、减压阀三,26、球阀七,27、过滤器四,28、单向阀四,29、球阀八,30、球阀九,31、加热器,32、气液分布器,33、滴流床反应塔一,34、滴流床反应塔二,35、高分罐,36、过滤器五,37、减压阀四,38、球阀十,39、球阀十一,40、针阀,41、安全阀二,42、减压阀五,43、干燥罐,44、单向阀五,45、压力传感器二,46、球阀十二,47、球阀十三,48、球阀十四,49、球阀十五,50、进口法兰,51、雾化喷嘴,52、夹套,53、挡板,54、催化剂床层,55、出口法兰。

具体实施方式

[0038] 本发明提出了一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统及方法,为了使本发明的优点、技术方案更加清楚、明确,下面结合具体实施例对本发明做详细说明。

[0039] 除非另有其他明确表示,否则在整个说明书和权利要求书中,术语“包括”或其变换如“包含”等等将被理解为包括所陈述的部件或组成部分,而并未排除其他部件或其他组成部分。

[0040] 在本文中,为了描述的方便,可以使用空间相对术语,诸如“下面”、“下方”、“下”、“上面”、“上方”、“上”等,来描述一个部件或特征与另一部件或特征在附图中的关系。应理解的是,空间相对术语旨在包含除了在图中所绘的方向之外物件在使用或操作中的不同方向。例如,如果在图中的物件被翻转,则被描述为在其他部件或特征“下方”或“下”的部件将取向在所述部件或特征的“上方”。因此,示范性术语“下方”可以包含下方和上方两个方向。部件也可以有其他取向(旋转90度或其他取向)且应对本文使用的空间相对术语作出相应的解释。

[0041] 本发明所述及的有机液体储氢介质是指乙基咪唑或添加有乙基咪唑的咪唑类有机储氢物质。

[0042] 本发明中所述及的“混合器”、“气液分布器”、“加热器”的结构及工作原理,本领域借鉴现有技术即可实现。

[0043] 如图1所示,本发明一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,包括氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置、混合器、加热器、气液分布器、吹扫装置、反应装置、产品分离装置及氢气再循环装置。

[0044] 上述的的氢气进料装置和有机液体储氢介质进料装置分别与混合器的入口连接,氢气进料装置向混合器内提供原料氢气,有机液体储氢介质进料装置向混合器内提供有机液体储氢介质,原料氢气与有机液体储氢介质在混合器中混合后,进入与混合器连接的加热器中,加热器的另一端经气液分布器连接反应装置。

[0045] 具体的,上述的氢气进料装置包括氢气瓶、低压缓冲罐1及高压缓冲罐2,氢气瓶与上述的低压缓冲罐连接,在这二者连接的管路上依次设置有减压阀一3和球阀一4,低压缓冲罐连接高压缓冲罐,在低压缓冲罐和高压缓冲罐之间有三条管路并联,分别为吹扫管路、稳压管路和增压管路,经高压缓冲罐后的氢气通入上述的混合器中,在吹扫管路设置有球阀十二46,在稳压管路依次设置有球阀二5、背压阀6、球阀三7,在增压管路依次设置有球阀

四8、过滤器一9、电动增压泵10和单向阀一11；高压缓冲罐2与混合器17之间依次设置：球阀五12、过滤器二13、减压阀二14、气体质量流量计15、单向阀二16；各缓冲罐与安全阀连通，并设置压力传感器；减压阀前后各设置压力传感器，气体质量流量计15的前后分别设置有球阀十三47和球阀十四48，气体质量流量计15并列的线路上连接有球阀十五49。

[0046] 具体的，上述的有机液体储氢介质进料装置主要包括原料罐18，原料罐自带加热和搅拌功能，如在原料罐的顶部连接有搅拌装置，搅拌装置的搅拌桨伸入原料罐18内，加热功能如采用外加热方式，通过对原料罐的外壁进行加热，使其达到一定的温度。

[0047] 通过对原料罐采取外加热的方式使其中的有机液体储氢介质融化成液相，原料罐通过与其连接的管路将有机液体储氢介质通入混合器中，在原料罐18与混合器连接的管路上依次连接有球阀六19、过滤器三20、进料泵21、压力传感器一22、单向阀三23，进料泵21与压力传感器一22之间布置有安全阀一24，安全阀一连接到原料罐处；吹扫管路在球阀六和过滤器三间与有机液体储氢介质进料装置的液体进料管路连通，进料泵21能实现液体流量控制。

[0048] 上述的吹扫装置，用于向上述的氢气进料装置、有机液体储氢介质进料装置中通入氮气或其它惰性气体，如通入氮、氖、氩、氪或氙进行吹扫，本发明优选通入氮气进行吹扫。吹扫管路依次经过减压阀三25、球阀七26、过滤器四27、单向阀四28；吹扫管路最终通过球阀八29、球阀九30分别和气体进料管路、液体进料管路连通。

[0049] 氢气和有机储氢材料在混合器中混合，经过加热器31和气液分布器32进入两个并联的滴流床反应塔一33、滴流床反应塔二34中，在反应器中完成反应后收集并通入产品分离装置。

[0050] 作为本发明的主要创新点，反应装置的设计方面，其由两个并联的滴流床反应塔一33和滴流床反应塔二34组成，滴流床反应塔一和滴流床反应塔二的大小及形状相同，在滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的内部根据高度分为2~4段催化剂床层，其中在每段床层均填充有惰性物质和不同质量配比的催化剂，且位于下段的催化剂床层内填充的催化剂多于位于上段的催化剂床层54内填充的催化剂；在每段催化剂床层54均连接有温度传感器对其温度进行控制，所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的外部通过夹套恒温控制其反应温度；

[0051] 上述的加热器设置有温度传感器，来控制反应温度在130~150摄氏度；气液分布器设置压力传感器，通过控制系统控制上游压缩机和进料泵，调节反应物压力。

[0052] 如图2所示，在反应器外部设置夹套52进行恒温控制，反应器中由上到下布置四组温度传感器，保持温度在200摄氏度，反应器内部填充惰性物质和催化剂的混合物；在反应器内部依照高度分为多段，填充不同比例的催化剂，实现对于加氢反应进程的控制，使得反应器不同高度的床层中反应放热相近，减少反应器对温度控制的要求；多段式布置可以分为两段式、三段式和四段式。两段式分布时，催化剂的质量百分比从上到下依次为：35%~40%和60%~65%；三段式分布时，催化剂的质量百分比从上到下依次为：30%~35%、40%~50%和65%~75%；四段式分布时，催化剂的质量百分比从上到下依次为：30%~35%、40%~50%、50%~60%和65%~80%。

[0053] 两个滴流床反应塔的具体结构，在顶部和底部均设置有进口法兰50和出口法兰55，反应物料通过上述的各自的进口法兰进入滴流床反应塔中，反应物经过上述的出口法

兰进入上述的产品分离装置,在上述的进口法兰的下方设置有雾化喷嘴51,经雾化喷嘴51将反应物料喷洒在催化剂床层上进行反应;通过夹套控制上述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的反应温度为200℃。各个催化剂床层间布置孔径略小于催化剂颗粒的挡板53防止催化剂颗粒在床层轴向被物料冲击分散;反应完成后经出口法兰55进入产品分离装置;反应过程中温度控制系统保证催化剂床层温度的恒定。

[0054] 反应装置在流量过大的情况下,原料滞留时间缩短,反应进程慢于催化剂布置时设定的反应程度,导致催化剂床层不能提供良好的热平衡效果;流量较小的情况下亦然,但流量小时放热较弱,反应程度超前于设定的反应程度,导致反应动力不足,放热同样更弱,所以对于热管理要求也更小。

[0055] 反应装置由两个相同的反应器并联,当总流量变化时,通过气液分布器控制反应物流量,使得反应器内部的反应物停滞时间保持在合理范围,保护催化剂优化布置的热管理效果。

[0056] 产品分离装置与所述的滴流床反应塔一、滴流床反应塔二的出口连接,用于对反应装置内产生的反应物进行分离,通过产品分离装置收集液相,气相经过氢气再循环装置进入氢气进料装置,与新的氢气混合作为反应原料。

[0057] 具体的,上述的产品分离装置,包括高分罐35,液相从高分罐35的底部排出,在与其连接的管路上设置有球阀十一39和针阀40,气相从高分罐35的上部排出,与其连接的管路上设置有过滤器五36、减压阀四37、球阀十38,高分罐设置温度、压力和流量传感器,高分罐与安全阀二41连通;高分罐中实现气液分离,分离得到的液体即为反应产物。

[0058] 上述的氢气再循环装置包括氢气再循环管路,在氢气再循环管路上依次经减压阀五42、干燥罐43、单向阀五44,在减压阀五42与干燥罐43间设置压力传感器二45。

[0059] 下面对本发明一种催化剂优化布置的连续式有机液体加氢方法做详细说明,其采用上述的催化剂优化布置的连续式有机液体加氢系统,具体方法如下:

[0060] (1) 关闭球阀一4、球阀六19,打开吹扫管路球阀七26,通入氮气吹扫气体进料管路和液体进料管路10min;吹扫过程关闭背压阀6上下游球阀二5、球阀三7,关闭电动增压泵10上游球阀四8,打开并联球阀十二46;关闭气体流量计上下游球阀十三47、球阀十四48,打开并联球阀十五49。

[0061] (2) 在液体进料管路原料罐中加入有机储氢材料乙基咪唑,预热至80摄氏度并在融化后搅拌;

[0062] (3) 关闭吹扫管路球阀七26、球阀八29、球阀九30,打开物料进口球阀一4、球阀六19,背压阀和气体质量流量计上下游和并联球阀操作与(1)反之,在气体进料管路通入高纯氢,通入氢气与乙基咪唑体积比为1000:1;

[0063] (3) 设定加热器加热温度为150摄氏度,反应器温度200摄氏度;

[0064] (4) 反应物先通入滴流床反应塔一33,滴流床反应塔一33内反应物停滞时间大于设定阈值120min(空速约0.5的情况下)时,反应物只通入滴流床反应塔一33;反应物流量过大导致停滞时间小于设定阈值时,将部分过载流量通入滴流床反应塔二34。

[0065] (5) 物料从反应器通入高分罐35,在高分罐35中进行气液分离,分离得到液相即为反应产物,主要为十二氢乙基咪唑;气相为未反应氢气,通入氢气再循环管路返回低压缓冲罐1,与新氢气混合作为反应原料。

[0066] 下面结合具体实施例对本发明做详细说明。

[0067] 实施例1:

[0068] 反应器共填充1600mL Ru/Al₂O₃ 催化剂, 惰性物质为Al₂O₃, 有机储氢材料选取乙基咪唑; 滴流床反应器直径Φ为32mm, 催化剂布置高度1m, 催化剂床层等距分为五段, 质量百分比由上到下为30%、35%、45%、60%和80%, 反应器夹套采用油浴控温, 保持约200℃; 液相流速6mL/min, 气相流速6000mL/min, 反应空速0.4h⁻¹, 反应压力7MPa。

[0069] 本实施例可以保证乙基咪唑94.6%反应为十二氢乙基咪唑。

[0070] 实施例2:

[0071] 反应器共填充800mL Ru/rGO 催化剂, 惰性物质选取SiO₂, 有机储氢材料选取乙基咪唑与咪唑摩尔比1:1的混合物; 滴流床反应器直径Φ为23mm, 催化剂布置高度1m, 催化剂床层分为五段质量百分比由上到下为35%、40%、50%、60%和75%, 反应器夹套采用油浴控温, 保持约200℃; 液相流速3mL/min, 气相流速4000mL/min, 反应空速0.5h⁻¹, 反应压力7MPa。

[0072] 本实施例可以保证乙基咪唑和咪唑95.2%反应为十二氢乙基咪唑和十二氢咪唑。

[0073] 以上结合附图详细描述了本发明的优选实施方式, 但是, 本发明并不限于此。

[0074] 尽管本文中较多的使用了诸如低压缓冲罐、高压缓冲罐、减压阀一、球阀一、电动增压泵等术语, 但并不排除使用其它术语的可能性, 使用这些术语仅仅是为了更方便地描述和解释本发明的本质; 把它们解释成任何一种附加的限制都是与本发明精神相违背的。

[0075] 需要进一步说明的是, 本文中所描述的具体实施例仅仅是对本发明的精神所作的举例说明。本发明所属技术领域的技术人员可以对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代, 但并不会偏离本发明的精神或者超越所附权利要求书所定义的范围。

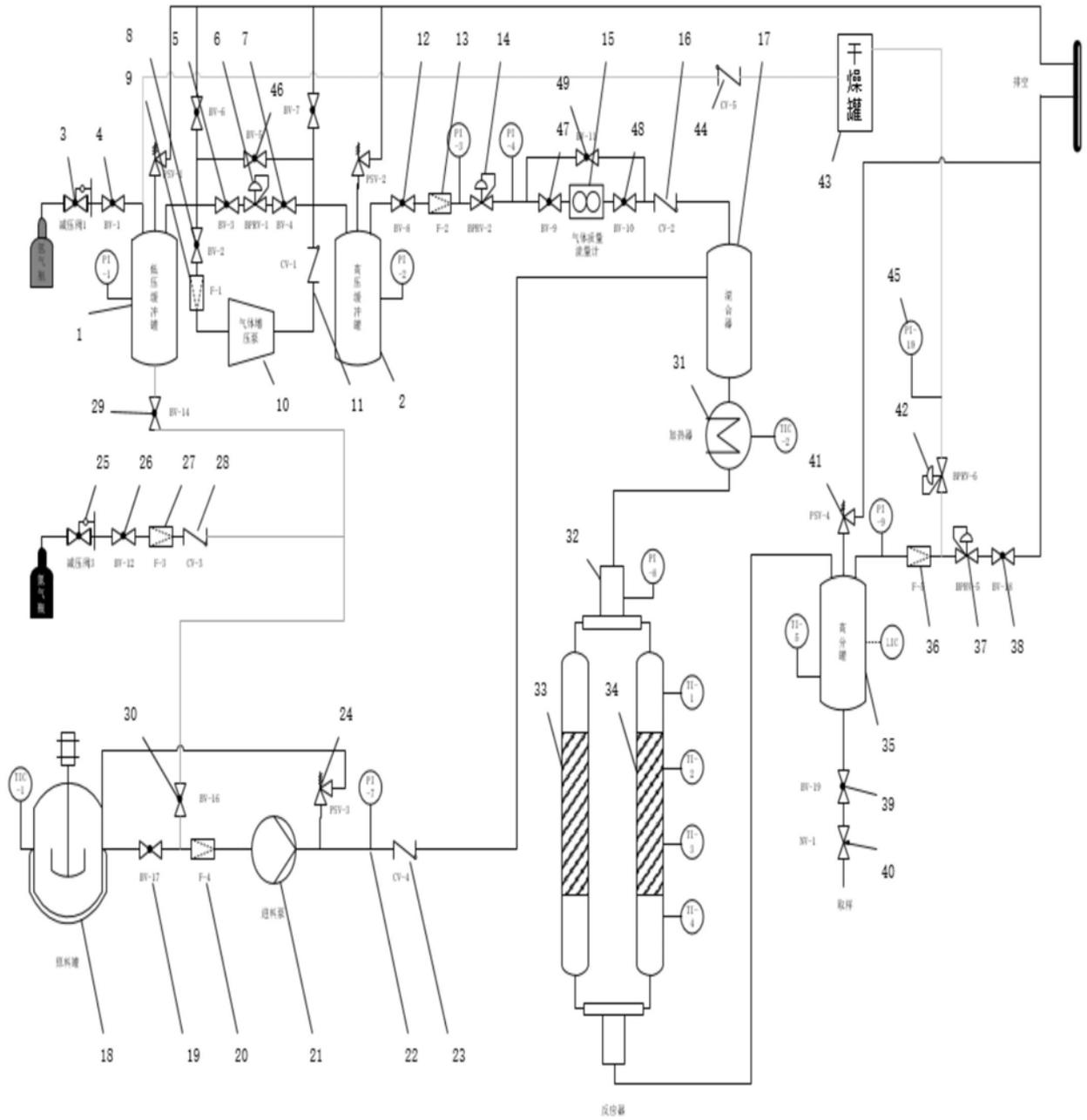


图1

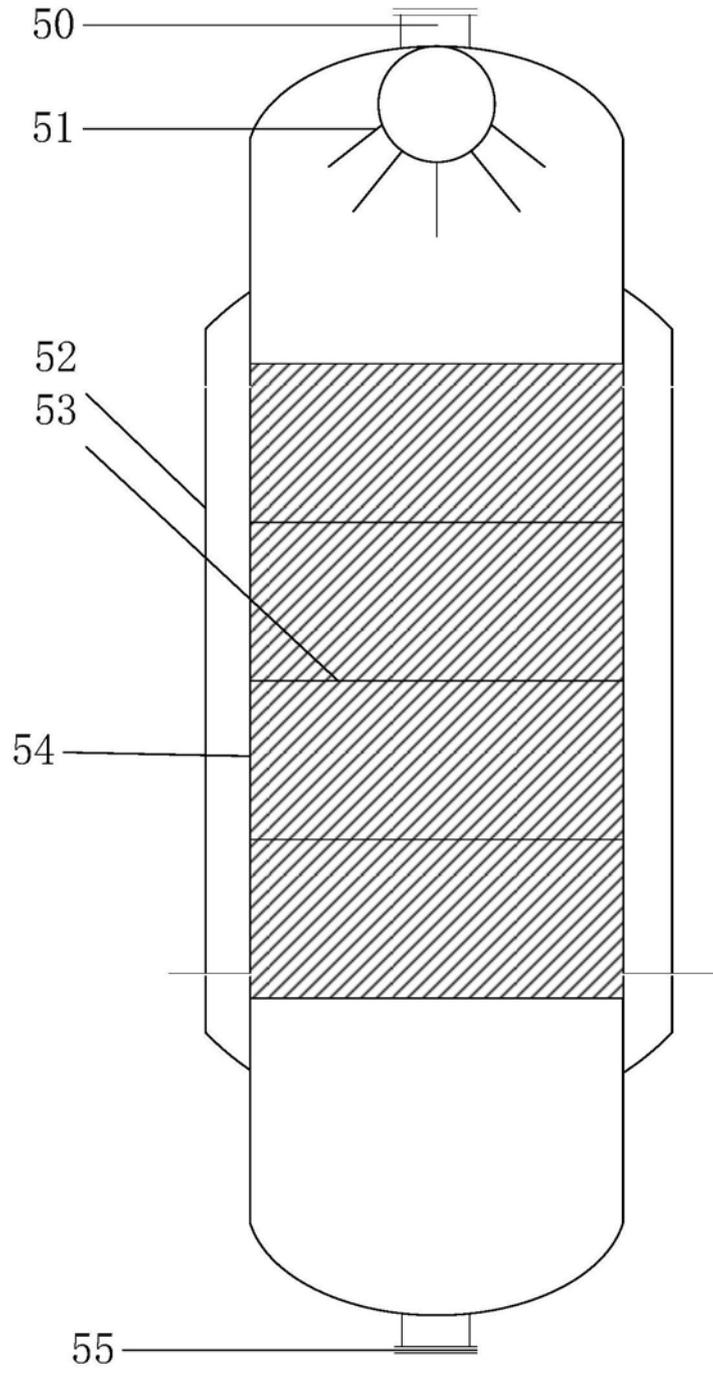


图2