



(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 206631599 U

(45)授权公告日 2017. 11. 14

(21)申请号 201720229515.8

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2017.03.10

B01J 19/30(2006.01)

B01J 8/02(2006.01)

(73)专利权人 陕西煤业化工技术研究院有限公司

C07C 45/38(2006.01)

C07C 47/052(2006.01)

地址 710077 陕西省西安市高新区锦业一路2号陕西煤业化工集团公司

专利权人 中国科学院山西煤炭化学研究所

(72)发明人 闵小建 谭猗生 寇永利 解红娟
郑化安 杨彩虹 尚建选 宋法恩
张生军 武应全 张国权 张涛
潘俊轩

(74)专利代理机构 太原市科瑞达专利代理有限公司 14101

代理人 刘宝贤

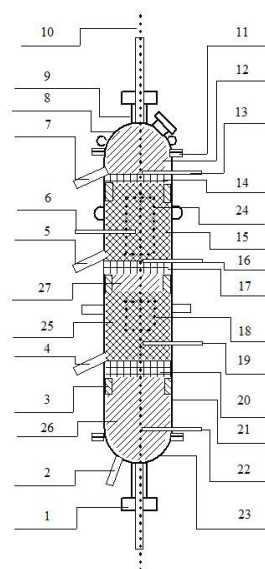
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)实用新型名称

一种用于甲醇氧化制甲醛反应器

(57)摘要

一种用于甲醇氧化制甲醛反应器包括反应器壳体,进料口(9),出料口(1),分布板,反应器壳体由筒体(21)、上封头(8)和下封头(23)组成,筒体(21)分布有第一分布板(14),第二分布板(17)和第三分布板(20),在第一分布板(14)和第二分布板(17)上方分别有卸料管和热电偶套管,第三分布板(20)上方有第三卸料管(4),在第一分布板(14)和第二分布板(17)中间有第三热电偶套管(6),在第二分布板(17)和第三分布板(20)中间有第四热电偶套管(19),在筒体(21)底端有第五热电偶套管(22),在壳体内有内置移热管(10)。具有催化剂装填简单、更换成本较低、避免催化剂挤碎或架桥、克服反应介质短路、床层温度易于控制的优点。



1. 一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 它包括反应器壳体, 进料口 (9), 出料口 (1), 分布板, 其特征在于反应器壳体由筒体 (21)、上封头 (8) 和下封头 (23) 组成, 上封头 (8) 顶端有进料口 (9), 下封头 (23) 底端有出料口 (1) 和第四卸料管 (2), 筒体 (21) 的上部有第一分布板 (14), 中部有第二分布板 (17), 下部有第三分布板 (20), 在第一分布板 (14) 上方有第一卸料管 (7) 和第一热电偶套管 (13), 第二分布板 (17) 上方有第二卸料管 (5) 和第二热电偶套管 (16), 第三分布板 (20) 上方有第三卸料管 (4), 在第一分布板 (14) 和第二分布板 (17) 中间有第三热电偶套管 (6), 在第二分布板 (17) 和第三分布板 (20) 中间有第四热电偶套管 (19), 在筒体 (21) 底端有第五热电偶套管 (22), 在壳体内有内置移热管 (10)。

2. 如权利要求1所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于所述筒体 (21) 分别与上封头 (8)、下封头 (23) 通过法兰 (11) 连接。

3. 如权利要求1所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于所述筒体 (21) 内壁有支撑架 (3), 支撑架 (3) 用于支撑分布板。

4. 如权利要求1所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于所述内置移热管 (10) 是由主管, 第一管束 (24) 和第二管束 (18) 组成, 第一管束 (24) 位于在第一分布板 (14) 和第二分布板 (17) 之间, 第二管束 (18) 位于第二分布板 (17) 和第三分布板 (20) 之间, 第一管束 (24) 和第二管束 (18) 分别与主管相通, 主管通过进料口 (9) 和出料口 (1)。

5. 如权利要求4所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于内置移热管 (10) 的主管是一根或多根。

6. 如权利要求5所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于内置移热管 (10) 的主管是为2根。

7. 如权利要求1所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于在第一分布板 (14) 之上装填有上层填料 (12), 在第三分布板 (20) 之下装填有下层填料 (26), 在第二分布板 (17) 与第二分布板 (17) 之下的支撑架3形成的空间装填有中层填料 (27)。

8. 如权利要求1所述的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器, 其特征在于在第一分布板 (14) 与第二分布板 (17) 之间装填有上层催化剂 (15), 第二分布板 (17) 与第三分布板 (20) 之间装填有下层催化剂 (25)。

一种用于甲醇氧化制甲醛反应器

技术领域

[0001] 本实用新型属于一种反应器,具体涉及一种用于甲醇氧化制甲醛的反应器。

背景技术

[0002] 甲醛是一种重要的有机原料,主要用于人工合成粘结剂,如:制酚醛树脂(酚醛树脂主要用于生产压塑粉、层压塑料;制造油漆、清漆、塑料、或绝缘、耐腐蚀涂料;制造日用品、装饰品;制造隔音、隔热材料、人造板、铸造、耐火材料等。)、脲醛树脂(主要用于木材胶粘剂)、合成纤维、皮革工业、医药、染料等,除此之外,还可直接用作消毒、杀菌、防腐剂。可以说甲醛是化学工业中的多面手。

[0003] 甲醇氧化制甲醛有两种生产工艺,银法和铁钼法。2007年全国354家甲醛企业中,有15家采用铁钼法工艺,占到生产厂家总数的4%,其余339家均采用银法工艺。2013年我国甲醛行业呈现以下三大特点:在国家安全环保法规的严控下,各地小型甲醛装置(1-3万吨)生产企业被动规范以及关闭;新建甲醛装置趋向大型化(6-14万吨);甲醛下游产品多聚甲醛、1,4-丁二醇、新戊二醇产量旺盛。由此可见,反应温度低、催化剂活性和选择性高、寿命长、对毒物不敏感、单耗低、产品浓度高、适合大规模生产的铁钼法有望在甲醛合成工艺中占主导地位。

[0004] 铁钼法甲醛工艺的代表是瑞典 Perstorp、美国D.Bwestern和丹麦Topsøe公司的工艺。我国在铁钼法工艺方面也进行了研究,但都没有形成工业化,无论工艺还是催化剂都依赖从国外引进。

[0005] 中国专利201410456761.8采用共沉淀法制备铁-钼-镍氧化物催化剂,用于甲醇氧化制甲醛反应,控制原料的加料速度,得到孔径分布宽、中孔所占比例较大、还含有大孔的催化剂,在反应过程中,有利于传质传热,提高甲醛的收率和甲醇的转化率。

[0006] 中国专利201510132548.6、201520170745.2针对原料甲醇含有低级醇、酮、烷烃、二甲醚、酯、羰基铁等杂质,其中烷烃和羰基铁等杂质与甲醇一起蒸发在反应器上部生成黑色炭黑覆盖于反应器上部管板层,严重堵塞催化剂管道,影响催化剂活性,造成铁钼催化剂中毒,发明了铁钼法甲醛生产过程中的甲醇净化装置,最大程度地过滤杂质,达到长周期的生产运转,确保催化剂性能的稳定。

[0007] 中国专利201410396788.2提供了一种甲醛的制备工艺。甲醇气化的同时与空气进行混合,甲醇气体占空气的6~8%,混合气体预热温度为100℃,反应器内温度为200℃、催化剂为铁钼催化剂,反应时间为2~5min,反应过程中,反应放出的热量由导热油气化移走从而保持反应器内温度为270~300℃,反应器出来的甲醛气体经过甲醇气化器的原料预热后,降低温度100~120度℃,进入吸收塔,在吸收塔内与逆向流动的工艺水换热、稀释,当浓度达到37~50%,甲醛溶液从吸收塔底部抽出,20%作为吸收液循环回吸收塔,另一部分作为产品由泵输到甲醇储罐。充分利用生产中的热量,严格控制各个参数,使甲醇转化率达到97%以上,纯度达35-50%。

[0008] 河南开祥化工有限公司引进美国DBW铁钼法甲醛工艺(煤化工,(6):40-42,2013)

采用列管式反应器。文献(化工技术与开发,42(3):58-61,2013)对采用列管式反应器的铁钼法甲醇氧化制甲醛工艺及过程控制进行了分析,指出了实际运行中存在的问题,给出了经验性建议。中国专利200980153342.4提供了一种固定床甲醇氧化制甲醛的改进方法。该床包含至少两个具有不同催化活性的层,装填在管束的管中,其中较低活性层被包含在反应气体混合物进入该床的部分内,并且其活性被校准,以便该层内的最大热点温度包含在350和430℃之间,并且该温度高于由纯催化剂形成的较大活性层的最大热点温度,甲醇的转化率高于96mol%。

[0009] 综上所述,铁钼法工艺采用固定床列管式反应器。列管式反应器中,每根列管要严格按照安装规定的尺寸均匀装填,保证各个管的装填高度尽可能一致,不得混入任何杂质,并且要避免催化剂被过多挤碎或架桥。如果不慎,极易造成催化剂混合不均、催化剂装填错误或少装、漏装情况发生造成反应介质短路,不仅引起产品中甲醇含量偏高,而且催化剂的寿命明显减少,造成频繁更换催化剂、频繁停工的问题。

发明内容

[0010] 本实用新型的目的在于克服上述不足,提供一种用于甲醇氧化制甲醛固定床反应器,达到催化剂装填简单、催化剂更换成本较低、避免催化剂挤碎或架桥、克服反应介质短路、床层温度易于控制的目的。

[0011] 为了达到上述目的,本实用新型提供的一种用于甲醇氧化制甲醛反应器的技术方案如下:

[0012] 一种用于甲醇氧化制甲醛反应器,包括反应器壳体,进料口,出料口,分布板,其特征在于反应器壳体由筒体、上封头和下封头组成,上封头顶端有进料口,下封头底端有出料口和第四卸料管,筒体的上部有第一分布板,中部有第二分布板,下部有第三分布板,在第一分布板上方有第一卸料管和第一热电偶套管,第二分布板上方有第二卸料管和第二热电偶套管,第三分布板上方有第三卸料管,在第一分布板和第二分布板中间有第三热电偶套管,在第二分布板和第三分布板中间有第四热电偶套管,在筒体底端有第五热电偶套管,在壳体内有内置移热管。

[0013] 如上所述筒体分别与上封头、下封头通过法兰连接。

[0014] 如上所述筒体内壁有支撑架,支撑架用于支撑分布板。

[0015] 如上所述内置移热管是由主管,第一管束和第二管束组成,第一管束位于在第一分布板和第二分布板之间,第二管束位于第二分布板和第三分布板之间,第一管束和第二管束分别与主管相通,主管通过进料口和出料口。

[0016] 内置移热管内的冷却介质可以是导热油、空气、氮气、水等,优选为空气;内置移热管主管可以是一根或多根,优选为2根。

[0017] 在第一分布板之上装填有上层填料,在第三分布板之下装填有下层填料,在第二分布板与第二分布板之下的支撑架形成的空间装填有中层填料。

[0018] 填料可以是陶瓷拉西环、陶瓷矩鞍环、陶瓷异鞍环、陶瓷阶梯环,优选为陶瓷拉西环。

[0019] 在第一分布板与第二分布板之间装填有上层催化剂,第二分布板与第三分布板之间装填有下层催化剂。

[0020] 所述的催化剂床层为纯铁钼催化剂、铁钼催化剂与惰性填料组成的混合床层中的至少一种,优选为2种。

[0021] 本发明装置的应用:

[0022] 从上一工段过来的70~90℃、甲醇含量7~8%(体积百分含量)的甲醇与空气混合气体,以8000~10000 m³/吨/h的空速,从进料口进入反应器,经过上层填料和第一分布板后,以200~230℃的温度进入上层催化剂,在260~280℃下进行甲醇氧化制甲醛合成反应,反应介质经第二分布板、填料层、进入下层催化剂,在290~310℃继续反应,反应介质经第三分布板、下层填料层后,从出料口出反应器,进入下一工段。

[0023] 本实用新型公开的反应器具有如下优点:

[0024] 由于采用绝热固定床反应器,设备制造简单,设备投资少;

[0025] 内置移热管,从催化剂床层内部降温,避免催化剂飞温,延长催化剂的使用寿命。

[0026] 催化剂易装填,减少催化剂更换成本;

[0027] 由于在器壁内有支撑架,支撑架上安装了分布板,既可避免催化剂挤碎或架桥,又可以使反应介质在反应器内多次重新分布,减少了短路、沟流等现象对产品纯度的影响。

附图说明

[0028] 1-出料口;2-第四卸料管;3-支撑架;4-第三卸料管;5-第二卸料管;6-第三热电偶套管;7-第一卸料管;8-上封头;9-进料口;10-内置移热管;11-法兰;12-上层填料;13-第一热电偶套管;14-第一分布板;15-上层催化剂;16-第二热电偶套管;17-第二分布板;18-第二管束;19-第四热电偶套管;20-第三分布板;21-筒体;22-第五热电偶套管;23-下封头;24-第一管束,25-下层催化剂,26-下层填料,27-中层填料。

具体实施方式

[0029] 为了加深对本发明的理解,将结合实施例和附图1对本发明作进一步说明,该实施例仅用于解释本发明,并不构成对本发明保护范围的限定。

[0030] 实施例1

[0031] 一种用于甲醇氧化制甲醛反应器,包括反应器壳体,进料口9,出料口1,分布板,其特征在于反应器壳体由筒体21、上封头8和下封头23组成,上封头8顶端有进料口9,下封头23底端有出料口1和第四卸料管2,筒体21的上部有第一分布板14,中部有第二分布板17,下部有第三分布板20,在第一分布板14上方有第一卸料管7和第一热电偶套管13,第二分布板17上方有第二卸料管5和第二热电偶套管16,第三分布板20上方有第三卸料管4,在第一分布板14和第二分布板17中间有第三热电偶套管6,在第二分布板17和第三分布板20中间有第四热电偶套管19,在筒体21底端有第五热电偶套管22,在壳体内有内置移热管10。

[0032] 所述筒体21分别与上封头8、下封头23通过法兰11连接。

[0033] 所述筒体21内壁有支撑架3,支撑架3用于支撑分布板。

[0034] 所述内置移热管10 是由主管,第一管束24和第二管束18组成,第一管束24位于在第一分布板14和第二分布板17之间,第二管束18位于第二分布板17和第三分布板20之间,第一管束24和第二管束18分别与主管相通,主管通过进料口9 和出料口1。

[0035] 内置移热管10内的冷却介质为空气;内置移热管主管是一根。

[0036] 在第一分布板14之上装填有上层填料12,在第三分布板20之下装填有下层填料26。在第二分布板17与第二分布板17之下的支撑架3形成的空间装填有中层填料27。

[0037] 在第一分布板14与第二分布板17之间装填有上层催化剂15,第二分布板17与第三分布板20之间装填有下层催化剂25。

[0038] 所述填料为陶瓷拉西环。催化剂床层为纯铁钼催化剂。

[0039] 本实用新型装置的装填方法如下:

[0040] 1) 安装内置移热管10的主管道。

[0041] 2) 对催化剂、填料过筛,防止催化剂、填料的细粉进入反应器,造成堵塞。

[0042] 3) 在下封头23出料口1铺放不锈钢网,装入下层填料层26。在下层填料层26的装填过程中注意第五热电偶套管22的位置,小心装填。

[0043] 4) 待下层填料层26的上端与壁内支撑架3的上端齐平后,安装第三分布板20。

[0044] 5) 在第三分布板20上部的内置移热管10主管上安装第二管束18。

[0045] 6) 在第三分布板20上装入下层催化剂25。在下层催化剂25的装填过程中注意第四热电偶套管19、第二管束18的位置,小心装填。

[0046] 7) 待下层催化剂25的上端与壁内支撑架3的下端齐平时,装入中层填料27。

[0047] 8) 待中层填料27的上端与壁内支撑架3的上端齐平时,安装第二分布板17。

[0048] 9) 安装内置移热管10的第一管束24。

[0049] 10) 待第一管束24安装完成后,装入上层催化剂15。在上层催化剂15的装填过程中注意第二热电偶套管16的位置,小心装填。

[0050] 11) 待上层催化剂床层15的上端与壁内支撑架3的上端齐平后,安装第一分布板14。

[0051] 12) 待第一分布板14安装完成后,装入上层填料12。在上层填料层12的装填过程中注意第一热电偶套管13的位置,小心装填。

[0052] 13) 密封反应器,完成催化剂装填。

[0053] 本发明装置的应用:

[0054] 从上一工段过来的70~90℃、甲醇含量7~8%(体积百分含量)的甲醇与空气混合气体,以8000~10000 m³/吨/h的空速,从进料口9进入反应器,经过上层填料12和第一分布板14后,以200~230℃的温度进入上层催化剂15,在260~280℃下进行甲醇氧化制甲醛合成反应,反应介质经第二分布板17、中层填料层27、进入下层催化剂25,在290~310℃继续反应,反应介质经第三分布板20、下层填料层26后,从出料口1出反应器,进入下一工段。

[0055] 本实用新型通过上述实施例来说明本实用新型的装置结构,实现方法,但本实用新型并不局限于上述实施方式,凡采用和本实用新型相似结构及其方法来实现本实用新型目的的所有方式,均在本实用新型的保护范围之内。所属技术领域的技术人员应该明了,对本实用新型的任何改进,对本实用新型所选用实现方法等效替换及步骤的添加、具体方式的选择等,均落在本实用新型的保护范围和公开的范围之内。

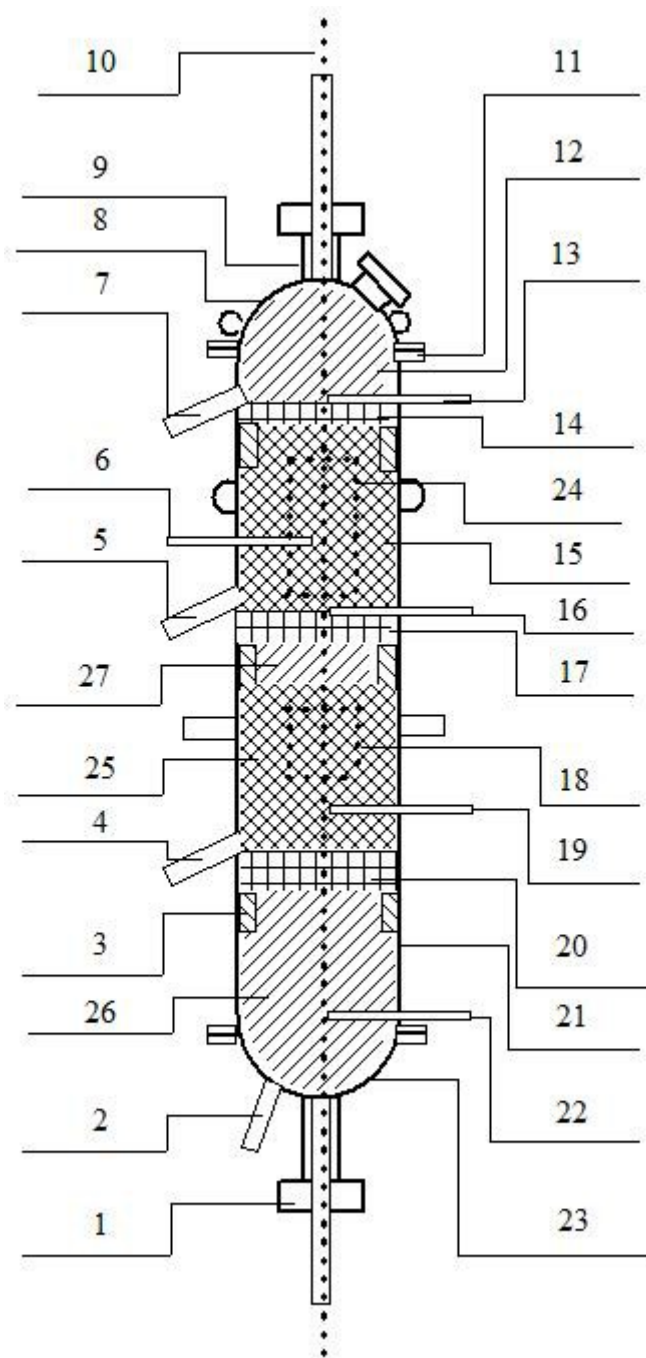


图1