

制备过氧化氢的方法和系统

相关申请的交叉引用

本申请要求 2020 年 10 月 14 日提交的、申请号为 202011095895.3、
5 名称为“制备过氧化氢的方法和系统”的专利申请的优先权，其内容
经此引用全文并入本文。

技术领域

本申请涉及过氧化氢制备领域，具体涉及一种制备过氧化氢的方
10 法和系统。

背景技术

过氧化氢又称双氧水，是一种绿色化工产品，其生产和使用过程
几乎没有污染，故被称为“清洁”的化工产品，作为氧化剂、漂白剂、消
15 毒剂、脱氧剂、聚合物引发剂和交联剂，广泛应用于化工、造纸、环
境保护、电子、食品、医药、纺织、矿业、农业废料加工等行业。

蒽醌法是工业过氧化氢生产的主流方法，全球工业过氧化氢以产
量计 99%以上是由蒽醌法生产的。已知的蒽醌法通常包括氢化、氧化、
萃取及循环工作液后处理等步骤，其中包含烷基蒽醌的工作液与氢气
20 在装有催化剂的氢化反应器内进行氢化反应，生成相应的氢化蒽醌，
所得溶液称氢化液；氢化液在氧化反应器中含氧气氛（如空气）下
进行氧化反应，使氢化蒽醌恢复成原来的烷基蒽醌，同时生成过氧化
氢，所得溶液称为氧化液；利用过氧化氢在水和工作液中溶解度的不
同及工作液与水的密度差，用纯水萃取氧化液中的过氧化氢，得到过
25 氧化氢水溶液；经水萃取后的工作液（也称萃余液）经过后处理工序
后再循环使用。国内常用后处理工艺包括 K_2CO_3 溶液干燥脱水分解
 H_2O_2 和沉降分离碱，再经白土床内的活性氧化铝吸附再生降解物。

国内的过氧化氢生产技术采用固定床氢化工艺，虽然操作简单、
催化剂不用分离，但也存在很多缺陷：

30 （1）反应床层存在较大温升（8-10℃），床层内存在局部热点，
导致氢化效率受限（6-8g/L），装置效率低。相比高氢化效率的相同规
模装置，循环工作液量则更大，机泵的电耗更大。

(2) 催化剂易失活，必须定期再生或更换，不仅消耗蒸汽，还造成工作液及催化剂贵金属流失。目前国内固定床氢化工艺中，催化剂需要 3-6 个月用蒸汽再生一次。

(3) 工作液容易降解，工业上采用大量活性氧化铝对循环工作液进行连续再生，活性氧化铝需要频繁更换，产生大量固体危废，造成工作液损失。例如，生产 1 吨双氧水产品要消耗 5kg 活性氧化铝，会造成 3kg 工作液损失。

(4) 装置安全性差，需要采用碳酸钾干燥塔，脱除循环工作液中的饱和水分，强化工作液再生。由于过氧化氢遇碱分解，具有严重的安全隐患。过氧化氢装置每年都有安全事故发生，80% 安全事故是由于系统串碱至氧化、萃取单元导致。

采用浆态床加氢工艺能大大提高装置生产效率，降低催化剂与循环工作液用量，降低生产成本，提高氢化效率 ($>10\text{g/L}$)，并可通过连续引入和抽出催化剂来抵消催化剂活性的下降。同时，由于浆态床工艺使蒽醌氢化反应均匀，避免反应过程局部热点形成而导致工作液降解。

中国专利 No. CN1233451C 公开了一种连续操作的浆态床工艺反应器，反应器内包括一层或多层对床层进行加热/冷却的换热管部件，一层或多层可以自动清洗的液固分离器部件。但是，该反应器结构复杂，需要在反应器内设置大量支撑，反应器内类似平推流，虽然设置了多层换热部件，但仍会存在床层温差。液固分离部件设在反应器内部，不易拆检，一旦需要拆除清洗需全装置停车，灵活性差。

中国专利 No. CN1108984C 公开了一种工作液再生的方法，至少一部分未还原的工作溶液与主要含有 γ -氧化铝的催化剂在 $40\text{-}150^\circ\text{C}$ 下接触，以实现对工作液中副产物的再生。将工作液再生放在“未还原”也就是加氢之前， γ -氧化铝的催化剂不可避免会产生相当量的细粉，一旦进入浆态床反应器内会堵塞过滤器；而且工作液在 $40\text{-}150^\circ\text{C}$ 下与 γ -氧化铝催化剂接触，除了对加氢副产物有再生作用，又会导致二次副反应发生，所产生的副产物进入浆态床反应器很有可能会影响加氢催化剂活性。

中国专利 No. CN204237558U 公开了一种蒽醌法过氧化氢生产工艺的后处理装置，处理装置包括碱塔和真空干燥器。中国专利申请 No.

CN1334235A 公开了一种蒽醌法生产过氧化氢的后处理技术，采用定量注碱以中和返回氢化的工作液酸性，保证氢化所需的碱度，同时分解工作液中部分过氧化氢；然后经过真空干燥脱除水分。这两种后处理技术均需向系统内引入碱液，安全性差，具有严重的安全隐患。

- 5 因此，本领域仍然需要一种安全、稳定和高效的制备过氧化氢方法和系统。

发明内容

本申请的目的是提供一种制备过氧化氢的方法和系统，其可以克服
10 服上述现有技术中的一个或多个缺陷，例如可基本消除反应器床层温差，有效提高氢化反应选择性、装置效率以及氢化效率，和/或延长加氢催化剂寿命；同时，所述系统还可以消除由于串碱造成严重的安全隐患，简化装置且有效提高系统的安全性。

为了实现上述目的，本申请一方面提供了一种制备过氧化氢的方法，
15 包括以下步骤：

1) 将包含烷基蒽醌的工作液进料到氢化反应器中，并使所述烷基蒽醌在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所述浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将所述循环浆液返回所述氢化反应器；
20

2) 将所述氢化液分为两股，并对第一股氢化液进行再生以将第一股氢化液中所含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

3) 使第二股氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，
25 得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

4) 对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化反应器作为所述工作液的一部分；

其中，所述循环浆液与所述工作液的体积流量比为 6-20:1；

30 其中，所述第一股氢化液与第二股氢化液的质量流量比为 10-50:50-90。

优选地，所述步骤 1) 还包括：对所述循环浆液进行第一冷却得到

第一冷却液，再将所述第一冷却液返回所述氢化反应器。更优选地，所述第一冷却液的温度为 40-70℃。

本申请另一方面提供了一种制备过氧化氢的系统，包括氢化单元、再生单元、氧化单元和分离单元；

5 所述氢化单元设置为使包含烷基蒽醌的工作液在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所得浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将所述循环浆液再循环；

10 所述再生单元设置为对所述氢化液的一部分进行再生以将其中所含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

所述氧化单元设置为使剩余部分的氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

15 所述分离单元设置为对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化单元。

相比现有技术，本申请的方法和系统具有以下优势：

1) 在本申请中，将循环浆液以特定的质量流量比返回并混入工作液，尤其是将第一冷却后的循环浆液返回浆态床反应器，更使得反应
20 器内状态接近全混流，基本消除反应器床层温差，提高氢化反应选择性、装置效率和氢化效率，尤其是氢化效率高达 10-18g/L；

2) 在本申请的方法中，先进行烷基蒽醌的氢化反应，再将部分氢化液进行再生，可避免再生催化剂粉尘进入浆态床反应器，进而堵塞
25 过滤器，并防止二次副产物降低加氢催化剂活性，延长加氢催化剂寿命，减少失活催化剂再生造成的成本损失；

3) 在本申请中，将 10-50%质量流量的氢化液经过再生反应器即可保证工作液的再生效果，在保障装置高氢化效率运转的同时，还减少
40-80%质量流量的工作液再生所用再生催化剂的量，大大减少废固的产生，大幅提高装置经济性和环保性；

30 4) 本申请的方法和系统完全取消了碱塔，提供装置全酸性环境，在保证浆态床加氢反应稳定的同时，消除了系统串碱造成的严重安全隐患，大大提高了过氧化氢生产装置的本质安全性；尤其是对至少部

分萃余液进行真空干燥得到脱除液、水和/或有机物进行有效利用，既有效又环保。

本申请的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

5

附图说明

附图是用来提供对本申请的进一步理解，并且构成说明书的一部分，与下面的具体实施方式一起用于解释本申请，但并不构成对本申请的限制。在附图中：

10 图 1 是本申请的过氧化氢制备方法和系统的一种优选实施方式的示意图；

图 2 是本申请的过氧化氢制备方法和系统的进一步优选的实施方式的示意图。

15 具体实施方式

以下结合附图对本申请的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是，此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本申请，并不用于限制本申请。

20 在本文中所披露的任何具体数值（包括数值范围的端点）都不限于该数值的精确值，而应当理解为还涵盖了接近该精确值的值，例如在该精确值 $\pm 5\%$ 范围内的所有可能的数值。并且，对于所披露的数值范围而言，在该范围的端点值之间、端点值与范围内的具体点值之间，以及各具体点值之间可以任意组合而得到一个或多个新的数值范围，这些新的数值范围也应被视为在本文中具体公开。

25 除非另有说明，本文所用的术语具有与本领域技术人员通常所理解的相同的含义，如果术语在本文中有定义，且其定义与本领域的通常理解不同，则以本文的定义为准。

在本申请中，如无其他说明，所述“氢化效率”以氢化液经氧化后所得过氧化氢的重量与工作液的体积的比值来表示，单位 g/L；即，假定
30 氧化过程中氢化液中所含氢化蒽醌的转化率和收率为 100%的情况下，1L 工作液在氧化过程完成时所得到的过氧化氢的量（g）。

在本申请中，如无其它说明，所给压力值均为表压。

本申请中，除了明确说明的内容之外，未提到的任何事宜或事项均直接适用本领域已知的那些而无需进行任何改变。而且，本文描述的任何实施方式均可以与本文描述的一种或多种其他实施方式自由结合，由此形成的技术方案或技术思想均视为本发明原始公开或原始记载的一部分，而不应被视为是本文未曾披露或预期过的新内容，除非本领域技术人员认为该结合明显不合理。

在本文中提及的所有专利和非专利文献，包括但不限于教科书和期刊文章等，均通过引用方式全文并入本文。

如上所述，在第一方面，本申请提供了一种制备过氧化氢的方法，包括以下步骤：

1) 将包含烷基蒽醌的工作液进料到氢化反应器中，并使所述烷基蒽醌在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所述浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将所述循环浆液返回所述氢化反应器；

2) 将所述氢化液分为两股，并对第一股氢化液进行再生以将第一股氢化液中所含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

3) 使第二股氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

4) 对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化反应器作为所述工作液的一部分。

根据本申请，通常地，所述工作液为烷基蒽醌化合物溶于有机溶剂配制而成的溶液，其中所述烷基蒽醌化合物可以是本领域惯用的那些，本申请对此并没有严格的限制。优选地，所述烷基蒽醌化合物可以选自 2-烷基-9,10-蒽醌（即，2-烷基蒽醌）、9,10-二烷基蒽醌（即，二烷基蒽醌），以及它们各自的 5,6,7,8-四氢衍生物中的至少一种。进一步优选地，所述 2-烷基-9,10-蒽醌中，所述烷基可以为 C1-C5 的烷基，其非限制性实例包括：甲基、乙基、仲丁基、叔丁基、叔戊基和异戊基；所述 9,10-二烷基蒽醌中，所述两个烷基可以相同或不同，并且相互独立地选自 C1-C5 的烷基，例如选自甲基、乙基和叔丁基。特别优

选地，所述 9,10-二烷基蒽醌上的两个烷基可以为 1,3-二甲基、1,4-二甲基、2,7-二甲基、1,3-二乙基、2,7-二(叔丁基)或 2-乙基-6-叔丁基。

根据本申请，所述工作液中所用的有机溶剂可以为本领域惯用的那些，本申请对此并没有严格的限制。在优选的实施方式中，所述有机溶剂为非极性化合物和极性化合物的混合物。优选地，所述非极性化合物可以为沸点高于 140℃ 的石油馏分，其主要组分为 C9 以上的芳香烃（重芳烃），例如为三甲基苯的异构体、四甲基苯的异构体、叔丁基苯、甲基萘的异构体和二甲基萘的异构体。优选地，所述极性化合物选自饱和醇、羧酸酯、磷酸酯、四取代的脲和它们的各种组合。

10 所述饱和醇通常为 C7-C11 的饱和醇，其非限制性实例包括：二异丁基甲醇、3,5,5-三甲基己醇、异庚醇。所述羧酸酯例如为乙酸甲基环己酯、乙酸庚酯、苯甲酸丁酯和庚酸乙酯中的至少一种。所述磷酸酯例如为磷酸三辛酯、磷酸三-2-乙基丁酯、磷酸三-2-乙基己酯和磷酸三-正辛酯中的至少一种。所述四取代的脲例如为四-正丁基脲。

15 根据本申请，优选地，所述加氢催化剂可以为本领域常规采用的任何适合悬浮的催化剂体系，例如所述加氢催化剂可以选自负载型催化剂和/或非负载型催化剂，优选为负载型催化剂。进一步优选地，所述负载型催化剂包括载体和活性金属，所述活性金属选自第 VIII 族金属、第 IB 族金属、第 IIB 族金属或它们的各种组合，优选选自铂、铑、钯、钴、镍、钨、铜、铼或它们的各种组合；所述载体选自活性炭、碳化硅、氧化铝、氧化硅、二氧化硅、二氧化钛、二氧化锆、氧化镁、氧化锌、碳酸钙、硫酸钡或它们的各种组合，优选选自氧化铝、氧化硅或者它们的组合。更进一步优选地，以所述加氢催化剂的重量为基准，所述加氢催化剂的活性金属含量为 0.01-30wt%，优选为 0.01-5wt%，

20 更优选为 0.1-5wt%。

在优选的实施方式中，所述加氢催化剂的颗粒直径为 0.1-5000μm，优选 0.1-500μm，更优选 1-200μm。

根据本申请，在步骤 1) 中，所述工作液中烷基蒽醌化合物在加氢催化剂颗粒存在下与氢气进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物

30 和加氢催化剂颗粒的浆液，其中所述氢化蒽醌是指可以通过氧化产生过氧化氢的加氢产物，例如乙基氢蒽醌；所述副产物是指通过氧化不能产生过氧化氢的加氢产物，例如四氢烷基蒽醌、八氢烷基蒽醌、十

氢烷基蒽醌、烷基羟基蒽酮、烷基蒽酮等等。

在优选的实施方式中，为了进一步提高生产效率和氢化效率，降低生产成本，步骤1)中所述的氢化反应在浆态床反应器中进行。本申请对所述浆态床反应器的具体形式没有严格的要求，例如可以是机械
5 搅拌釜、气体提升等已知形式为浆液循环提供推动力的反应器形式。

在进一步优选的实施方式中，步骤1)的氢化反应的条件包括：压力为0.03-0.35MPa，优选为0.05-0.2MPa；温度为40-70℃，优选为45-65℃；所述工作液与加氢催化剂的质量流量比为25-700:1，优选为30-500:1；氢气的标准体积流量与工作液的体积流量比为4-14:1，优选
10 为5-10:1。

在优选的实施方式中，步骤1)中所述循环浆液与所述工作液的体积流量比为6-20:1，优选为8-18:1，更优选为12-18:1，例如为12-15:1。

在本申请中，对步骤1)中所述回收加氢催化剂颗粒的方式没有严格的限制，只要能够将所述浆液进行固液分离得到氢化液和循环浆液
15 即可，其中所述氢化液为包含氢化蒽醌化合物和氢化副产物、且基本不含加氢催化剂颗粒的有机溶液，而所述循环浆液为富含所述加氢催化剂颗粒的有机浆液，除了加氢催化剂颗粒外，其组成可以与所述氢化液相同。

根据本申请，步骤1)中所述加氢催化剂颗粒的回收，即所述浆液的固液分离，可以在氢化反应器的器内或器外进行，优选在氢化反应器的器外进行。在优选的实施方式中，所述浆液的固液分离在氢化反应器外的过滤器中进行，更优选在自动反冲洗过滤器中进行。
20

在进一步优选的实施方式中，可以采用2-50台，优选4-40台，所述自动反冲洗过滤器。设置多个过滤器使得操作方便，便于安装检修，
25 使浆态床反应器长期稳定运行。优选地，每个过滤器设有独立的过滤压差检测和自动反冲切换阀，利用过滤器压差实现多路过滤器之间的轮流在线自动反冲洗。

根据本申请，所述自动反冲洗过滤器中的过滤介质可以由任何已知的过滤材料如陶瓷、多孔金属如烧结的不锈钢或其它材料制成。过滤介质孔径应满足不允许加氢催化剂颗粒通过，因此其大小取决于加
30 氢催化剂颗粒平均粒度及粒度分布。例如，所述过滤介质孔径范围可以为0.1-200μm，优选0.5-100μm，更优选0.5-50μm。

根据本申请，所述自动反冲洗过滤器所用的反冲流体可以是液体或气体，优选液体。例如，所述液体可以是新鲜工作液和/或过滤后的氢化液，优选为过滤后的氢化液。

在优选的实施方式中，步骤 1) 的所述氢化反应还得到含氢尾气，
5 即氢化反应后剩余的含氢气体，且所述步骤 1) 还包括将所述含氢尾气外排和/或经压缩后再返回所述氢化反应器，优选将含氢尾气经压缩后再返回所述氢化反应器，例如将所述含氢尾气经压缩后返回加入所述氢气进料中。

在本申请中，为了进一步降低所述氢化反应器的床层温度，可以
10 将所述循环浆液的温度调整为与加氢反应的温度相同。在优选的实施方式中，所述步骤 1) 还包括：将所述循环浆液进行第一冷却后得到第一冷却液，再将该第一冷却液返回所述氢化反应器；进一步优选地，所述第一冷却液的温度为 40-70℃，优选为 45-65℃。

根据本申请，在步骤 2) 中，所述第一股氢化液（本文中也简称为
15 A 液）与再生催化剂接触进行反应，将 A 液中烷基蒽醌氢化反应产生的副产物的至少一部分再生转化为烷基蒽醌化合物，从而得到再生氢化液。

在优选的实施方式中，所述第一股氢化液（即 A 液）与所述第二
20 股氢化液（本文中也简称为 B 液）的质量流量比为 10-50:50-90，更优选为 15-40:60-85，进一步优选为 15-30:70-85，例如为 15-25:75-85。采用上述特定的 A 液与 B 液的质量流量比，有利于保证工作液的再生效率，保障装置高氢化效率下的长期稳定运转，同时减少了工作液再生所用再生催化剂的量，减少了废固的产生。

在优选的实施方式中，步骤 2) 的所述再生反应在再生反应器中进
25 行，所述再生反应器选自固定床反应器、浆态床反应器或者它们的组合。

根据本申请，所述再生催化剂可以是本领域惯用的各种再生催化
剂，本申请对此没有严格限制，只要能将 A 液转化为再生氢化液即可。
优选地，所述再生催化剂选自改性氧化铝、改性分子筛或者它们的组
30 合。在优选的实施方式中，当所述再生反应器为固定床反应器时，所述再生催化剂为改性氧化铝，所述改性氧化铝可以由选自碱金属、碱土金属和稀土金属中的至少一种金属改性的氧化铝；当所述再生反

应器为浆态床反应器时，所述再生催化剂为改性分子筛，所述改性分子筛可以是由选自碱金属、碱土金属和稀土金属中的至少一种金属改性的分子筛。

在优选的实施方式中，所述再生反应的条件包括：温度为 60-120
5 °C，优选为 80-100°C；压力为 0.05-0.5MPa，优选 0.05-0.3MPa；所述 A 液与再生催化剂的质量比为 0.1-10:1，优选 0.3-5:1。上述优选的反应条件有利于促进 A 液进行再生反应。

在进一步优选的实施方式中，为了满足再生反应的条件，所述步骤 2) 进一步包括：将所述 A 液与至少一部分再生氢化液进行换热得
10 到换热液，再对所得的换热液进行再生反应；其中在所述换热过程中，所述 A 液被加热，而所述再生氢化液被降温，所述换热液是指被加热的 A 液。

在更进一步优选的实施方式中，所述步骤 2) 进一步包括：将所述换热液加热后再进行所述再生反应。在本申请中，对所述 A 液进行换
15 热和加热的目的，旨在使其达到再生反应的条件，从而节约蒸汽消耗。

在优选的实施方式中，步骤 3) 中所用含氧气体中的氧气含量为 20-100 体积%。例如，所述含氧气体可以选自氧气、空气、或氧气与惰性气体的混合物，所述惰性气体可以选自氮气、氦气、氩气和氖气中的至少一种，优选为氮气。特别优选地，所述含氧气体为空气。

20 根据本申请，在步骤 3) 中，所述 B 液和再生氢化液与含氧气体中氧气接触反应，其中氢化蒽醌被氧化得到烷基蒽醌和过氧化氢，由此得到所述氧化液。

在优选的实施方式中，步骤 3) 的所述氧化反应在氧化反应器中进行，所述氧化反应器可以选自鼓泡塔、填料塔、板式塔和搅拌釜。

25 在优选的实施方式中，步骤 3) 的氧化反应的条件包括：温度为 30-60°C，优选为 40-55°C；压力为 0.1-0.5MPa，优选为 0.2-0.5MPa。上述优选的反应条件更有利于氢化液进行氧化反应，提高氧化液中过氧化氢含量。

在优选的实施方式中，为了满足氧化反应的条件，所述步骤 3) 还包括：在所述氧化反应之前，将所述 B 液和再生氢化液合并得到混合液，并对所述混合液进行第二冷却，得到第二冷却液。优选地，所述
30 第二冷却液的温度为 40-55°C，优选 40-50°C。

根据本申请，为了避免氧化过程中过氧化氢的分解，所述 B 液和再生氢化液合并得到的混合液或者所述第二冷却液优选在微酸性条件下进行氧化反应。在优选的实施方式中，所述步骤 3) 还包括：在所述氧化反应之前，将所述混合液或者所述第二冷却液与第一 pH 调节剂混合得到调节液，其中所述第一 pH 调节剂可以选自有机酸、无机酸或者它们的组合，优选为无机酸。所述无机酸优选选自磷酸、盐酸、硫酸、硝酸或者它们的组合，更优选为磷酸。进一步优选地，所述调节液中，酸含量为 1-10mg/L，优选为 3-7mg/L。在本申请中，对于所述第一调节剂的用量没有严格的限制，只要能够使得所述调节液中的酸含量满足上述要求即可。

在进一步优选的实施方式中，所述第一 pH 调节剂以水溶液的形式存在，进一步优选地在所述第一 pH 调节剂水溶液中，无机酸和/有机酸的质量浓度为 40-90%。

在优选的实施方式中，所述步骤 3) 进一步包括：在所述氧化反应之前，对所述 B 液和再生氢化液合并得到的混合液、所述第二冷却液或所述调节液进行过滤。所述过滤的目的是脱除进入氧化反应器的氢化液中所含的细小的催化剂颗粒，特别是磨损所形成的加氢催化剂颗粒，以确保其中的固体颗粒量不超过 10mg/L，进而保证氧化反应器的安全。

在优选的实施方式中，所述步骤 3) 的氧化反应还得到含氧尾气，即经氧化反应后剩余的含氧气体，且所述步骤 3) 还包括将所述含氧尾气外排和/或经压缩再返回所述氧化反应器，优选将含氧尾气进行尾气处理后直接外排。例如，所述尾气处理可以为冷凝、碳纤维吸附等方式回收有机物，也可以直接焚烧。

根据本申请，在步骤 4) 中，所述氧化液与萃取剂接触进行液液萃取，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃取液。优选地，所述萃取剂为水，所述萃取液为过氧化氢水溶液。

在优选的实施方式中，步骤 4) 的所述萃取在萃取塔中进行。

根据本申请，为了避免萃取过程中过氧化氢的分解，优选在微酸性条件下对所述氧化液进行萃取。在优选的实施方式中，步骤 4) 中所用的萃取剂包含水和第二 pH 调节剂，所述第二 pH 调节剂选自有机酸、无机酸或者它们的组合，优选为无机酸。所述无机酸优选选自磷酸、

盐酸、硫酸、硝酸或者它们的组合，更优选为磷酸。

在进一步优选的实施方式中，所述萃取剂中的酸含量为100-200ppm，优选为120-180ppm。在本申请中，对所述第二pH调节剂的用量没有严格的限定，只要使得所述萃取剂中的酸含量能够满足
5 上述要求即可。

在优选的实施方式中，所述第二pH调节剂以水溶液的形式存在，在所述第二pH调节剂的水溶液中，无机酸和/有机酸的质量浓度为40-90%。

在优选的实施方式中，所述萃取的条件包括：温度为25-60℃，优选为40-50℃；压力为0.01-0.15MPa，优选为0.05-0.12MPa。
10

在优选的实施方式中，为了满足所述萃取的条件，所述步骤4)还包括：在进行所述萃取之前，将所述氧化液进行第三冷却后，得到第三冷却液。优选地，所述第三冷却液的温度为40-55℃，优选40-50℃。

根据本申请，步骤4)所得的萃余液可以循环回步骤1)中作为所述工作液的一部分进行氢化反应。在优选的实施方式中，所述步骤4)还包括：将至少10%质量流量的所述萃余液进行真空干燥得到脱除液，并将所述脱除液与剩余萃余液一起返回所述氢化反应器；进一步优选地，将至少30%质量流量的所述萃余液进行真空干燥。
15

在本申请中，当将所述萃余液返回所述氢化反应器时，所述循环工作液是指所述萃余液；当将至少10%质量流量的所述萃余液进行真空干燥，并将得到的脱除液与剩余萃余液返回所述氢化反应器时，所述循环工作液是指脱除液与剩余萃余液。
20

在进一步优选的实施方式中，在步骤4)中，将所述至少部分萃余液进行加热升温后再进行真空干燥，或将所述至少部分萃余液与循环工作液换热后，再通过加热器升温，然后进行真空干燥。
25

在进一步优选的实施方式中，所述真空干燥在真空干燥塔中进行，其中，所述真空干燥塔可以是任何已知形式的塔器或分离罐，如填料塔、筛板塔等。进一步优选地，所述真空干燥的条件包括：温度为45-120℃，优选为45-100℃；压力为-100kPa至-50kPa，优选-98kPa至-81kPa，
30 更优选为-98kPa至-86kPa。

在进一步优选的实施方式中，所述真空干燥还得到水和/或有机物，为了进一步节省萃取剂的消耗，所述步骤4)还包括将所述水和/或有

机物循环。对真空干燥所脱除的水分和/或有机物进行有效利用，未造成任何物料损失，也未产生废水，既有效又环保。

本申请的发明人研究发现，通过采用特定的循环浆液与工作液的体积流量比，再结合将一部分氢化液（即 A 液）进行再生反应，并采用特定的所述部分氢化液与剩余部分氢化液（即 B 液）的质量流量比，即 A 液与 B 液的质量流量比，以及将萃余液返回氢化反应，尤其是将至少 10% 质量流量的所述萃余液进行真空干燥，并将得到的脱除液返回氢化反应，有利于提高反应选择性和装置生产效率，从而实现氢化效率高达 10-18g/L；延长加氢催化剂寿命，减少失活催化剂再生造成的成本损失；保证浆态床加氢反应稳定的同时，提高了过氧化氢生产装置的本质安全性，且环保有效。

在第二方面，本申请提供了一种制备过氧化氢的系统，包括氢化单元、再生单元、氧化单元和分离单元；

所述氢化单元设置为使包含烷基蒽醌的工作液在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所得浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将所述循环浆液再循环；

所述再生单元设置为对所述氢化液的一部分进行再生以将其中所含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

所述氧化单元设置为使剩余部分的氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

所述分离单元设置为对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化单元。

在优选的实施方式中，所述氢化单元设置有工作液入口、含氢气体入口、氢化液出口和任选的含氢尾气出口；所述再生单元设置有氢化液入口和再生氢化液出口；所述氧化单元设置有氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口；所述分离单元设置有氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口；其中所述氢化单元的氢化液出口分别与所述再生单元和氧化单元的氢化液入口连通，所述再生单元的再生氢化液出口与所述氧化单元的氢化液入口连通，所述

氧化单元的氧化液出口与所述分离单元的氧化液入口连通，所述萃取液出口与所述氢化单元的工作液入口连通。

在优选的实施方式中，所述氢化单元包括浆态床反应器形式的氢化反应器和过滤器，所述氢化反应器包括反应区和气液分离区，并且具有工作液入口、至少一个含氢气体入口、循环浆液入口、浆液出口和含氢尾气出口。工作液、循环浆液和氢气经由相应的入口进入氢化反应器的反应筒（即反应区）内，与反应筒中的加氢催化剂颗粒接触并发生氢化反应，烷基蒽醌加氢为氢化蒽醌，同时向上流动；反应物流从反应筒顶部开口流入气液分离区中，进行气液分离后，包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液从浆液出口排出，含氢尾气从气液分离区顶部的含氢尾气出口排出后，含氢尾气可选地经冷却后进入气体增压设备增压，然后返回一个含氢气体入口。来自浆态床反应器的浆液在过滤器中过滤，清液由氢化液出口引出氢化单元；由过滤器的循环浆液出口流出的循环浆液作为外循环返回反应器的反应筒中继续参与反应。更优选地，在氢化反应器内还包括初步固液分离区，浆液在初步固液分离区进行初步分离后，再从浆液出口进入过滤器中进一步分离。

在进一步优选的实施方式中，所述氢化单元还包括压缩机，所述压缩机连通于所述氢化反应器的含氢尾气出口和所述氢化反应器的一个含氢气体入口，或者所述压缩机连通于所述氢化反应器的含氢尾气出口和所述氢化反应器的一个含氢尾气入口，用于将所述含氢尾气进行压缩并循环回所述氢化反应器。

在进一步优选的实施方式中，所述氢化单元还包括第一冷却器，所述第一冷却器连通于所述过滤器的循环浆液出口和所述氢化反应器的循环浆液入口，用于将所述循环浆液进行第一冷却后得到第一冷却液，并将其循环回所述氢化反应器。

在优选的实施方式中，所述再生单元包括再生反应器，所述再生反应器具有与所述再生单元的氢化液入口和再生氢化液出口对应的氢化液入口和再生氢化液出口。

在进一步优选的实施方式中，所述再生单元还包括换热器，所述换热器连通于所述氢化单元的氢化液出口、所述再生反应器的氢化液入口和所述再生反应器的再生氢化液出口，用于将待进行再生的氢化

液（即 A 液）与所述再生氢化液进行换热。

在进一步优选的实施方式中，所述再生单元还包括加热器，所述加热器连通于所述换热器的氢化液出口和所述再生反应器的氢化液入口，用于将换热后的氢化液进行加热。

- 5 在优选的实施方式中，所述氧化单元包括氧化反应器，所述氧化反应器具有与所述氧化单元的氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口对应的氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口。

所述氧化反应器可以是任何已知形式的反应器，如搅拌釜、填料
10 塔、板式塔。所述氧化反应器内可以安装填料、筛板、气体分布器、液体分布器等气液分布装置。氧化反应器内气液接触方式可以是顺流，也可以是逆流或错流。

根据本申请，所述氧化反应器可以是一台，也可以是多台。当氧化反应器为多台时，待氧化的物流可以以串联或并联的方式进入多台
15 氧化反应器，所述含氧气体也可以以串联或并联的方式进入多台氧化反应器。

在本申请中，所述氧化反应器可以内置或外置换热器，或在多台氧化反应器之间设置换热器，取走氧化反应产生的反应热，以避免氧化反应器内超温。氧化反应器可以内设或外设气液分离器，用于将氧
20 化液与含氧尾气分开，以避免氧化液被气体带出系统造成工作液损失。

在进一步优选的实施方式中，所述氧化单元还包括第二冷却器，所述第二冷却器连通所述氢化单元的氢化液出口、所述再生单元的再生氢化液出口和所述氧化反应器的氢化液入口，用于对所述剩余部分的氢化液（即 B 液）和再生氢化液合并得到的混合液进行冷却第二冷
25 却后得到第二冷却液，再进入所述氧化反应器。

在进一步优选的实施方式中，所述氧化单元还包括精密过滤器，所述精密过滤器连通所述第二冷却器的出口和所述氧化反应器的氢化液入口，用于将经过所述第二冷却液的混合液进行过滤。

在优选的实施方式中，所述分离单元包括萃取塔，所述萃取塔具
30 有与所述分离单元的氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口对应的氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口。

根据本申请，所述萃取塔可以是任何已知形式的塔器，如填料塔、

筛板塔、喷射塔、脉冲填料塔等。萃取塔内可以安装液体分布器，所述氧化液和萃取剂在萃取塔内逆流接触。

在进一步优选的实施方式中，所述分离单元还包括第三冷却器，所述第三冷却器连通所述氧化单元的氧化液出口和所述萃取塔的氧化液入口，用于对所述氧化液进行第三冷却，而后再使其进入所述萃取塔。

在本申请中，所述第一冷却器、第二冷却器和第三冷却器可以是任何已知的换热器形式，优选地，所述第一冷却器、第二冷却器和第三冷却器各自独立地选自固定管板式换热器、套管式换热器、板式换热器、盘管换热器，更优选为固定管板式换热器。

在进一步优选的实施方式中，所述分离单元还包括真空干燥塔，所述真空干燥塔连通所述萃取塔的萃余液出口和所述氢化单元的工作液入口，用于将至少 10% 质量流量的所述萃余液进行真空干燥，并将得到的脱除液与剩余萃余液返回所述氢化单元。

在更进一步优选的实施方式中，所述真空干燥塔还连通于所述萃取塔的萃取剂入口或氧化液入口，用于将至少 10% 质量流量的所述萃余液经真空干燥而得的水和/或有机物返回所述萃取塔；进一步优选地，所述真空干燥塔还连通于所述萃取塔的萃取剂入口或氧化液入口，用于将至少 30% 质量流量的所述萃余液经真空干燥而得的水和/或有机物返回所述萃取塔。

下面结合附图对本申请的制备过氧化氢的方法和系统的优选实施方式进行阐述。

如图 1 所示，在本申请方法的一种优选实施方式中，包含烷基蒽醌的工作液 1 和氢气 2 在氢化反应器 3 中，在加氢催化剂颗粒存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液和含氢尾气 4，所述含氢尾气 4 外排和/或经压缩后再返回所述氢化反应器 3。所述浆液在氢化反应器 3 外的过滤器 3' 中进行催化剂回收后得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液 5 和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液 6，所述循环浆液 5 任选经冷却后返回所述氢化反应器 3。所述氢化液 6 分为两股，即第一股氢化液（即 A 液）7 和第二股氢化液（即 B 液）8。所述 A 液 7 在再生反应器 9 中再生，使其中所含的副产物转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液 10，所述再生氢化液 10 与 B 液 8 合并得

到混合液 11。所述混合液 11 与含氧气体 12 在氧化反应器 13 中进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液 14 和含氧尾气 15。所述氧化液 14 在萃取塔 16 中用萃取剂 17 进行萃取，得到包含过氧化氢的萃取液 18 和包含烷基蒽醌的萃余液 19。任选地，在真空干燥塔 20 中对所述萃余液 19 的至少一部分进行真空干燥，脱除其中的水和/或部分有机物，得到脱除液 21，并任选地将所脱除的水和/或有机物 22 返回萃取塔 16。所述脱除液 21 和剩余部分的萃余液 19 作为循环工作液 23 返回所述氢化反应器 3。

相应地，在图 1 所示的优选实施方式中，本发明的所述系统包括依次连接的氢化单元、再生单元、氧化单元和分离单元，氢化单元包括氢化反应器 3 和过滤器 3'，再生单元包括再生反应器 9，氧化单元包括氧化反应器 13，且分离单元包括萃取塔 16 和任选的真空干燥塔 20，所述氢化单元具有工作液入口、含氢气体入口、氢化液出口和任选的含氢尾气出口，所述再生单元具有氢化液入口和再生氢化液出口，所述氧化单元具有氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口，所述分离单元具有氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口；

其中所述氢化单元的氢化液出口分别与所述再生单元和氧化单元的氢化液入口连通，所述再生单元的再生氢化液出口与所述氧化单元的氢化液入口连通，所述氧化单元的氧化液出口与所述分离单元的氧化液入口连通，所述分离单元的萃余液出口与所述氢化单元的工作液入口连通；

所述氢化反应器 3 具有与所述氢化单元的工作液入口和含氢气体入口对应的工作液入口和含氢气体入口，同时还具有循环浆液入口、浆液出口和含氢尾气出口，所述过滤器 3' 具有浆液入口、循环浆液出口和与所述氢化单元的氢化液出口对应的氢化液出口，其中所述氢化反应器的浆液出口与所述过滤器的浆液入口连通，所述过滤器 3' 的循环浆液出口与所述氢化反应器 3 的循环浆液入口连通，并且任选地，所述氢化反应器 3 的含氢尾气出口与所述氢化反应器 3 的含氢气体入口连通。

如图 2 所示，在本申请方法的进一步优选的实施方式中，包含烷基蒽醌的工作液 1 和氢气 2 在氢化反应器 3 中，在加氢催化剂颗粒存

在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液和含氢尾气 4，所述含氢尾气 4 经压缩机 24 压缩后再返回所述氢化反应器 3。所述浆液在氢化反应器 3 外的过滤器 3' 中进行催化剂回收后得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液 5 和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液 6，所述循环浆液 5 经第一冷却器 25 冷却后返回所述氢化反应器 3。所述氢化液 6 分为两股，即 A 液 7 和 B 液 8。所述 A 液 7 在换热器 26 中与来自再生反应器 9 的再生氢化液 10 换热，经换热后的 A 液 7 再经加热器 27 加热，而后进入再生反应器 9 中再生，使其中所含的副产物转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液 10。经换热后的再生氢化液 10 与 B 液 8 合并得到混合液 11。所述混合液 11 在第二冷却器 28 中冷却，而后与第一 pH 调节剂 29 混合得到调节液。所得调节液经精密过滤器 30 过滤后，与含氧气体 12 在氧化反应器 13 中进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液 14 和含氧尾气 15。所述氧化液 14 经第三冷却器 31 冷却后，在萃取塔 16 中用萃取剂 17 进行萃取，得到包含过氧化氢的萃取液 18 和包含烷基蒽醌的萃余液 19。任选地，在真空干燥装置 20 中对所述萃余液 19 的至少一部分进行真空干燥，脱除其中的水和/或部分有机物，得到脱除液 21，并任选地将所脱除的水和/或有机物 22 返回萃取塔 16。所述脱除液 21 和剩余部分的萃余液 19 作为循环工作液 23 返回所述氢化反应器 3。

相应地，在图 2 所示的进一步优选的实施方式中，本发明的所述系统包括依次连接的氢化单元、再生单元、氧化单元和分离单元，氢化单元包括氢化反应器 3、过滤器 3'、压缩机 24 和第一冷却器 25，再生单元包括再生反应器 9、换热器 26 和加热器 27，氧化单元包括氧化反应器 13、第二冷却器 28 和精密过滤器 30，且分离单元包括萃取塔 16、第三冷却器 31 和任选的真空干燥塔 20；

所述氢化反应器 3 具有与所述氢化单元的工作液入口和含氢气体入口对应的工作液入口和含氢气体入口，同时还具有循环浆液入口、浆液出口和含氢尾气出口，所述过滤器 3' 具有浆液入口、循环浆液出口和与所述氢化单元的氢化液出口对应的氢化液出口，所述氢化反应器 3 的浆液出口与所述过滤器 3' 的浆液入口连通，所述氢化反应器 3 的含氢尾气出口经压缩机 24 与所述氢化反应器 3 的含氢气体入口连通，所述过滤器 3' 的循环浆液出口经第一冷却器 25 与所述氢化反应器

的循环浆液入口连通；

所述再生反应器 9 具有与所述再生单元的氢化液入口和再生氢化液出口对应的氢化液入口和再生氢化液出口，所述换热器 26 连通所述氢化单元的氢化液出口、所述再生反应器的氢化液入口和所述再生反应器的再生氢化液出口，所述加热器 27 连通所述换热器 26 的氢化液出口和所述再生反应器 9 的氢化液入口；

所述氧化反应器 13 具有与所述氧化单元的氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口对应的氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口，所述第二冷却器 28 连通所述氢化单元的氢化液出口、所述再生单元的再生氢化液出口和所述精密过滤器 30，所述精密过滤器 30 连通所述第二冷却器 28 的出口和所述氧化反应器的氢化液入口，

所述萃取塔 16 具有与所述分离单元的氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口对应的氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口，所述第三冷却器 31 连通所述氧化单元的氧化液出口和所述萃取塔的氧化液入口，所述真空干燥塔 20 连通所述萃取塔 16 的萃余液出口和所述氢化单元的工作液入口，任选地，所述真空干燥塔还与所述萃取塔的萃取剂入口或氧化液入口连通。

20 实施例

以下将结合实施例对本申请进行详细描述，但本申请并不限于此。

在以下实施例和对比例中，加氢催化剂为负载型催化剂，其中，载体为氧化铝，活性金属为钨，以加氢催化剂的重量为基准，所述活性金属的含量为 2wt%。

25 在以下实施例和对比例中，所述工作液由重芳烃、磷酸三辛酯、乙基蒽醌、四氢乙基蒽醌和戊基蒽醌组成，各组分的质量比为 59 : 21 : 9 : 6 : 5。

在以下实施例和对比例中氢化效率的测定方法包括：取 5mL 氢化液于分液漏斗中，再加入 10mL 的重芳烃和 20mL 的 1+4 H_2SO_4 溶液（ H_2SO_4 与水的体积比为 1:4）；向上述混合溶液中通 O_2 ，鼓泡氧化至亮黄色或橘黄色为止（约 10-15min）；用纯水洗涤萃取反应液 4-5 次，每次约 20mL 水；向萃取液中用浓度 0.1mol/L 的 $KMnO_4$ 标准溶液滴定

至微红色，30s 不褪色为终点。

计算方式：氢化效率（g/L）= KMnO_4 标准溶液浓度（0.1mol/L） $\times$ KMnO_4 标准溶液体积（mL） $\times$ 17.01/5。

在以下实施例和对比例中，加氢选择性的计算方法如下：

- 5 加氢选择性 = 测定的氢化效率/理论计算氢化效率，
理论计算氢化效率 = 耗氢体积量/22.4 $\times$ 34.02/工作液体积量。

实施例 1

- （1）在加氢催化剂存在下，将 42Nm³/h 氢气经含氢气体入口进入
10 浆态床反应器，4.8m³/h 工作液和 57.6m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在温度 60℃、压力 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

- 将所述浆液经过三组并联的过滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，
15 由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液；过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却至 59.3℃后循环回浆态床反应器的反应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为 12:1；

- （2）将 A 液（15%质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢
20 化白土床（直径 800mm，高度 1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 90℃、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 2:1；

- （3）将 B 液（85%质量流量的氢化液）与步骤 2）所得到的再生
氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃，得到第二冷却液，注入质
25 量浓度为 85%的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器过滤后，进入氧化反应器中，与 260Nm³/h 空气进行氧化反应，其中，氧化反应的温度为 50℃，压力为 0.3MPa，得到含氧尾气和氧化液；

- （4）将质量浓度为 85%的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 120ppm
30 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 25:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，萃取温度为 50℃、塔顶压力为常压，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后, 得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元, 其中, 真空干燥塔的压力为 -96kPa, 温度 70℃。

实验结果: 浆态床反应器轴向温升在 0.9℃; 氢化液的氢化效率达到 13-13.2g/L, 加氢选择性 > 99%; 装置运行 3200h, 共产出质量浓度为 35% 的过氧化氢溶液 560t, 期间更换活性氧化铝 1t; 浆态床反应器催化剂活性、选择性稳定, 未出现失活迹象, 浆态床反应器内反应液中的有效蒽醌 (即乙基蒽醌+四氢乙基蒽醌+戊基蒽醌) 含量稳定。

10 实施例 2

(1) 在加氢催化剂存在下, 将 39Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态床反应器, 4.8m³/h 工作液和 28.8m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器, 其中, 浆态床反应器中反应筒直径为 300mm, 在 60℃ 和 0.3MPa, 工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下进行氢化反应, 得到浆液和含氢尾气;

将所述液浆液经过四组并联的过滤器过滤, 采用氢化液作为反冲液, 由自动反冲洗程序实现连续自动反冲, 得到氢化液和循环浆液。过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却至 58.5℃ 后循环回反应筒内继续参与反应, 其中, 循环浆液与工作液的体积流量比为 6:1;

(2) 将 A 液 (15% 质量流量的氢化液) 经过内装活性氧化铝的氢化白土床 (直径 800mm, 高度 1500mm) 进行再生反应, 得到再生氢化液, 其中, 再生反应温度为 90℃、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 2:1;

(3) 将 B 液 (85% 质量流量的氢化液) 与步骤 2) 所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃, 得到第二冷却液, 注入质量浓度为 85% 的磷酸溶液, 得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液, 再将所述调节液经精密过滤器后过滤后, 进入氧化反应器中, 与 230Nm³/h 空气进行氧化反应, 其中, 氧化反应的温度为 48℃, 压力为 0.3MPa, 得到含氧尾气和氧化液;

(4) 将质量浓度为 85% 的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 150ppm 的含酸水溶液, 并将氧化液与含酸水溶液按 27:1 的质量流量比在萃取

塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为-96kPa，温度50℃。

- 5 实验结果：浆态床反应器轴向温升在 1.5℃；氢化液的氢化效率可达 11.7-11.8g/L，加氢选择性>98%；装置运行 3200h，共产出质量浓度为 35%的过氧化氢溶液 506t，期间更换活性氧化铝 1.3t；浆态床反应器催化剂活性、选择性稳定，未出现失活迹象，工作液中有效蒽醌含量比较稳定。

10

实施例 3

- (1) 在加氢催化剂存在下，将 35Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态床反应器，4.8m³/h 工作液和 38.4m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在 60℃和
15 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

- 将所述液浆液经过三组并联的滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液；过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却至 59℃后循环回反
20 应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为 8:1；

(2) 将 A 液（10%质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm，高度 1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 60℃、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 2:1；

- 25 (3) 将 B 液（90%质量流量的氢化液）与步骤 2）所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃，得到第二冷却液，注入质量浓度为 85%的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器后过滤后，进入氧化反应器中，与 209Nm³/h 空气进行氧化反应，其中，氧化反应的温度为 48℃，压力为 0.3MPa，得
30 到含氧尾气和氧化液；

(4) 将质量浓度为 85%的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 180ppm 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 30:1 的质量流量比在萃取

塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为-96kPa，温度50℃。

- 5 实验结果：反应器轴向温升 1.2℃，氢化液的氢化效率可达10.7-10.8g/L，加氢选择性98.5%。装置运行3200h，共产出质量浓度为35%的过氧化氢溶液468t，期间更换活性氧化铝1.3t；浆态床反应器催化剂活性下降13%、选择性下降1.4%，存在失活迹象，工作液中有效蒽醌下降5%。

10

实施例4

- (1) 在加氢催化剂存在下，将42Nm³/h氢气经含氢气体入口进入浆态床反应器，4.8m³/h工作液和86.4m³/h循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为300mm，在温度60℃、压力0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比110:1的加氢反应条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；
- 15

- 将所述浆液经过三组并联的过滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液；过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却后循环回浆态床反应器的反应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为18:1；
- 20

- (2) 将A液（15%质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢化白土床（直径800mm，高度1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为90℃、压力为自生压力、A液与再生催化剂的质量比2:1；
- 25

- (3) 将B液（85%质量流量的氢化液）与步骤2)所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至45℃，得到第二冷却液，注入质量浓度为85%的磷酸溶液，得到磷酸含量为5mg/L的调节液，再将所述调节液经精密过滤器过滤后，进入氧化反应器中，与260Nm³/h空气进行氧化反应，其中，氧化反应的温度为50℃，压力为0.3MPa，得到含氧尾气和氧化液；
- 30

- (4) 将质量浓度为85%的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为120ppm

的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 25:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，萃取温度 50℃、塔顶常压，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为 -96kPa，温度 70℃。

技术效果实验结果：浆态床反应器轴向温升在 0.7℃；氢化液的氢化效率可达到 13-13.2g/L，加氢选择性 > 99%；装置运行 3200h，共产出质量浓度为 35% 的过氧化氢溶液 560t，期间更换活性氧化铝 700kg；浆态床反应器催化剂活性、选择性稳定，未出现失活迹象，工作浆态床反应器内反应液中的有效蒽醌含量稳定。

实施例 5

(1) 在加氢催化剂存在下，将 40Nm³/h 氢气经含氢气体入口进入浆态床反应器，4.8m³/h 工作液和 57.6m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在温度 60℃、压力 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

将所述浆液经过三组并联的过滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液；过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却后循环回浆态床反应器的反应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为 12:1；

(2) 将 A 液（40% 质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm，高度 1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 90℃、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 5.3:1；

(3) 将 B 液（60% 质量流量的氢化液）与步骤 2) 所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃，得到第二冷却液，注入质量浓度为 85% 的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器过滤后，进入氧化反应器中，与 238Nm³/h 空气进行氧化反应，其中，氧化反应的温度为 50℃，压力为 0.3MPa，得到

含氧尾气和氧化液;

(4) 将质量浓度为 85% 的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 120ppm 的含酸水溶液, 并将氧化液与含酸水溶液按 26:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取, 萃取温度 50℃、塔顶常压, 得到过氧化氢溶液和萃余液;

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后, 得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元, 其中, 真空干燥塔的压力为 -96kPa, 温度 70℃。

技术效果实验结果: 浆态床反应器轴向温升在 0.9℃; 氢化液的氢化效率可达到 12-12.2g/L, 加氢选择性 > 98.7%; 装置运行 3200h, 共产出质量浓度为 35% 的过氧化氢溶液 526t, 期间更换活性氧化铝 1.3t; 浆态床反应器催化剂活性、选择性稳定, 未出现失活迹象, 工作浆态床反应器内反应液中的有效蒽醌含量稳定。

对比例 1

(1) 在加氢催化剂存在下, 将 24.5Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态床反应器, 4.8m³/h 工作液 38.4m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器, 其中, 浆态床反应器中反应筒直径为 300mm, 在 60℃ 和 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下进行氢化反应, 得到浆液和含氢尾气;

将所述液浆液经过三组并联的过滤器过滤, 采用氢化液作为反冲液, 由自动反冲洗程序实现连续自动反冲, 得到氢化液和循环浆液; 过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却后循环回反应筒内继续参与反应, 其中, 循环浆液与工作液的体积流量比为 8:1; 氢化液不进行再生处理, 直接进入氧化反应单元;

(2) 将步骤 1) 所得的氢化液经第二冷却器降温至 45℃ 得到第二冷却液, 注入质量浓度为 85% 的磷酸溶液, 得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液, 再将所述调节液经精密过滤器后过滤后, 进入氧化反应器中, 与 145Nm³/h 空气进行氧化反应, 操作温度为 45℃, 压力为 0.3MPa, 得到含氧尾气和氧化液;

(3) 将质量浓度为 85% 的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 185ppm 的含酸水溶液, 并将氧化液与含酸水溶液按 35:1 的质量流量比在萃取

塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(4) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为-96kPa，温度50℃。

- 5 实验结果：氢化液的氢化效率只能维持 7.1-7.3g/L，加氢选择性 < 97%；装置运行 300h，共产出质量浓度为 27.5% 的过氧化氢溶液 37t；浆态床反应器催化剂活性下降 20%、选择性下降 1.8%，失活现象明显，工作液中有效蒽醌含量下降 10%。

10 对比例 2

- (1) 在加氢催化剂存在下，将 33Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态床反应器，4.8m³/h 工作液和 38.4m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在 60℃ 和 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下
15 进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

- 将所述液浆液经过三组并联的滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液。过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却后循环回反应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为 8:1；氢化液
20 不进行再生处理，直接进入氧化反应单元；

- (2) 将步骤 1) 所得的氢化液经第二冷却器降温至 45℃，得到第二冷却液，注入质量浓度为 85% 的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器后过滤后，进入氧化反应器中，与 195Nm³/h 空气进行氧化反应，操作温度为 50℃，压力为 0.3MPa，
25 得到含氧尾气和氧化液；

(3) 将质量浓度为 85% 的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 180ppm 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 26:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

- (4) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水，得到的脱除液作为循环工
30 作液，其中，真空干燥塔的压力为-96kPa，温度 50℃；

(5) 将步骤 4) 所得的循环工作液进入 4 台并联的工作液再生反应器进行再生反应，得到再生工作液返回氢化反应器，再生反应器为

内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm，高度 1500mm），其中，再生反应温度为 60℃。

实验结果：氢化液的氢化效率只能维持 9.8-10g/L，加氢选择性 < 98%。装置运行 300h，共产出质量浓度为 27.5%的过氧化氢溶液 50t；
5 浆态床反应器催化剂活性下降 19%、选择性下降 1.8%，失活现象明显，工作液中有效蒽醌含量下降 5%。

对比例 3

（1）在加氢催化剂存在下，将 33Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态
10 床反应器，4.8m³/h 工作液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在 60℃和 0.3MPa、工作液与加氢催化剂的质量流量比 110:1 的加氢反应条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

将所述浆液经过内置的过滤器进行过滤，采用氢化液作为反冲液，
15 由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，过滤得到氢化液，反应温度靠内置盘管冷却器控制。

（2）将 A 液（15%质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm，高度 1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 90℃；

20 （3）将 B 液（85%质量流量的氢化液）与步骤 2）所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃，注得到第二冷却液，注入质量浓度为 85%的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器后过滤后，进入氧化反应器中，与 195Nm³/h 空气进行氧化反应，操作温度为 48℃，压力为 0.3MPa，得到含氧尾气和氧化液；
25

（4）将质量浓度为 85%的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 150ppm 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 26:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

（5）将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环
30 工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为 -96kPa，温度 50℃。

实验结果：浆态床反应器轴向温升 5℃以上；氢化液的氢化效率只

能达到 9.8-9.9g/L，加氢选择性 < 97%；装置运行 300h，共产出质量浓度为 27.5% 的过氧化氢溶液 50t，期间更换活性氧化铝 500kg；浆态床反应器催化剂活性下降 15%、选择性下降 1.5%，有失活迹象，工作液中有效蒽醌含量下降 5%。

5

对比例 4

(1) 在加氢催化剂存在下，将 34Nm³/h 氢气经气体入口进行浆态床反应器，4.8m³/h 工作液和 19m³/h 循环浆液经相应入口进入浆态床反应器，其中，浆态床反应器中反应筒直径为 300mm，在 60℃ 和 0.3MPa 的加氢反应条件下进行氢化反应，得到浆液和含氢尾气；

将所述浆液经过三组并联的过滤器过滤，采用氢化液作为反冲液，由自动反冲洗程序实现连续自动反冲，得到氢化液和循环浆液。过滤后的富含催化剂颗粒的循环浆液经第一冷却器冷却后循环回反应筒内继续参与反应，其中，循环浆液与工作液的体积流量比为 4:1；

(2) 将 A 液（15% 质量流量的氢化液）经过内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm，高度 1500mm）进行再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 90℃、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 2:1；

(3) 将 B 液（85% 质量流量的氢化液）与步骤 2) 所得到的再生氢化液的混合液经第二冷却器降温至 45℃，得到第二冷却液，注入质量浓度为 85% 的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液经精密过滤器后过滤后，进入氧化反应器中，与 205Nm³/h 空气进行氧化反应，操作温度为 48℃，压力为 0.3MPa，得到含氧尾气和氧化液；

(4) 将质量浓度为 85% 的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 150ppm 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 25:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，得到过氧化氢溶液和萃余液；

(5) 将所述萃余液经真空干燥塔脱水后，得到的脱除液作为循环工作液返回氢化反应单元，其中，真空干燥塔的压力为 -96kPa，温度 50℃。

实验结果：浆态床反应器轴向温升 3-4℃。氢化液的氢化效率只能达到 10.4-10.5g/L，加氢选择性 < 97%；装置运行 300h，共产出质量浓

度为 27.5%的过氧化氢溶液 52t，期间更换活性氧化铝 350kg；浆态床反应器催化剂活性降低 14%、选择性下降 1.3%，有失活迹象，工作液中有效蒽醌含量比较稳定。

5 对比例 5

(1) 将 $22\text{Nm}^3/\text{h}$ 纯氢与 $4.8\text{m}^3/\text{h}$ 工作液，在 $40\text{-}60^\circ\text{C}$ 和 0.3MPa 的反应条件下，在固定床反应器（直径 300mm ，高 8000mm 的固定床反应器，内装平均粒径为 $3\text{-}5\text{mm}$ 的加氢催化剂颗粒）内发生反应后，经气液分离后，含氢尾气外排；

10 (2) 将 A 液（15%质量流量的氢化液）经过一台内装活性氧化铝的氢化白土床（直径 800mm ，高度 1500mm ）再生反应，得到再生氢化液，其中，再生反应温度为 90°C 、压力为自生压力、A 液与再生催化剂的质量比 2:1；

(3) 将 B 液（85%质量流量的氢化液）与步骤 2）所得到的再生
15 氢化液的混合液，一部分经取热后循环回反应器，一部分经冷却至 45°C ，得到第二冷却液，再注入质量分数为 85%的磷酸溶液，得到磷酸含量为 5mg/L 的调节液，再将所述调节液进入氧化反应器；在氧化反应器内，与 $100\text{Nm}^3/\text{h}$ 空气发生反应，得到含有过氧化氢的氧化液；

(4) 将质量浓度为 85%的磷酸水溶液稀释至磷酸含量为 150ppm
20 的含酸水溶液，并将氧化液与含酸水溶液按 38:1 的质量流量比在萃取塔中进行萃取，得到最终产品为 27.5%的过氧化氢溶液。萃余液经聚结器脱水后，进入碳酸钾干燥塔进一步脱水再生，然后再全部经过 3 台装有活性氧化铝的工作液白土床（直径 800mm ，高度 1500mm ）进行再生处理，最后循环回氢化反应器。

25 实验结果：固定床反应器床层进出口温升 $7\text{-}8^\circ\text{C}$ ，氢化液的氢化效率为 $6.0\text{-}6.4\text{g/L}$ ，加氢选择性 89-92%；装置运行 3200h，共产出 27.5%的过氧化氢溶液 340t，期间更换活性氧化铝 1.7t；固定床反应器催化剂已出现失活迹象，床层进口温度由开车时的 45°C ，已提高至 58°C 。

通过比较实施例 1-5 和对比例 1-5 可知，采用本申请提供的方法制
30 备过氧化氢，可提高氢化效率至 10g/L 以上，加氢选择性 $>98\%$ ，基本消除反应器床层轴向温差，有效提高氢化反应选择性、装置效率及氢化效率，并延长催化剂的使用寿命。

通过比较实施例 1 与对比例 5 可知，采用本申请提供的制备过氧化氢的方法，能够有效提高氢化效率，加氢选择性显著提高，并延长催化剂的使用寿命，装置产能提高 110%，每吨产品消耗活性氧化铝量下降 72%，大幅减少装置废固产生量，具有很好的经济效益和社会效益。

以上详细描述了本申请的优选实施方式，但是，本申请并不限于上述实施方式中的具体细节，在本申请的技术构思范围内，可以对本申请的技术方案进行多种简单变型，这些简单变型均属于本申请的保护范围。

另外需要说明的是，在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征，在不矛盾的情况下，可以通过任何合适的方式进行组合。为了避免不必要的重复，本申请对各种可能的组合方式不再另行说明。

此外，本申请的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合，只要其不违背本申请的思想，其同样应当视为本申请所公开的内容。

权 利 要 求

1. 一种制备过氧化氢的方法，包括以下步骤：

1) 将包含烷基蒽醌的工作液进料到氢化反应器中，并使所述烷基蒽醌在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所述浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将所述循环浆液返回所述氢化反应器；

2) 将所述氢化液分为两股，并对第一股氢化液进行再生以将第一股氢化液中所含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

3) 使第二股氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

4) 对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化反应器作为所述工作液的一部分；

其中，所述循环浆液与所述工作液的体积流量比为 6-20:1，优选为 8-18:1，所述第一股氢化液与第二股氢化液的质量流量比为 10-50:50-90，优选为 15-40:60-85。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，步骤 1) 中，所述氢化反应在浆态床反应器中进行；

优选地，所述氢化反应的条件包括：压力为 0.03-0.35MPa，优选为 0.05-0.2MPa；温度为 40-70℃，优选为 45-65℃；所述工作液与加氢催化剂的质量流量比为 25-700:1，优选为 30-500:1；所述氢气的标准体积流量与工作液的体积流量比为 4-14:1，优选为 5-10:1；

优选地，所述氢化反应还得到含氢尾气，并且所述步骤 1) 还包括将所述含氢尾气外排和/或经压缩后再返回所述氢化反应器。

3. 根据在先权利要求中任一项所述的方法，其中所述步骤 1) 还包括：对所述循环浆液进行第一冷却得到第一冷却液，再将所述第一冷却液返回所述氢化反应器；

优选地，所述第一冷却液的温度为 40-70℃，优选为 45-65℃。

4. 根据在先权利要求中任一项所述的方法，其中，步骤 2) 中，

所述再生在再生反应器中在再生催化剂存在下进行，所述再生反应器选自固定床反应器、浆态床反应器或者它们的组合；

优选地，当所述再生反应器为固定床反应器时，所述再生催化剂为改性氧化铝，进一步优选地，所述改性氧化铝为由选自碱金属、碱土金属和稀土金属中的至少一种金属改性的氧化铝；

优选地，当所述再生反应器为浆态床反应器时，所述再生催化剂为改性分子筛，进一步优选地，所述改性分子筛为由选自碱金属、碱土金属和稀土金属中的至少一种金属改性的分子筛。

5. 根据在先权利要求中任一项所述的方法，其中所述步骤 3) 还包括：在所述氧化反应之前，将所述第二股氢化液和再生氢化液合并得到混合液，并对所述混合液进行第二冷却，得到第二冷却液；

优选地，所述步骤 3) 还包括：在所述氧化反应之前，将所述第二冷却液与第一 pH 调节剂进行混合得到调节液，任选地再对所述调节液进行过滤。

15 6. 根据在先权利要求中任一项所述的方法，其中，步骤 4) 所用的萃取剂包含水和可选的第二 pH 调节剂；

优选地，所述步骤 4) 还包括：在进行所述萃取之前，对所述氧化液进行第三冷却，得到第三冷却液。

20 7. 根据在先权利要求中任一项所述的方法，其中，所述步骤 4) 还包括：将至少 10% 质量流量的所述萃余液进行真空干燥得到脱除液，并将所述脱除液与剩余萃余液一起返回所述氢化反应器；

优选地，将至少 30% 质量流量的所述萃余液进行真空干燥；

优选地，所述真空干燥还得到水和/或有机物，并且所述步骤 4) 还包括将所述水和/或有机物循环。

25 8. 一种制备过氧化氢的系统，包括氢化单元、再生单元、氧化单元和分离单元；

所述氢化单元设置为使包含烷基蒽醌的工作液在加氢催化剂颗粒和氢气存在下进行氢化反应，得到包含氢化蒽醌、副产物和加氢催化剂颗粒的浆液，从所得浆液中回收所述加氢催化剂颗粒，得到富含加氢催化剂颗粒的循环浆液和基本不含加氢催化剂颗粒的氢化液，并将

30 所述循环浆液再循环；

所述再生单元设置为对所述氢化液的一部分进行再生以将其中所

含的副产物的至少一部分转化为烷基蒽醌，得到再生氢化液；

所述氧化单元设置为使剩余部分的氢化液和再生氢化液与含氧气体接触进行氧化反应，得到包含过氧化氢和烷基蒽醌的氧化液；以及

所述分离单元设置为对所述氧化液进行萃取分离，得到包含过氧化氢的萃取液和包含烷基蒽醌的萃余液，并将所述萃余液返回所述氢化单元。

9. 根据权利要求 8 所述的系统，其中：

所述氢化单元设置有工作液入口、含氢气体入口、氢化液出口和任选的含氢尾气出口；

所述再生单元设置有氢化液入口和再生氢化液出口；

所述氧化单元设置有氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口；

所述分离单元设置有氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口；

其中所述氢化单元的氢化液出口分别与所述再生单元和氧化单元的氢化液入口连通，所述再生单元的再生氢化液出口与所述氧化单元的氢化液入口连通，所述氧化单元的氧化液出口与所述分离单元的氧化液入口连通，所述分离单元的萃余液出口与所述氢化单元的工作液入口连通。

10. 根据权利要求 8 或 9 所述的系统，其中，所述氢化单元包括浆态床反应器形式的氢化反应器和过滤器，所述氢化反应器包括反应区和气液分离区，并且具有工作液入口、至少一个含氢气体入口、循环浆液入口、浆液出口和含氢尾气出口，所述过滤器具有浆液入口、循环浆液出口和氢化液出口，其中所述氢化反应器的浆液出口与所述过滤器的浆液入口连通，所述过滤器的循环浆液出口与所述氢化反应器的循环浆液入口连通，并且任选地，所述氢化反应器的含氢尾气出口与所述氢化反应器的一个含氢气体入口连通；

优选地，所述氢化单元还包括压缩机，所述压缩机连通所述氢化反应器的含氢尾气出口和所述氢化反应器的一个含氢气体入口，用于将含氢尾气进行压缩并循环回所述氢化反应器；

优选地，所述氢化单元还包括第一冷却器，所述第一冷却器连通所述过滤器的循环浆液出口和所述氢化反应器的循环浆液入口，用于

在将所述循环浆液循环回所述氢化反应器之前对其进行冷却。

11. 根据权利要求 8-10 中任一项所述的系统，其中，所述再生单元包括再生反应器，所述再生反应器具有氢化液入口和再生氢化液出口；

5 优选地，所述再生单元还包括换热器，所述换热器连通所述氢化单元的氢化液出口、所述再生反应器的氢化液入口和所述再生反应器的再生氢化液出口，用于将待进行再生的氢化液与所述再生氢化液进行换热；

进一步优选地，所述再生单元还包括加热器，所述加热器连通所述换热器的氢化液出口和所述再生反应器的氢化液入口，用于将换热后的氢化液进行加热。

12. 根据权利要求 8-11 中任一项所述的系统，其中，所述氧化单元包括氧化反应器，所述氧化反应器具有氢化液入口、含氧气体入口、氧化液出口和含氧尾气出口；

15 优选地，所述氧化单元还包括第二冷却器，所述第二冷却器连通所述氢化单元的氢化液出口、所述再生单元的再生氢化液出口和所述氧化反应器的氢化液入口，用于对所述剩余部分的氢化液和再生氢化液合并得到的混合液进行冷却；

进一步优选地，所述氧化单元还包括精密过滤器，所述精密过滤器连通所述第二冷却器出口和所述氧化反应器的氢化液入口，用于对经冷却的混合液进行过滤。

13. 根据权利要求 8-12 中任意一项所述的系统，其中，所述分离单元包括萃取塔，所述萃取塔具有氧化液入口、萃取剂入口、萃取液出口和萃余液出口；

25 优选地，所述分离单元还包括第三冷却器，所述第三冷却器连通所述氧化单元的氧化液出口和所述萃取塔的氧化液入口，用于对所述氧化液进行冷却；

优选地，所述分离单元还包括真空干燥塔，所述真空干燥塔连通所述萃取塔的萃余液出口和所述氢化单元的工作液入口，用于将至少 10% 质量流量的所述萃余液进行真空干燥，并将得到的脱除液返回所述氢化单元；

进一步优选地，所述真空干燥塔还与所述萃取塔的萃取剂入口或

氧化液入口连通，用于将至少 10%质量流量的所述萃余液经真空干燥而得的水和/或有机物返回所述萃取塔。