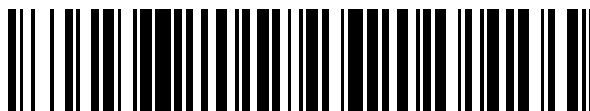


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 452**

51 Int. Cl.:

B01J 8/02 (2006.01)
C07C 27/14 (2006.01)
C07C 51/25 (2006.01)
C07C 57/05 (2006.01)
C07C 45/35 (2006.01)
C07C 47/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.03.2003 E 03744047 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.10.2014 EP 1484299**

54 Título: **Procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor**

30 Prioridad:

11.03.2002 JP 2002064620

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.01.2015

73 Titular/es:

**MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION (100.0%)
1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8251, JP**

72 Inventor/es:

**SAKAKURA, YASUYUKI;
YADA, SHUHEI;
JINNO, KIMIKATSU;
HOSAKA, HIROCHIKA y
SUZUKI, YOSHIRO**

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 527 452 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor que evita una reacción incontrolada o deterioro temprano de un catalizador, en la producción de ácido (met)acrílico o similar a partir de propileno o isobutileno mediante el procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor usando un reactor multitubular, que posibilita la producción en alto rendimiento de manera constante durante un largo periodo de tiempo.

Técnica anterior

15 Un reactor multitubular habitual tiene una estructura que está equipada con, cuando se dispone dentro de la carcasa del reactor, una pluralidad de tubos de reacción que tienen un catalizador empaquetado en los mismos y una pluralidad de placas deflectoras que tienen aberturas para distribuir un medio de calentamiento introducido en la carcasa, enteramente en la carcasa. Era común que se midiera la temperatura del medio de calentamiento que fluye en la carcasa, y basándose en el resultado de la medición, se llevaba a cabo el control de funcionamiento del reactor multitubular mientras que se controlaba de manera uniforme la temperatura del medio de calentamiento en la carcasa.

25 La mayoría de los tubos de reacción dispuestos en la carcasa están conectados con las placas deflectoras. Sin embargo, algunos de los tubos de reacción que pasan a través de las aberturas formadas en las placas deflectoras no están conectados con placas deflectoras. Las capas de catalizador en los tubos de reacción, que no están en contacto con las placas deflectoras, tienden a tener puntos de acumulación de calor local (puntos calientes) formados debido al calor de reacción. Si se formaba un punto caliente de este tipo, la parte del catalizador tendía a deteriorarse debido a una generación de calor excesiva y la vida útil tendía a disminuir.

30 Además, con el fin de obtener un rendimiento apropiado en la vida útil del catalizador evitando la formación del punto caliente, se requería disminuir la concentración de gas de material de partida introducido en los tubos de reacción, o limitar la cantidad de suministro, mediante lo que se daba un caso en que no podía producirse ácido (met)acrílico o similar de manera constante en alto rendimiento durante un largo periodo de tiempo.

35 El documento EP 1 080 780 A1 da a conocer un reactor de tipo de carcasa y tubo para la oxidación catalítica en fase gaseosa adaptado para hacer circular un medio de calentamiento a la carcasa del reactor por medio de un dispositivo de circulación que conecta un conducto anular conectado al mismo, en el que una pluralidad de tubos de reacción están constreñidos al reactor por una pluralidad de placas de tubos, y placas deflectoras de tipo donut y placas deflectoras de tipo disco están dispuestas en la dirección longitudinal de los tubos de reacción y están adaptadas para variar el sentido del medio de calentamiento introducido en la carcasa.

Divulgación de la invención

45 La presente invención proporciona un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor usando un reactor multitubular, mediante el cual podría resolverse los problemas anteriores, y que se resume de la siguiente forma.

(1) Un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor en el que se introduce gas de material de partida para su oxidación en tubos de reacción de un reactor multitubular que está equipado con, cuando se dispone dentro de la carcasa del reactor, una pluralidad de tubos de reacción que tienen un catalizador empaquetado en los mismos y una pluralidad de placas deflectoras para cambiar el sentido del flujo de un medio de calentamiento introducido en la carcasa, caracterizado porque se mide la temperatura del catalizador empaquetado en un tubo de reacción que no está conectado con al menos una placa deflector, y la temperatura del catalizador empaquetado en un tubo de reacción que está conectado con todas las placas deflectoras.

55 (2) El procedimiento según (1), en el que la temperatura o el caudal del medio de calentamiento que va a introducirse en la carcasa se controla basándose en la temperatura medida del catalizador.

(3) El procedimiento según (1) o (2), en el que la temperatura del catalizador se mide en de 2 a 20 puntos en la dirección del eje del tubo de reacción.

60 (4) El procedimiento según uno cualquiera de (1) a (3), en el que la temperatura del catalizador se mide usando un termopar multipunto.

65 (5) El procedimiento según uno cualquiera de (1) a (4), en el que el sentido del flujo del gas de material de partida, que fluye en los tubos de reacción, y el sentido de un flujo macroscópico del medio de calentamiento que fluye en la carcasa, son el mismo sentido.

(6) El procedimiento según uno cualquiera de (1) a (5), en el que una pluralidad de capas de catalizador, que tienen actividades diferentes, están empaquetadas en los tubos de reacción.

- 5 (7) El procedimiento según uno cualquiera de (1) a (6), en el que el gas de material de partida contiene propileno, isobutileno o (met)acroleína, como material que va a oxidarse.

Breve descripción de los dibujos

- 10 Figura 1: Vista en sección transversal de un ejemplo de un reactor multitubular que va a usarse para un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor.

Figura 2: Vista en perspectiva de un ejemplo de placas deflectoras equipadas con un reactor multitubular.

- 15 Figura 3: Vista en perspectiva de otro ejemplo de placas deflectoras equipadas con un reactor multitubular.

Figura 4: Vista del reactor multitubular de la figura 1 observado desde arriba.

- 20 Figura 5: Vista en sección transversal de otro ejemplo de un reactor multitubular que va a usarse para un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor.

Figura 6: Vista en sección parcial de una placa de tubos centrales y placas de apantallamiento térmico equipadas con el reactor multitubular de la figura 5.

- 25 Explicación de los símbolos de referencia

1a, 1b, 1c: Tubo de reacción

2: Carcasa de reactor multitubular

30

5a, 5b: Placa de tubos

6a, 6b: Placa deflectora

35

9: Placa de tubos centrales

11: Termómetro para catalizador

14, 15: Termómetro para medio de calentamiento

40

Hm: Medio de calentamiento

Rg: Gas de material de partida

- 45 **Modo para llevar a cabo la invención**

El procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor de la presente invención se describirá basándose en los dibujos adjuntos.

- 50 El procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor de la presente invención y un reactor multitubular que va a usarse para el procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor se describirán basándose en la figura 1.

El número de referencia 2 designa una carcasa para el reactor multitubular, en la que están sujetos los tubos de reacción 1a, 1b y 1c que tienen un catalizador empaquetado en los mismos mediante cada una de una placa de tubos inferior 5b y una placa de tubos superior 5a.

55

En los extremos superior e inferior de la carcasa 2, están previstos orificios de entrada y salida 4a y 4b para la reacción del gas de material de partida Rg, y el gas de material de partida Rg fluye en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c en el sentido de flujo ascendente o descendente. Tal sentido de flujo no está limitado particularmente, pero se prefiere más el flujo en sentido ascendente.

60

Además, está prevista una tubería circular 3a para introducir el medio de calentamiento Hm en la periferia externa de la carcasa 2, y el medio de calentamiento Hm que tiene una presión aumentada por la bomba de circulación 7 se introduce en la carcasa 2 desde la tubería circular 3a. El medio de calentamiento introducido en la carcasa 2 fluye en sentido ascendente, mientras que el sentido de flujo se cambia por las placas deflectoras 6a, 6b y 6a tal como se indica mediante marcas de flecha. Mientras, el medio de calentamiento Hm absorbe calor de reacción por el

65

contacto con las superficies externas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, y entonces se devuelve a la bomba de circulación 7 a través de la tubería circular 3b prevista en la periferia externa de la carcasa 2.

5 Una parte del medio de calentamiento Hm que absorbe el calor de reacción, se alimenta al interior de una tubería de escape 8b prevista en la parte superior de la bomba de circulación 7 que va a enfriarse mediante un intercambiador de calor (no mostrado), y luego se aspira al interior de la bomba de circulación 7 a través de una tubería de suministro de medio de calentamiento 8a que va a introducirse de nuevo en la carcasa 2.

10 El control de temperatura para el medio de calentamiento Hm introducido en la carcasa 2 se lleva a cabo controlando la temperatura o el volumen de flujo del medio de calentamiento que va a hacerse fluir desde la tubería de suministro 8a de medio de calentamiento. Además, la temperatura del medio de calentamiento Hm se mide mediante un termómetro 14 insertado en el lado de salida de la tubería circular 3a.

15 En cada placa de cobre dentro de las tuberías circulares 3a y 3b, está prevista una placa de rectificación (no mostrada) con el fin de minimizar la distribución circunferencial del caudal del medio de calentamiento. Como placa de rectificación de este tipo, se emplea por ejemplo una placa porosa o una placa que tiene rendijas. Cambiando el área de abertura de la placa porosa o la distancia de las rendijas, se rectifica el medio de calentamiento Hm de manera que el medio de calentamiento puede introducirse en la carcasa 2 desde toda su periferia con un caudal constante y un volumen de flujo constante. Además, una pluralidad de termómetros 15 están dispuestos a intervalos
20 uniformes en una dirección circunferencial tal como se muestra en la figura 4, mediante lo que puede monitorizarse la temperatura en la tubería circular (3a, más preferiblemente 3b además del mismo).

25 En general, al menos tres placas deflectoras (6a, 6b y 6c) están dispuestas habitualmente en la carcasa 2. Debido a la presencia de las placas deflectoras, el flujo del medio de calentamiento Hm en la carcasa 2 es de manera que se acumula en primer lugar desde la parte periférica hacia la parte central de la carcasa 2, y luego se dirige hacia la periferia externa a medida que fluye en sentido ascendente a través de la parte de abertura de la placa deflectora 6a hasta alcanzar la pared interna de la carcasa 2.

30 Entonces, se cambia de nuevo el sentido de flujo del medio de calentamiento Hm, mientras que el medio fluye en sentido ascendente a través del espacio entre la pared interna de la carcasa 2 y la periferia externa de la placa deflectora 6b, y luego se acumula hacia la parte central. Entonces, fluye en sentido ascendente a través de la parte de abertura de la placa deflectora 6a; fluye a lo largo de la superficie inferior de la placa de tubos superior 5a en la carcasa 2 para dirigirse hacia la periferia externa; se introduce en la tubería circular 3b, y finalmente se aspira al interior de la bomba de circulación 7 para hacerse circular de nuevo en la carcasa 2.
35

Como estructuras específicas de las placas deflectoras que van a usarse en la presente invención, pueden aplicarse o bien placas deflectoras circulares decrecientes de tipo segmento tal como se muestra en la figura 2 o placas deflectoras circulares tal como se muestra en la figura 3. Las placas deflectoras de tales tipos no tienen diferencia en la relación entre el sentido de flujo del medio de calor y los ejes de tubo de los tubos de reacción.
40

Las placas deflectoras 6a tienen su periferia externa coincidente con la pared interna de la carcasa 2, y tienen una parte de abertura cerca del centro. Además, el diámetro de la periferia externa de la placa deflectora 6b es más pequeño que el de la pared interna de la carcasa 2, mediante lo que se forma un espacio entre la periferia externa de la placa deflectora 6b y la pared interna de la carcasa 2. El caudal del medio de calentamiento se cambia cambiando el sentido del flujo, mientras que el medio de calentamiento fluye en sentido ascendente a través del espacio y las partes de abertura respectivas.
45

Un termómetro 11 está insertado en cada uno de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c dispuestos en la carcasa 2, y las señales se transmiten a una parte externa de la carcasa 2, mediante lo que se mide cada distribución de temperatura en la dirección del eje de tubo, en las capas de catalizadores empaquetadas en los tubos de reacción.
50

Están insertados termómetros de tipo multipunto o termómetros 11 que pueden moverse en una cubierta para medir una pluralidad de puntos, en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, mediante lo que se miden las temperaturas a de 2 a 20 puntos en la dirección de los ejes.
55

El espacio interno de la carcasa 2 equipada con los tubos de reacción 1a, 1b y 1c está dividido por tres placas deflectoras 6a, 6b y 6c, y los espacios divididos se clasifican en 3 tipos con respecto al sentido de flujo del medio de calentamiento Hm.

60 Concretamente, el tubo 1a de reacción está conectado con la placa deflectora 6b, mediante lo que el sentido de flujo del medio de calentamiento Hm está limitado sólo por la placa deflectora 6b, y el sentido de flujo no está limitado por las otras dos placas deflectoras 6a puesto que pasa a través de las partes de abertura de estas placas deflectoras 6a.

65 El medio de calentamiento Hm introducido desde la tubería circular 3a en la carcasa 2 cambia su sentido de flujo en la parte central de la carcasa 2 tal como se indica mediante marcas de flecha en la figura 1. Además, el tubo de

reacción 1a está colocado de modo que se cambia el sentido de flujo, mediante lo que el medio de calentamiento Hm que fluye alrededor de la periferia externa del tubo de reacción 1a fluye principalmente paralelo al eje del tubo de reacción 1a.

5 El tubo de reacción 1b está conectado con tres placas deflectoras 6a, 6b y 6a, mediante lo que el sentido de flujo del medio de calentamiento Hm está limitado por las placas deflectoras respectivas. Además, el flujo del medio de calentamiento Hm que fluye alrededor de la periferia externa del tubo de reacción 1b fluye perpendicular al eje del tubo de reacción 1b aproximadamente en todas las posiciones del tubo de reacción 1b. En este caso, la mayoría de los tubos de reacción dispuestos en la carcasa 2 están en posiciones correspondientes al tubo de reacción 1b.

10 Además, el tubo de reacción 1c pasa a través del espacio entre la periferia externa del tubo de reacción 6b y la pared interna de la carcasa 2 sin ningún contacto con la placa deflectoras 6b, mediante lo que el flujo del medio de calentamiento Hm en la posición no está limitado por la placa deflectoras 6b, y fluye paralelo al eje del tubo de reacción 1c.

15 La figura 4 muestra la interrelación entre la relación posicional de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c y las placas deflectoras 6a, 6b y 6a y los flujos del medio de calentamiento Hm.

20 Cuando la parte de abertura de las placas deflectoras 6a (el círculo más interno de la línea discontinua) es la posición de acumulación del medio de calentamiento Hm, es decir, en el centro de la carcasa 2, el medio de calentamiento Hm no fluye simplemente paralelo al tubo 1a de reacción, sino que también fluye escasamente en el centro de la parte de abertura de las placas 6a deflectoras, es decir, el caudal es aproximadamente cero, mediante lo que la eficacia de conductividad térmica es terriblemente mala. Por tanto, hay un caso en el que el tubo de reacción 1a no está dispuesto en tal posición.

25 La figura 5 es otro ejemplo de la presente invención en un caso en el que la parte interna de la carcasa 2 del reactor está dividida por una placa de tubos centrales 9.

30 En espacios divididos de la carcasa 2, se hacen circular los medios de calentamiento Hm₁ y Hm₂ respectivamente, y además, se someten respectivamente a controles de temperatura.

35 Las partes superior e inferior de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c están divididos por capas interpuestas de un material inerte que no participan en las reacciones, diferentes catalizadores están empaquetados respectivamente en los mismos, y las temperaturas de los respectivos catalizadores se controlan en condiciones óptimas, para llevar a cabo reacciones. Además, la posición para interponer un material inerte de este tipo es una parte que corresponde a las posiciones donde las periferias externas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c están en contacto con la placa de tubos centrales 9.

40 El gas de material de partida Rg se introduce desde una entrada 4a de gas de material de partida en la carcasa 2, y entonces se llevan a cabo las reacciones secuencialmente a medida que el gas fluye en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c para producir un producto.

45 Por ejemplo, se introduce propileno o isobutileno como un gas mezclado con gas que contiene oxígeno molecular, entonces se convierte en (met)acroleína en la parte inferior y luego se oxida en la parte superior para formar ácido (met)acrílico.

50 En la figura 6, el número de referencia 9 designa una placa de tubos centrales, tres pantallas térmicas 10 están fijadas en posiciones por debajo de la superficie inferior de la placa de tubos centrales 9 por medio de varillas espaciadoras 13. Dos o tres pantallas térmicas 10 están previstas por debajo de la placa de tubos centrales 9, tal como se muestra en esta figura, o por encima de la misma en posiciones que tampoco sean de más de 100 mm, mediante lo que se forman espacios de estancamiento 12 que no tienen flujo aunque se llene el medio de calentamiento Hm₁ o Hm₂. Por consiguiente, se prefiere dejar que los espacios tengan un efecto de aislamiento térmico.

55 Los motivos por los que las pantallas térmicas 10 se unen a la placa de tubos centrales 9 son los siguientes. Es decir, en la figura 5, en un caso en el que la diferencia de temperatura controlada entre el medio de calentamiento Hm₁ introducido en la parte inferior en la carcasa 2 y el medio de calentamiento Hm₂ introducido en la parte superior supera los 100 °C, no se permite ignorar una transferencia de calor desde un medio de temperatura caliente hasta un medio de temperatura baja, mediante lo que se deteriora la exactitud del control de la temperatura de reacción del catalizador en un lado de temperatura baja. En un caso de este tipo, se requiere proporcionar aislamiento térmico para prevenir la transferencia de calor por encima y/o por debajo de la placa de tubos centrales 9.

60 Dentro del reactor multitubular que va a usarse para oxidación catalítica en fase de vapor, se introduce un gas mixto como el gas de material de partida Rg de reacciones, en el que el gas mixto comprende propileno o isobutileno, y/o (met)acroleína mezclado con vapor de agua o gas que contiene oxígeno molecular.

65

La concentración de propileno o isobutileno es de desde el 3 hasta el 10 % en volumen, y la de oxígeno es de desde 1,5 hasta 2,5 (razón molar) y la de vapor de agua es de desde 0,8 hasta 2 (razón molar) con respecto a propileno o isobutileno.

5 El gas de material de partida Rg introducido en el mismo, se divide por los tubos de reacción 1a, 1b y 1c respectivos, y entonces, a medida que fluye en los tubos de reacción, reacciona mediante un catalizador de oxidación contenido en el mismo. Sin embargo, la distribución del gas de material de partida Rg a los tubos de reacción respectivos está afectada, por ejemplo, por las cantidades de empaquetamiento o las densidades de empaquetamiento del catalizador en los tubos de reacción. Tales cantidades de empaquetamiento o densidades de empaquetamiento del catalizador se determinan en el momento de la operación de empaquetamiento del catalizador en los tubos de reacción. Por tanto, es muy importante empaquetar el catalizador de manera uniforme en los tubos de reacción respectivos.

15 Con el fin de empaquetar el catalizador de manera uniforme, es posible emplear un método de hacer que la densidad de empaquetamiento sea constante haciendo que el peso del catalizador empaquetado en los tubos de reacción respectivos sea uniforme, o ajustando el tiempo para empaquetar el catalizador para que sea el mismo.

20 El gas de material de partida Rg, que fluye en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c respectivos, se calienta en primer lugar durante el flujo a través de la capa de agente inerte empaquetada en cada parte de entrada, hasta alcanzar la temperatura de comienzo de la reacción.

El material de partida (propileno o isobutileno) se oxida por el catalizador contenido como la siguiente capa en cada tubo de reacción, y la temperatura se aumenta adicionalmente por el calor de reacción.

25 La cantidad de reacción es la mayor en la parte de entrada de la capa de catalizador, y si supera la cantidad de eliminación de calor por el medio de calentamiento Hm, el calor de reacción generado servirá para aumentar la temperatura, mediante lo que puede formarse un punto caliente. Es probable que se forme el punto caliente en una posición de desde 300 hasta 1000 mm desde las entradas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c.

30 Por consiguiente, el efecto de eliminación de calor por el flujo del medio de calentamiento Hm, es el más importante dentro de los 1.000 mm desde las entradas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c. Si la cantidad del calor de reacción generado aquí supera la capacidad de eliminación de calor del medio de calentamiento Hm desde la periferia de los tubos de reacción, la temperatura del gas de material de partida Rg se elevará adicionalmente, mediante lo que la cantidad de generación del calor de reacción aumentará adicionalmente, y finalmente, tendrá lugar una reacción incontrolada. Por tanto, es posible que la temperatura del catalizador supere el máximo permitido, y que el catalizador experimente un cambio de calidad, mediante lo que puede producirse su deterioro o descomposición.

40 Con respecto al reactor de etapa preliminar para producir acroleína mediante la reacción de oxidación de propileno con el gas que contiene oxígeno molecular, como ejemplo, la temperatura del medio de calentamiento Hm es de desde 250 hasta 350 °C, y la temperatura máxima permisible contra el punto caliente es de desde 400 hasta 500 °C.

45 Además, con respecto al reactor de etapa posterior para obtener ácido acrílico oxidando acroleína con el gas que contiene oxígeno molecular, la temperatura del medio de calentamiento Hm es de desde 200 hasta 300 °C, y la temperatura máxima permisible contra el punto caliente es de desde 300 hasta 400 °C.

Como medio de calentamiento Hm que fluye en la carcasa 2 es decir, alrededor de las periferias externas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, se usa ampliamente Niter que es una mezcla de nitratos, pero también puede usarse un medio de calentamiento de fenil éter de un sistema líquido orgánico.

50 La eliminación de calor se lleva a cabo en las periferias externas de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, durante el flujo del medio de calentamiento Hm. Sin embargo, con respecto al medio de calentamiento Hm introducido desde la tubería circular 3a hacia la carcasa 2, están presentes una posición en la que el medio fluye desde la periferia externa de la carcasa 2 hacia la parte central, y una posición en la que el sentido de flujo se da la vuelta en la parte central, y se encontró que el efecto de eliminación de calor es extremadamente diferente en las posiciones respectivas.

60 Cuando la dirección de flujo del medio de calentamiento Hm es perpendicular al eje de tubo del tubo de reacción, el coeficiente de transferencia de calor es de desde 1.000 hasta 2.000 W/m² °C. Sin embargo, cuando la dirección de flujo no es perpendicular al mismo, es diferente según el caudal o la diferencia de flujo en sentido ascendente o flujo en sentido descendente. Sin embargo, aunque se use Niter como medio de calentamiento, el coeficiente de transferencia de calor es habitualmente de desde 100 hasta 300 W/m² °C como mucho.

65 Por otra parte, el coeficiente de transferencia de calor de las capas de catalizador en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, naturalmente, se basa en el caudal del gas de material de partida Rg. Sin embargo, es de aproximadamente 100 W/m² °C, por lo que, obviamente, no cambia con respecto al conocimiento convencional de que la tasa que controla la transferencia de calor es la fase gaseosa en los tubos.

5 Específicamente, cuando el flujo del medio de calentamiento Hm es perpendicular a los ejes de tubo de los tubos 1a, 1b y 1c de reacción, la resistencia a la transferencia de calor de la periferia externa del tubo es de desde 1/10 hasta 1/20 con respecto a la del lado del gas Rg del tubo de reacción. Aunque cambie el caudal del lado del medio de calentamiento Hm, tal cambio no afectará sustancialmente a la resistencia a la transferencia de calor global.

10 Sin embargo, cuando Niter fluye paralelo a los ejes de los tubos, los coeficientes de transferencia de calor de dentro y fuera de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c son casi iguales, mediante lo que la influencia del estado de flujo en la periferia externa de los tubos sobre la eficacia de eliminación de calor es sustancial. Concretamente, cuando la resistencia a la transferencia de calor de la periferia externa del tubo es de $100 \text{ W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$, el coeficiente de transferencia de calor global se reduce a la mitad del mismo, y además, la mitad del cambio en la resistencia a la transferencia de calor de la periferia externa del tubo influye sobre el coeficiente de transferencia de calor global.

15 Se requiere monitorizar la diferencia de los coeficientes de transferencia de calor cuidadosamente cuando la reacción prácticamente se ha llevado a cabo.

20 El tubo de reacción 1b está limitado por todas las placas deflectoras (habitualmente tres láminas), en el que el coeficiente de transferencia de calor global es grande, la temperatura máxima es baja en la distribución de temperatura en la dirección del eje de tubo de la capa de catalizador en el tubo de reacción, y se considera que es el promedio en toda la carcasa 2.

25 Además, el tubo de reacción que está previsto en una posición en la que el medio de calentamiento Hm cambia el sentido, es el tubo de reacción 1c no limitado por una placa deflector, o el tubo de reacción 1a no limitado por dos placas deflectoras.

30 Cuando aumenta la cantidad de suministro del gas de material de partida Rg a los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, o se mantiene la temperatura de reacción para que sea alta para obtener una alta conversión, la temperatura máxima de los tubos de reacción tiende a aumentar para formar puntos calientes, mediante lo que aumentará la posibilidad de deterioro del catalizador o la reacción incontrolada.

35 En tal caso, es necesario controlar estrictamente la temperatura del medio de calentamiento Hm. Una pluralidad de termómetros 11 están insertados en una pluralidad de los tubos de reacción 1a o 1c, y se controla la temperatura del medio de calentamiento Hm, mientras que se monitorizan las temperaturas de punto caliente de los tubos de reacción respectivos. La temperatura del medio de calentamiento Hm se controla así estrictamente a una temperatura apropiada, mediante lo que puede obtenerse el resultado de reacción deseada, y además, por ejemplo puede evitarse el deterioro del catalizador, y se hace posible que pueda llevarse a cabo la operación continua durante un largo periodo de tiempo.

40 Cuando la temperatura máxima del tubo de reacción 1a está próxima a la temperatura limitada, puede disminuirse la temperatura del medio de calentamiento Hm. Sin embargo, en el caso del tubo de reacción 1c, puede ser un caso en el que aumentará la temperatura en la parte aguas abajo con respecto a la posición que muestra la temperatura máxima. Por tanto no se permite descuidar la monitorización.

45 Cuando la conversión realizada por la reacción es inferior al valor apropiado, es necesario elevar la temperatura del medio de calentamiento Hm. Sin embargo, incluso en ese momento, es importante monitorizar la temperatura máxima del tubo de reacción de modo que no supere la temperatura limitada. Además, la temperatura máxima del tubo de reacción, o la posición que muestra la temperatura máxima del tubo de reacción, a veces puede cambiar, también cuando aumenta o disminuye la cantidad de suministro a la carcasa 2 del gas de material de partida, como gas mixto de propileno o isobutileno con gas que contiene oxígeno molecular o similar.

50 Además, se prefiere más que los termómetros 11 se inserten también en una pluralidad de tubos de reacción 1b, y que se controle la temperatura del medio de calentamiento Hm mientras que se monitorizan las temperaturas de las capas de catalizador en los tubos de reacción.

55 La temperatura máxima de los tubos 1b reacción de, que ocupan la gran mayoría de los tubos de reacción, se mide y se compara con la temperatura máxima de los tubos de reacción 1a o 1c en otras zonas, mediante lo que es posible hacer que el resultado de la reacción sea más apropiado.

60 La diferencia en la temperatura promedio máxima (el valor promedio en la temperatura máxima por cada tubo de reacción) de los tubos de reacción presentes en las zonas respectivas está preferiblemente dentro de $30 \text{ }^\circ\text{C}$, de manera particularmente preferible dentro de $20 \text{ }^\circ\text{C}$, más preferiblemente dentro de $15 \text{ }^\circ\text{C}$. Si la diferencia es demasiado grande, el rendimiento de la reacción tiende a disminuir, siendo esto indeseable.

65 El número de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c que tienen termómetros 11 insertados, en las zonas respectivas, es de al menos 1, preferiblemente desde 3 hasta 5. Si el número insertado es pequeño, puede ser un caso en el que no puede detectarse una anomalía en la temperatura máxima de los tubos de reacción, aunque haya una irregularidad

de temperatura del medio de calentamiento Hm introducido en la tubería circular 3a de la carcasa 2.

Además, la zona anterior está destinada a la agregación de tubos de reacción que se extienden a través de una
 5 abertura o espacio de la misma placa deflectora, y además están conectados a y soportados por la misma placa deflectora.

Los tipos de las placas deflectoras para cambiar el sentido de flujo del medio de calentamiento Hm que fluye en la
 carcasa 2 o evitar un flujo de derivación del medio de calentamiento Hm, no están limitados particularmente. Sin
 embargo, se emplea una placa deflectora en segmentos o una placa deflectora circular tal como se muestra en la
 10 figura 2 ó 3, y particularmente, la placa deflectora circular parece usarse ampliamente.

El área de la abertura en el centro de la placa deflectora 6a es de desde el 5 hasta el 50 %, preferiblemente de
 desde el 10 hasta el 30 % del área de sección transversal interna de la carcasa 2.

15 El área espacial formada por la periferia externa de la placa deflectora 6b y la pared interna de la carcasa 2 es de
 desde el 5 hasta el 50 %, preferiblemente de desde el 10 hasta el 30 % del área de sección transversal interna de la
 carcasa 2.

Si la razón de abertura y la razón de espacio de las placas deflectoras 6a y 6b son demasiado pequeñas, la
 trayectoria de flujo del medio de calentamiento Hm será larga, la pérdida de presión entre las tuberías circulares 3a y
 3b aumentará y la potencia de la bomba de circulación 7 aumentará. Por otra parte, si las razones son demasiado
 20 grandes, el número de los tubos de reacción 1a y 1c aumentará.

La separación de las placas deflectoras respectivas (la distancia entre las placas deflectoras 6a y 6b; la distancia
 entre la placa deflectora 6a y la placa de tubos superior 5a; y la distancia entre la placa deflectora 6a y la placa de
 tubos inferior 5b) se fija habitualmente para que sea un intervalo equivalente. Sin embargo, puede no ser necesario
 que se fije para que sea un intervalo equivalente, siempre que pueda asegurarse el caudal requerido del medio de
 calentamiento Hm determinado por el calor de la reacción de oxidación generada en el tubo de reacción, y pueda
 25 hacerse que la pérdida de presión del medio de calentamiento sea baja.

Es necesario evitar que la posición de la temperatura máxima en la distribución de temperatura en los tubos de
 reacción 1a, 1b o 1c sea igual que la posición de la placa deflectora 6a, 6b o 6a. Cerca de la superficie de cada
 placa deflectora, el caudal del medio de calentamiento disminuye y el coeficiente de transferencia de calor será bajo.
 Por consiguiente, si la posición de la temperatura máxima del tubo de reacción se solapa con ella, llega a ser
 30 altamente probable que se forme el punto caliente.

En la carcasa 2, dentro de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c que contienen el catalizador de oxidación hay una fase
 gaseosa, y además, la velocidad lineal máxima del gas de material de partida está limitada por el catalizador,
 mediante lo que el coeficiente de transferencia de calor en los tubos de reacción respectivos será bajo y se convierte
 40 en un procedimiento de control de la tasa de transferencia de calor. Por consiguiente, los diámetros internos de los
 tubos de reacción son muy importantes.

Los diámetros internos de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c están afectados por la cantidad del calor de reacción y el
 diámetro de partícula del catalizador en los tubos. Sin embargo, habitualmente se selecciona un diámetro interno de
 desde 10 hasta 50 mmφ. Más preferiblemente es de desde 20 hasta 30 mmφ. Si los diámetros internos de los tubos
 de reacción respectivos son demasiado pequeños, el peso del catalizador empaquetado en los mismos disminuirá y
 el número de los tubos de reacción será grande para la cantidad catalítica requerida, mediante lo que la carcasa 2
 45 será grande.

Por otra parte, si los diámetros internos de los tubos de reacción son demasiado grandes, el contacto del catalizador
 y el área superficial del tubo de reacción será pequeño para la cantidad de eliminación de calor requerida, mediante
 lo que disminuirá la eficacia de transferencia de calor para la eliminación de calor del calor de reacción.

Como termómetro 11 insertado en el tubo de reacción, habitualmente, puede usarse uno que tiene una forma de
 columna, en el que una pluralidad de termopares, sensores de temperatura de resistencia o similares están
 55 cubiertos con un tubo externo (pozo térmico), o uno en el que un termopar es móvil en la cubierta.

Es necesario que el termómetro 11 se fije en una posición en el eje de tubo, y que se proporcionen salientes en la
 superficie del tubo externo, mediante lo que la distancia desde la pared interna del tubo de reacción está limitada
 para solaparse con la posición del eje de tubo.
 60

Se prefiere que el eje de tubo del tubo de reacción y el eje central del termómetro 11 se solapen. Además, se
 prefiere que los salientes, que se forman en el termómetro 11, se proporcionen en la parte frontal y trasera de la
 posición de la temperatura máxima en la capa de catalizador.
 65

Como tubo externo (pozo térmico) de termómetro 11, se usa uno que tiene un diámetro como máximo de 15 mmφ.

Además, considerando la relación con el diámetro interno del tubo de reacción, la distancia a la pared interna de los tubos de reacción debe ser al menos dos veces el diámetro de partícula del catalizador. Si el diámetro de partícula del catalizador es de 5 mm y el diámetro interno del tubo de reacción es de 30 mm ϕ , se requerirá que el diámetro del tubo externo del termómetro 11 sea como máximo de 10 mm ϕ .

5 Si la densidad de empaquetamiento del catalizador es diferente entre el tubo de reacción que tiene un termómetro 11 insertado y otro tubo de reacción, no puede medirse la temperatura exacta. Por consiguiente, el diámetro externo del termómetro 11 es preferiblemente como máximo de 6 mm ϕ , más preferiblemente de desde 2 hasta 4 mm ϕ .

10 La presente invención es básicamente tomar medidas para hacer frente a la situación analizando el caudal y el coeficiente de transferencia de calor del medio de calentamiento Hm, y centrándose en la presencia de una parte que tiene un coeficiente de transferencia de calor bajo, en las partes respectivas en sección transversal de la carcasa 2. Sin embargo, con respecto al tubo de reacción dispuesto en la parte que tiene un coeficiente de transferencia de calor bajo, particularmente, con respecto al tubo de reacción 1a y un tubo de reacción en las proximidades del mismo, se encuentra una zona que tiene un coeficiente de transferencia de calor extremadamente bajo en la parte de abertura de la placa deflectora (la parte redonda en el centro en la placa deflectora circular) en el centro o en las proximidades de la misma, en sección transversal de la carcasa 2. Tal zona se encuentra en o cerca del centro de la parte de abertura de la placa deflectora 6a. Por tanto, se recomienda que no se proporcione ningún tubo de reacción en tal zona correspondiente a una parte que tiene una razón de área de sección transversal de la carcasa de desde el 0,5 hasta el 5 %. Si tal parte es menor del 0,5 %, se requiere que se fije la cantidad de flujo del medio de calentamiento Hm para que sea al menos dos veces de modo que el coeficiente de transferencia de calor sea al menos el mínimo del valor requerido, mediante lo que tendrá que aumentarse la potencia de la bomba de circulación 7.

25 Sin embargo, si la zona en la que no se proporciona ningún tubo de reacción es de más del 5 %, el diámetro de cintura de la carcasa 2 tendrá que aumentarse con el fin de proporcionar el número requerido de tubos de reacción.

30 Con respecto a los de reacción tubos 1a que no están soportados por la placa deflectora 6a, se prefiere no proporcionarlos desde el 30 hasta el 80 % de la anchura de la parte de abertura de la placa deflectora 6a (en el caso de placa deflectora en segmentos de la figura 2) o del diámetro de la parte de abertura de la placa deflectora 6a (en el caso de la placa deflectora circular de la figura 3).

35 En las figuras 1 a 5, el sentido de flujo ascendente del medio de calentamiento Hm en la carcasa 2 se indica mediante marcas de flecha. Sin embargo, la presente invención también puede aplicarse a un caso en el que el sentido de flujo es opuesto.

40 Cuando va a determinarse el sentido del flujo de circulación del medio de calentamiento Hm, es necesario tener el cuidado necesario para evitar un fenómeno de que el gas que puede permanecer en las partes superiores de la carcasa 2 y la bomba de circulación 7, particularmente el gas inerte tal como nitrógeno, se incluya en el flujo del medio de calentamiento.

45 En un caso en el que el medio de calentamiento Hm es el flujo en sentido ascendente tal como se muestra en la figura 1, si está incluido el gas en la parte superior de la bomba de circulación 7, puede observarse el fenómeno de cavitación en la bomba de circulación, y en el peor de los casos, la bomba puede resultar dañada. En el caso opuesto, el fenómeno de inclusión del gas también se producirá en la parte superior de la carcasa 2, y se formará una parte de retención de la fase gaseosa en la parte superior de la carcasa 2, mediante lo que la parte superior de los tubos de reacción correspondiente a la parte de retención de gas no se enfriará mediante el medio de calentamiento Hm.

50 Como medidas para evitar la permanencia del gas, es necesario fijar una conducción de ventilación de gas para la sustitución del gas en la capa de gas con el medio de calentamiento Hm. Para ese fin, debe aumentarse la presión del medio de calentamiento de la tubería de suministro del medio de calentamiento 8a, y debe proporcionarse la tubería de escape del medio de calentamiento 8b en una parte superior lo más lejos posible para aumentar la presión en la carcasa 2. La tubería de escape del medio de calentamiento 8b debe proporcionarse en una posición superior que la placa de tubos superior 5a.

55 El sentido de flujo del gas de material de partida Rg en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c puede ser ascendente o descendente. Sin embargo, se prefiere un flujo paralelo en relación con el flujo del medio de calentamiento.

60 Los valores de calentamiento en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c son los mayores en los orificios de entrada, y la posición de formación del punto caliente a menudo se encuentra en una posición en el eje de tubo del tubo de reacción en un intervalo de desde 300 hasta 1.000 mm desde la entrada.

65 En relación con las placas deflectoras, la posición del punto caliente a menudo se encuentra en una zona entre la placa de tubos superior 5a o la placa de tubos inferior 5b y la placa deflectora 6a. Suministrando el medio de calentamiento Hm que tiene una temperatura controlada directamente a las posiciones de los ejes de tubo de los

tubos de reacción 1a, 1b y 1c correspondiente a la temperatura máxima de los tubos de reacción, puede controlarse fácilmente la formación del punto caliente. Por consiguiente, se prefiere que el sentido macroscópico del flujo del medio de calentamiento Hm y el sentido de flujo del gas de material de partida Rg sean el mismo sentido, concretamente, el flujo paralelo.

5 La cantidad de transferencia de calor, concretamente la cantidad de calor de reacción, puede calcularse por el coeficiente de transferencia de calor x área de transferencia de calor x (temperatura de capa de catalizador – temperatura de medio de calentamiento). Por consiguiente, un método de disminución de la cantidad de calor de reacción por el área superficial (el área de transferencia de calor) del tubo de reacción es eficaz para reducir la temperatura máxima del tubo de reacción.

10 Con el fin de igualar el valor de calentamiento del calor de reacción, se empaquetan al menos dos tipos de capas de catalizador que tienen actividades diferentes en el mismo tubo de reacción. Se prefiere que un capa de catalizador que tiene una actividad inferior se empaquete en el lado de salida, y que una pluralidad de capas de catalizador se empaqueten en el tubo de reacción de modo que la capa de catalizador cambie en el flujo con respecto a una que tiene una actividad superior tras el máximo de la distribución de temperatura.

15 Como método para controlar la actividad de la capa de catalizador, puede mencionarse, por ejemplo, un método de uso de un catalizador que tiene una actividad diferente controlando la composición del catalizador o un método de control de la actividad mezclando partículas de catalizador con partículas inertes para diluir el catalizador.

20 Un capa de catalizador que tiene una alta proporción de partículas inertes (la proporción de partículas de catalizador en las partículas mixtas : tasa de dilución) se empaqueta en las partes de entrada de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, y un capa de catalizador que tiene una tasa de dilución baja o cero se empaqueta en el flujo posterior del tubo de reacción. La tasa de dilución es diferente dependiendo del catalizador. Sin embargo, la tasa de dilución en la fase temprana es de desde 0,3 hasta 0,7 en muchos casos. Preferiblemente se usa la tasa de dilución en la fase tardía de desde 0,5 hasta 1,0. Debido al cambio de actividad o a la dilución del catalizador, habitualmente se aplican dos o tres fases.

25 No se requiere que la tasa de dilución del catalizador empaquetado en los tubos de reacción 1a, 1b y 1c sea igual con respecto a todos los tubos. Por ejemplo, la temperatura máxima del tubo 1a de reacción es alta, mediante lo que la posibilidad de deterioro del catalizador es alta. Con el fin de evitar tal deterioro, es posible disminuir la tasa de dilución en la fase temprana, y al contrario, aumentar la tasa de dilución en la fase tardía.

30 Si las conversiones en las reacciones de los tubos de reacción respectivos son diferentes, el rendimiento o la conversión promedio en todo el reactor resultará por tanto afectado. Por tanto, se prefiere que los tubos de reacción respectivos se fijen para obtener la misma conversión aunque se cambie la tasa de dilución.

35 La presente invención se aplica de manera adecuada a un reactor multitubular para oxidar propileno o isobutileno mediante gas que contiene oxígeno molecular, o a un reactor multitubular para oxidar (met)acroleína mediante gas que contiene oxígeno molecular para obtener ácido (met)acrílico. Como catalizador que va a usarse para la oxidación de propileno, se usa preferiblemente un óxido de metal compuesto de múltiples componentes constituido principalmente por tipo Mo-Bi, y como catalizador para producir ácido acrílico oxidando acroleína, se usa preferiblemente un óxido compuesto constituido principalmente por tipo Mo-V.

40 El propileno o el isobutileno se oxida mediante dos etapas, mediante lo que es posible usar dos reactores multitubulares, y pueden empaquetarse diferentes catalizadores en los reactores respectivos. Tal como se muestra en la figura 5, sin embargo, la presente invención puede aplicarse a un caso en el que el lado de carcasa de un reactor está dividido en al menos dos compartimentos por una placa de tubos centrales, y entonces pueden empaquetarse diferentes catalizadores en los mismos respectivamente para obtener ácido (met)acrílico en un reactor.

Ejemplos

55 Ejemplo 1

Para llevar a cabo la reacción de oxidación de propileno, se produjeron respectivamente, como catalizador (A), un catalizador que tiene una composición (razón atómica) de Mo = 12, Bi = 5, Ni = 3, Co = 2, Fe = 0,4, Na = 0,2, B = 0,4, K = 0,1, Si = 24 y O = x, (la composición de óxido x es un valor determinado por los estados de oxidación de los metales respectivos; lo mismo se aplica a continuación en el presente documento), y además, como catalizador (B), un catalizador que tiene una composición (razón atómica) de Mo = 35, V = 7, Sb = 100, Ni = 43, Nb = 3, Cu = 9, Si = 20 y O = x, según métodos usuales para obtener polvos de catalizador. Se moldearon respectivamente los polvos de catalizador para formar catalizadores con forma de anillo que tenían un diámetro externo = 5 mmφ, un diámetro interno = 2 mmφ y una altura = 4 mm y se usaron. Se usó un reactor multitubular con un diámetro interno de la carcasa = 3.500 mmφ que tenía 9.000 tubos de reacción compuestos por acero inoxidable, tal como se muestra en la figura 1, en el que los tubos de reacción tenían una longitud = 3.500 mm, un diámetro interno = 24 mmφ y un

diámetro externo = 28 mm ϕ respectivamente. No se dispusieron los tubos de reacción en la parte con forma redonda con el diámetro de la parte central = 500 mm en la carcasa.

5 Se proporcionaron las placas deflectoras a intervalos iguales en el orden de las placas deflectoras circulares 6a-6b-6a y las razones de abertura respectivas de las placas deflectoras fueron del 18 %. Además, las placas 6a deflectoras tenían diámetros de la parte de abertura = 1.480 mm ϕ , y la placa deflectora 6b tenía el diámetro interno = 3.170 mm ϕ .

10 Además, tal como se disponen en la carcasa en la figura 1, el número de los tubos de reacción 1a fue de 1.534, el de los tubos de reacción 1c fue de 1.740 y el resto fueron los tubos de reacción 1b.

Como el medio de calentamiento Hm, se usó una sal fundida Niter que era una mezcla de nitratos, y se suministró desde el lado inferior de la carcasa 2.

15 Como temperatura de reacción, se usó la temperatura de Niter que se suministró a la carcasa 2, medida mediante el termómetro 14. Además, se controló el caudal de Niter de manera que la diferencia de temperatura entre la salida y la entrada de la carcasa 2 fue de 4 °C.

20 En los tubos de reacción respectivos, se empaquetaron 1,5 l del catalizador (A), se suministró gas de material de partida Rg con una concentración de propileno del 9 % en volumen desde una parte inferior del reactor a una presión manométrica de 75 kPa.

25 En los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, se insertaron los termómetros 11 que tenían 10 puntos de medición en la dirección de cada eje de tubo, para medir la distribución de temperatura. En cada zona de los tubos de reacción 1a, 1b y 1c, se insertaron dos termómetros (seis en total).

30 Con el fin de detectar las temperaturas máximas de los tubos de reacción respectivos con exactitud, se proporcionaron los puntos de medición de los termómetros 11 respectivamente a intervalos de 250 mm desde el orificio de entrada de los tubos de reacción hasta posición de 1.500 mm, y a intervalos de 400 mm en la posición más allá de 1.500 mm. Se registraron las temperaturas máximas de los tubos mediante el uso de tales termómetros 11.

35 Cuando se fijó la temperatura del medio de calentamiento Hm para que fuera de 331 °C, los valores promedio de las temperaturas máximas de los tubos de reacción respectivos fueron de 410 °C en los tubos de reacción 1a, de 390 °C en los tubos 1b de reacción y de 390 °C en los tubos de reacción 1c. Además, en tal caso, se encontró que la conversión de propileno fue del 97 %, y que el rendimiento fue del 92 %.

Ejemplo 2

40 Mediante el uso del mismo reactor que en el ejemplo 1, se suministró gas que contiene oxígeno molecular (concentración de oxígeno: 15 % en volumen) a una razón del 35 % en volumen y se hizo reaccionar con el gas de salida del reactor en el ejemplo 1, para producir ácido acrílico.

45 En los tubos de reacción respectivos, se empaquetaron 1,2 l del catalizador (B). Además, se llevó a cabo la reacción de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que se ajustó la temperatura del medio de calentamiento Hm a 275 °C.

50 Los valores promedio de las temperaturas máximas de los tubos de reacción respectivos fueron de 330 °C en el tubo de reacción 1a, de 300 °C en los tubos de reacción 1b y de 300 °C en los tubos de reacción 1c. Además, en tal caso, se encontró que la conversión de la reacción fue del 99 %, y que el rendimiento fue del 90,5 % mediante el cálculo basándose en el propileno.

Ejemplo 3

55 Se usó el mismo reactor que en el ejemplo 1, y se mezclaron el catalizador (A) y anillo inerte obtenido mediante el moldeo de un material inerte (alúmina), a 1:1 y se empaquetaron en los tubos de reacción desde sus entradas hasta la posición de 1.500 mm. En el resto de los 1.800 mm en los tubos de reacción, sólo se empaquetó el catalizador (A), y en los 200 mm residuales, se empaquetaron bolas de aluminio inertes para la presente reacción.

60 Además, se llevó a cabo la reacción de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto que se ajustó la temperatura del medio de calentamiento Hm a 335 °C. Como termómetros que van a usarse para la medición de las capas de catalizador en los tubos de reacción, se usaron unos que tenían 15 puntos de medición, y se llevó a cabo la medición a intervalos de 200 mm.

65 Se midió la distribución de temperatura de las capas de catalizador respectivas, y se encontró que las capas de catalizador tenían dos temperaturas máximas.

5 Cuando se muestran como la temperatura máxima primaria y la temperatura máxima secundaria desde las entradas de los tubos de reacción, en cuanto a los valores promedio respectivos, en los tubos de reacción 1a, la temperatura máxima primaria fue de 393 °C y la temperatura máxima secundaria fue de 345 °C, en los tubos de reacción 1b, la temperatura máxima primaria fue de 370 °C y la temperatura máxima secundaria fue de 350 °C, y en los tubos de reacción 1c, la temperatura máxima primaria fue de 365 °C y la temperatura máxima secundaria fue de 380 °C.

10 En comparación con un caso en el que no se diluyó el catalizador, la temperatura del medio de calentamiento Hm fue superior en 4 °C. Sin embargo, las temperaturas máximas respectivas en las capas de catalizador fueron inferiores en desde 10 hasta 20 °C, incluso cuando se compararon las superiores. Por tanto, el resultado muestra que puede esperarse una prolongación en la vida útil del catalizador y un funcionamiento constante.

15 Además, se encontró que el rendimiento total de acroleína y ácido acrílico obtenidos a partir de propileno era del 92,5 %.

Ejemplo 1 comparativo

20 Se llevó a cabo la reacción de la misma manera que en el ejemplo 2 excepto que no se insertaron termómetros en los tubos de reacción 1a y 1c, sino que se insertaron los mismos termómetros que en el ejemplo 1 en los tubos 1b de reacción conectados a todas las placas deflectoras y que tenían una buena eficacia de eliminación de calor.

25 Con el fin de que la conversión de acroleína se llevara desde el 99 % hasta el 99,5 %, se cambió la temperatura de entrada del medio de calentamiento Hm desde 275 hasta 280 °C, mediante lo que el valor máximo en la distribución de la temperatura de las capas de catalizador en los tubos de reacción 1b llegó a ser de 310 °C.

30 Mediante el análisis del gas producto de reacción, se midió la conversión de acroleína, mediante lo que se encontró que la tasa de conversión disminuía hasta el 97,9 %. Tras esto, se continuó con la operación, mediante lo que la conversión disminuyó gradualmente. Por tanto, la temperatura de entrada del medio de calentamiento Hm se elevó adicionalmente en de 2 °C a 282 °C, mediante lo que la conversión de acroleína disminuyó adicionalmente.

35 Cuando la conversión de acroleína disminuyó hasta el 95 %, se suspendió la reacción para comprobar el catalizador en los tubos de reacción. No se observó ninguna anomalía en el catalizador en los tubos de reacción 1b y 1c. Sin embargo, entre los tubos de reacción 1a, se encontró que particularmente el catalizador en aproximadamente 350 tubos de reacción 1a dispuestos en las proximidades del centro del reactor, se había deteriorado de manera notable y había cambiado de forma y había perdido su capacidad catalítica. El catalizador presumiblemente se expuso a una temperatura alta de al menos 400 °C.

Aplicabilidad industrial

40 En un procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor empleando un reactor multitubular, según la presente invención, se mide la temperatura interior de los tubos de reacción que tienen un catalizador empaquetado, dispuestos en la carcasa del reactor, y basándose en esta temperatura, se controlan la temperatura y el caudal de un medio de calentamiento introducido en la carcasa, mediante lo que en la producción de ácido (met)acrílico o similar a partir de propileno o isobutileno puede evitarse una reacción incontrolada o deterioro temprano del catalizador, y se hace posible producirlo de manera constante en alto rendimiento durante un largo periodo de tiempo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para oxidación catalítica en fase de vapor en el que se introduce gas de material de partida para su oxidación en tubos de reacción de un reactor multitubular que está equipado con, cuando se dispone dentro de la carcasa del reactor, una pluralidad de tubos de reacción que tienen un catalizador empaquetado en los mismos y una pluralidad de placas deflectoras para cambiar el sentido del flujo de un medio de calentamiento introducido en la carcasa, caracterizado porque se miden la temperatura del catalizador empaquetado en un tubo de reacción que no está conectado con al menos una placa deflectora, y la temperatura del catalizador empaquetado en un tubo de reacción que está conectado con todas las placas deflectoras.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la temperatura o el caudal del medio de calentamiento que va a introducirse en la carcasa se controla basándose en la temperatura medida del catalizador.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la temperatura del catalizador se mide en de 2 a 20 puntos en la dirección del eje del tubo de reacción.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la temperatura del catalizador se mide usando un termopar multipunto.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el sentido del flujo del gas de material de partida, que fluye en los tubos de reacción, y el sentido de un flujo macroscópico del medio de calentamiento que fluye en la carcasa, son el mismo sentido.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que una pluralidad de capas de catalizador, que tienen actividades diferentes, están empaquetadas en los tubos de reacción.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el gas de material de partida contiene propileno, isobutileno o (met)acroleína, como material que va a oxidarse.

Fig. 1

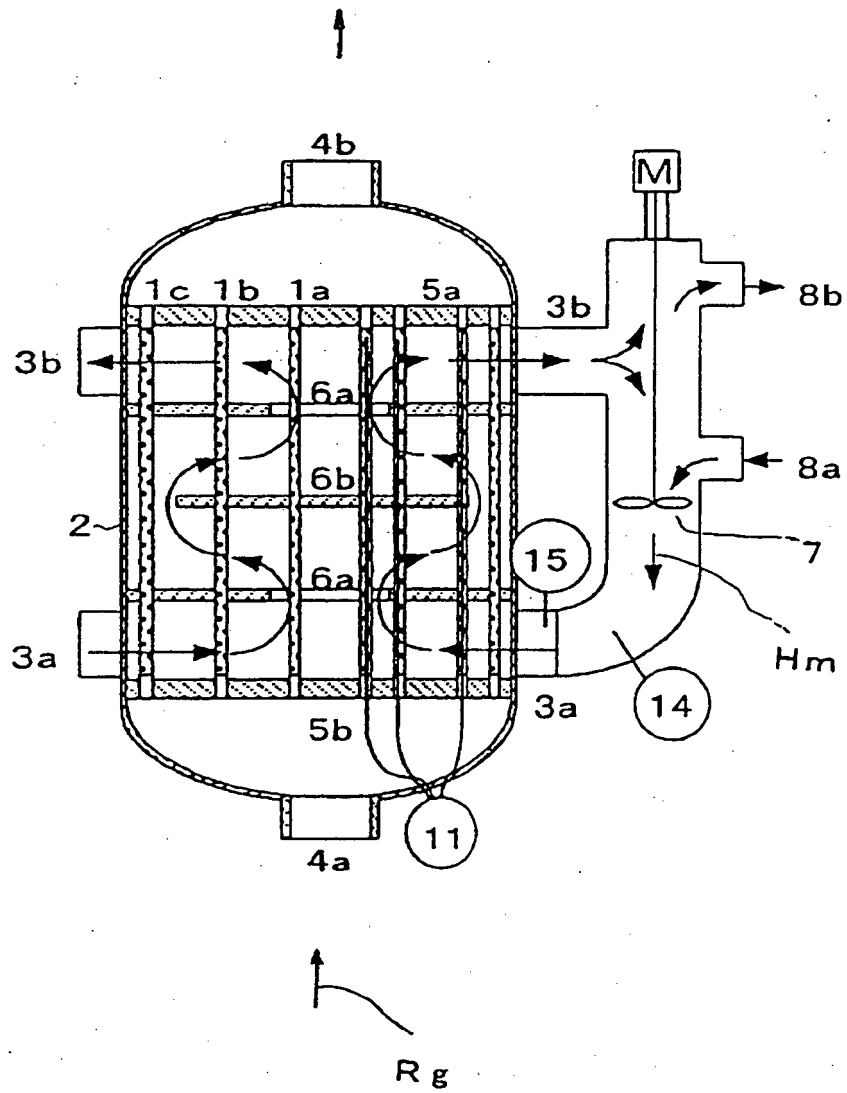


Fig. 2

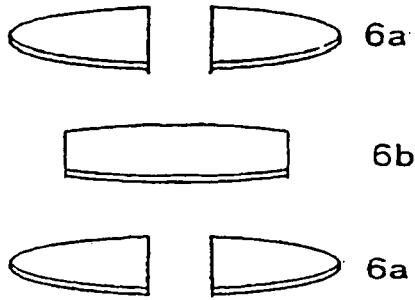


Fig. 3

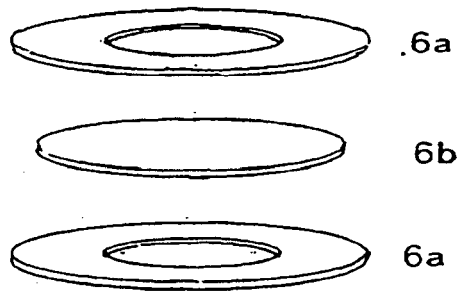


Fig. 4

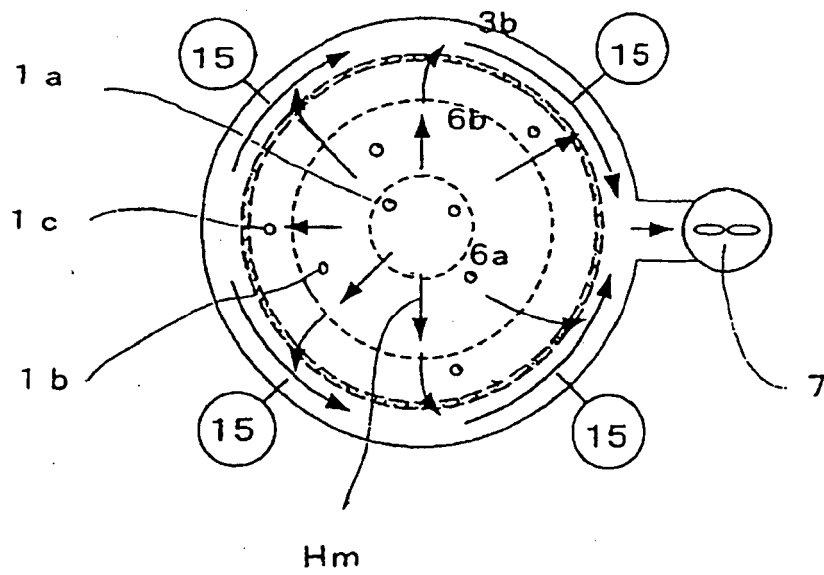


Fig. 5

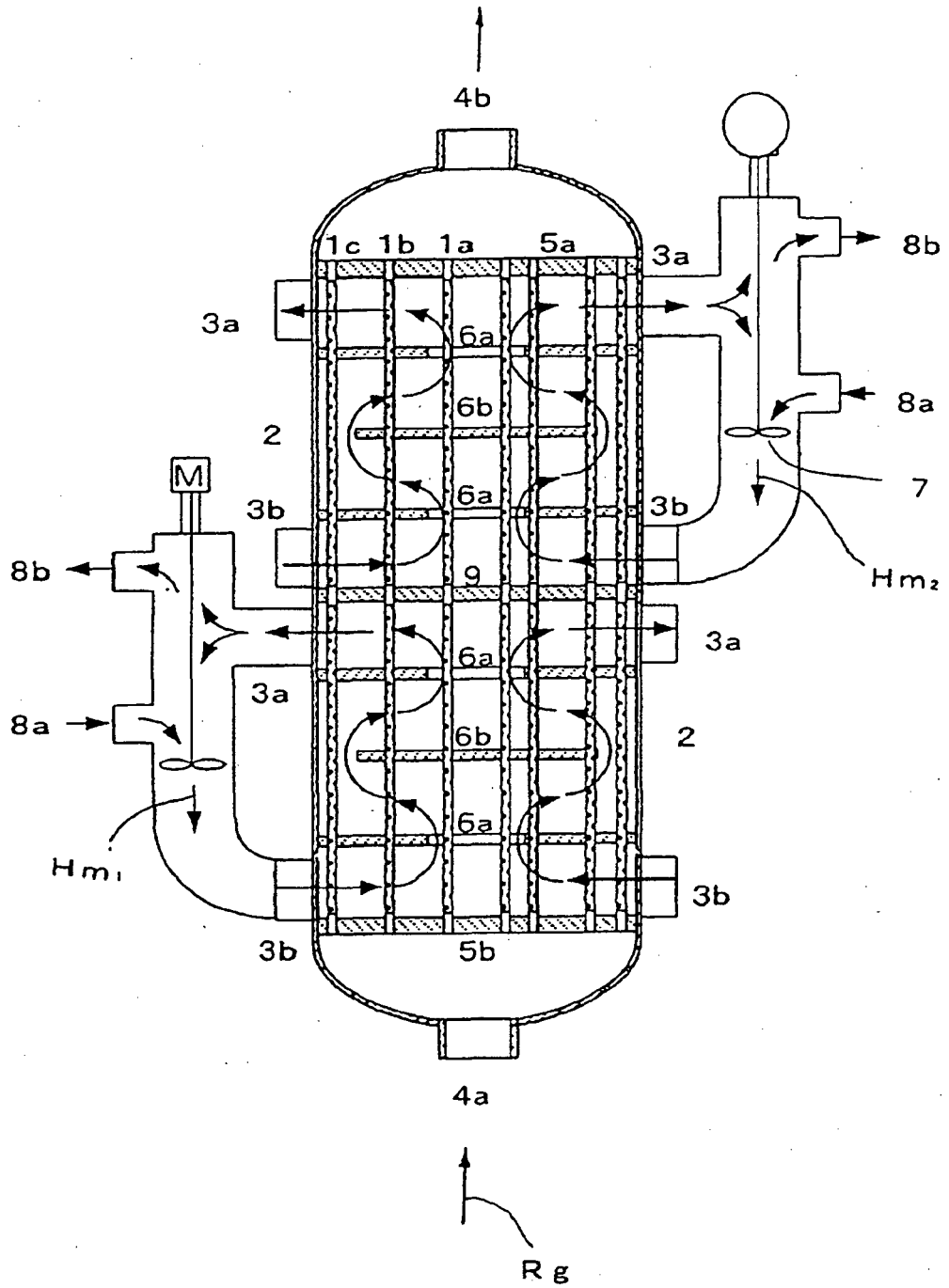


Fig. 6

