



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0802625-4 B1

(22) Data do Depósito: 03/04/2008

(45) Data de Concessão: 04/04/2017



(54) Título: MÉTODO PARA PREPARAR ALDEÍDO NÃO-SATURADO E/OU ÁCIDO GRAXO NÃO-SATURADO USANDO REATOR DE OXIDAÇÃO PARCIAL CATALÍTICA DE LEITO FIXO

(51) Int.Cl.: C07C 51/21

(30) Prioridade Unionista: 03/04/2007 KR 10-2007-0032800

(73) Titular(es): LG CHEM, LTD.

(72) Inventor(es): JUN-SEOK KO; KYOUNG-SU HA; SUNG-KYOO PARK; SUNG-SOO PARK; SE-WON BAEK; DONG-HYUN WOO; SEONG-JIN KIM

“MÉTODO PARA PREPARAR ALDEÍDO NÃO-SATURADO E/OU ÁCIDO GRAXO NÃO-SATURADO USANDO REATOR DE OXIDAÇÃO PARCIAL CATALÍTICA DE LEITO FIXO”

CAMPO TÉCNICO

5 A presente invenção diz respeito a um método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados com alto rendimento em um modo estável.

Este pedido reivindica prioridade do pedido de patente coreano 10-2007-0032800 depositado em 3 de abril de 2007 no KIPO, cuja revelação está incorporada na sua totalidade neste documento por meio desta referência.

10 TÉCNICA ANTERIOR

Um processo para produzir aldeídos não-saturados e/ou ácidos não-saturados a partir de olefinas em fase gasosa usando um catalisador é um exemplo típico de oxidação catalítica em fase de vapor. Tipicamente, a oxidação catalítica em fase de vapor pode ser exemplificada por um processo para produzir (met)acroleína e/ou (ácido (met)acrílico pela oxidação de propileno ou propano, ou um processo para produzir (met)acroleína e/ou (ácido (met)acrílico pela oxidação de isobutileno, álcool-t-butilico ou éter metil-t-butilico.

Para executar a oxidação catalítica em fase de vapor, óxidos de multimetálicos de fase sólida são de uma maneira geral usados como um catalisador. Um composto óxido contendo molibdênio e bismuto ou molibdênio e vanádio, ou uma mistura dos mesmos, é de uma maneira geral usado como um catalisador no processo para produzir (met)acroleína e/ou (ácido (met)acrílico. Pelo menos um tipo de catalisador na forma de grânulo é carregado dentro de um tubo de reação, pelo menos um reagente e ar contendo oxigênio molecular como um agente oxidante, nitrogênio molecular como um gás inerte, ou matéria-prima contendo vapor de água fica em contato com o catalisador nos tubos de reação para executar oxidação em fase de vapor.

De uma maneira geral, propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butilico ou éter metil-t-butilico é submetido à oxidação catalítica em fase de vapor de duas etapas para formar (ácido (met)acrílico como um produto final. Mais particularmente, na zona de reação de primeira etapa, propileno ou coisa parecida é oxidado por oxigênio, gás inerte diluído, vapor de água e uma quantidade opcional de catalisador para formar (met)acroleína como um produto principal. Na zona de reação de segunda etapa, (met)acroleína obtida da etapa precedente é oxidada por oxigênio, gás inerte diluído, vapor de água e uma quantidade opcional de catalisador para formar (ácido (met)acrílico.

O catalisador usado na zona de reação de primeira etapa é um catalisador de oxidação baseado em molibdênio-bismuto (Mo-Bi), o qual oxida propileno ou coisa parecida para formar (met)acroleína como um produto principal. Adicionalmente, uma parte da (met)acroleína é adicionalmente oxidada no mesmo catalisador para formar (ácido

(met)acrílico parcialmente. O catalisador usado na zona de reação de segunda etapa é um catalisador de oxidação baseado em molibdênio-vanádio (Mo-V), o qual oxida gás misturado contendo (met)acroleína produzido na zona de reação de primeira etapa, particularmente (met)acroleína, para formar (ácido (met)acrílico como um produto principal.

5 Uma vez que a oxidação catalítica em fase de vapor para produzir (met)acroleína e/ou (ácido (met)acrílico é executada em alta temperatura (200 ~ 600°C) e é uma reação altamente exotérmica, fluido de transferência de calor tal como sal fundido é fornecido na superfície externa de tubos de reação para remover calor de reação, pelo qual a temperatura de reação no tubo de reação é mantida em uma temperatura predeterminada.

10 Reatores para executar o processo mencionado anteriormente são concretizados de uma tal maneira que cada uma das duas etapas indicadas anteriormente é implementada em um sistema ou em dois sistemas diferentes. Adicionalmente, a zona de reação de primeira etapa para produzir (met)acroleína pela oxidação de propileno ou coisa parecida pode ser dividida em duas ou mais zonas de reação, tal como descrito na patente coreana 10-15 0450234.

No processo para produzir aldeído não-saturado e/ou ácido graxo não-saturado a partir de propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butilico ou éter metil-t-butilico (referidos como 'propileno ou coisa parecida' em seguida) de fase gasosa, comportamentos anormais podem ocorrer na partida por causa da alta reatividade do propileno ou coisa parecida. Tais comportamentos anormais que deterioram o catalisador incluem elevação excessiva de temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador por causa da reação explosiva de acordo com a composição de material, reação excessiva por causa da alta temperatura de reação, ou elevação excessiva de temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador, o que é gerado pelo alto calor de reação.

-25 Adicionalmente, no caso de produzir (met)acroleína e/ou (ácido (met)acrílico pela alimentação de propileno ou coisa parecida em uma alta velocidade espacial e alta concentração, a carga de conversão na camada de catalisador é aumentada, resultando na elevação excessiva da temperatura de pontos quentes nas camadas de catalisador. Portanto, ocorre acúmulo de calor nas adjacências dos pontos quentes, o que causa vários problemas tais como perda de ingredientes ativos da camada de catalisador e redução no número de 30 sítios ativos causadas pela sinterização de componentes metálicos, resultando em degradação na qualidade da camada de catalisador.

REVELAÇÃO

Problema Técnico

35 Desta maneira, a presente invenção fornece um método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida, o qual impede a perda de atividade catalítica por causa de acúmulo de calor excessivo ou

formação de ponto quente nas camadas de catalisador, a fim de aumentar o rendimento do produto desejado.

Solução Técnica

5 Desta maneira, a presente invenção fornece um método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida, no qual a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida é dividida em duas zonas de reação formando seqüencialmente as primeira e se-
10 gunda zonas de reação a partir da entrada de gás, cada zona de reação sendo carregada com catalisadores, e depois da iniciação de reação, a temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador é controlada de uma tal maneira que a temperatura de pontos quen-
15 tes se torna mais alta em camada de catalisador da segunda zona de reação do que na primeira zona de reação, pelo menos durante um período de partida.

Efeitos Vantajosos

15 De acordo com a presente invenção, o método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados é executado para impedir elevação excessiva de temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador, o que ocorre na partida, e para produzir aldeídos e/ou ácidos graxos não-saturados com alto rendimento em um modo estável.

DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

20 A figura 1 é uma vista esquemática mostrando a estrutura de um reator trocador de calor de casco e tubo;

 A figura 2 é uma vista esquemática mostrando a estrutura de um tubo de reação carregado com catalisadores no reator de casco e tubo de acordo com exemplos e exemplos comparativos;

25 A figura 3 é um diagrama mostrando a mudança na seletividade de acordo com partidas de exemplos e de exemplos comparativos; e

 A figura 4 é um diagrama mostrando a mudança no rendimento de acordo com partidas de exemplos e de exemplos comparativos.

Melhor Modo

30 Em seguida, a presente invenção será descrita detalhadamente como se segue.

 A presente invenção fornece um método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida, no qual a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida é dividida em duas zonas de reação formando seqüencialmente as primeira e segunda zonas de re-
35 ação a partir da entrada de gás, cada zona de reação sendo carregada com catalisadores, e depois da iniciação de reação, a temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador é controlada de uma tal maneira que a temperatura de pontos quentes se torna mais alta em

camada de catalisador da segunda zona de reação do que na primeira zona de reação durante um período de partida, impedindo assim reação anormal na partida e deterioração de camadas de catalisador.

5 Tal como usado neste documento, a expressão “propileno ou coisa parecida” se refere a propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butilico, éter metil-t-butilico ou coisa parecida.

Tal como usado neste documento, a expressão “ponto quente” se refere a uma temperatura de pico que é gerada em uma camada de catalisador do tubo de reação em cada zona de reação.

10 Na presente invenção, a temperatura de reação em cada zona de reação deve ser controlada de forma independente.

No método para preparar aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados de acordo com a presente invenção, a temperatura de pontos quentes em cada zona de reação pode ser controlada pelo controle da temperatura de reação em cada zona de reação.

15 Uma vez que a temperatura de reação é determinada pela temperatura do meio de transferência de calor, o qual circula na superfície externa do tubo de reação para absorver o calor de reação gerado no tubo de reação, ela pode corresponder à temperatura do meio de transferência de calor.

20 Exemplos do meio de transferência de calor incluem meios altamente viscosos, por exemplo, sal fundido. Exemplos do sal fundido podem incluir uma mistura de nitrato de potássio e nitrito de sódio, mas não são limitados a estes. Outros exemplos do meio de transferência de calor podem incluir óleo sintético, éter difenilico, polifenil, derivados de naftaleno e mercúrio.

25 Em geral, no processo para produzir aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados, o reator é dividido em duas zonas de reação, incluindo uma zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida e uma zona de reação para produzir ácidos graxos não-saturados pela oxidação dos aldeídos não-saturados, pelo que oxidação de duas etapas é executada.

30 Na zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida, uma pequena quantidade de ácido graxo não-saturado pode ser produzida além do aldeído não-saturado como um produto principal. Para conveniência, a zona de reação está descrita neste documento como uma zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida.

35 Entretanto, a presente invenção é caracterizada em que a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida é dividida em duas zonas de reação, formando seqüencialmente as primeira e segunda zonas de reação a partir da entrada de gás, e a temperatura de pontos quentes na camada de catalisador de

cada zona de reação é controlada.

Depois do carregamento do reator com catalisadores e da partida, matérias-primas são alimentadas para a entrada do tubo de reação, e seqüencialmente entram em contato com cada catalisador. Subseqüentemente, a oxidação prossegue, resultando na conversão de propileno ou coisa parecida em produtos tais como aldeído não-saturado e/ou ácido graxo não-saturado. Portanto, uma vez que a concentração de propileno ou coisa parecida envolvida na reação é relativamente alta e a quantidade de oxigênio é suficiente para a reação vigorosa na entrada do tubo de reação do que em outras zonas de reação, é mais importante controlar a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados a partir de propileno ou coisa parecida.

Particularmente, no caso onde a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida é dividida em duas zonas de reação, formando seqüencialmente as primeira e segunda zonas de reação a partir da entrada, a temperatura de reação da primeira zona de reação é de uma maneira geral 5 ~ 20°C menor do que aquela da segunda zona de reação. Entretanto, no caso onde a velocidade espacial do propileno ou coisa parecida é de 100 h⁻¹ ou mais, a temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador é mais alta na primeira zona de reação do que na segunda zona de reação. Tal como descrito anteriormente, uma vez que a concentração de propileno ou coisa parecida é mais alta na primeira zona de reação do que na segunda zona de reação, 50% ~ 80% de propileno ou coisa parecida do gás de alimentação é convertido em reagente mesmo em uma baixa temperatura de reação para gerar uma grande quantidade de calor, acúmulo de calor ocorre para aumentar a temperatura de ponto quente, e a atividade catalítica no tubo de reação total pode ser parcialmente deteriorada.

Uma vez que a reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida é executada na primeira zona de reação por 50% ~ 80%, a concentração do gás de alimentação tal como propileno ou coisa parecida é relativamente baixa e a reação não é executada rapidamente na segunda zona de reação. Adicionalmente, uma vez que a temperatura elevada de pontos quentes na camada de catalisador não diminui prontamente, ela causa vários problemas tais como sinterização e perda de ingredientes ativos da camada de catalisador, resultando na perda de atividade catalítica. A temperatura elevada de pontos quentes na camada de catalisador não diminui prontamente durante o período de partida, o que causa uma diminuição no rendimento de produtos.

A fim de resolver os problemas citados anteriormente, depois de o reator ser carregado com catalisadores, a temperatura de pontos quentes é controlada de uma tal maneira que a temperatura de pontos quentes se torna mais alta na camada de catalisador da segunda zona de reação do que aquela da primeira zona de reação na partida.

Durante o período de partida e depois de completar a partida, a diferença em tem-

peratura de ponto quente entre a primeira zona de reação e a segunda zona de reação é preferivelmente controlada dentro de uma faixa de 20°C.

Adicionalmente, o processo para produzir aldeído não-saturado e/ou ácido graxo não-saturado a partir de propileno ou coisa parecida da presente invenção é preferivelmente executado em um reator trocador de calor de casco e tubo.

Uma vista esquemática do reator trocador de calor de casco e tubo está mostrada na figura 1 seguinte. Tal como mostrado na figura 1, a zona de reação de primeira etapa representa a zona de reação para produzir aldeídos não-saturados pela oxidação de propileno ou coisa parecida, e a zona de reação de segunda etapa representa a zona de reação para produzir ácidos graxos não-saturados pela oxidação de aldeído não-saturado. Adicionalmente, a zona de reação de primeira etapa é dividida em duas zonas de reação, onde a temperatura do meio de transferência de calor pode ser controlada, respectivamente.

O período de partida é de uma maneira geral dentro de 30 dias, preferivelmente 3 a 10 dias, e tal como usado neste documento, o período de partida se refere a um período de tempo em que a velocidade espacial do propileno ou coisa parecida alcança 100 h⁻¹ ou mais.

A fim de resolver vários problemas que podem ocorrer na primeira zona de reação na partida, o método descrito no pedido de patente coreano 10-2006-0023143 é executado como se segue. Depois de o reator ser carregado com os catalisadores, o método da presente invenção é executado enquanto que a composição do gás misturado de alimentação e a temperatura de reação são gradualmente controladas por um período predeterminado durante a partida, produzindo assim aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados com alto rendimento em um modo estável. Além do mais, mesmo usando propileno ou coisa parecida em uma alta velocidade espacial e alta concentração, o processo para produzir aldeídos não-saturados e/ou ácidos graxos não-saturados pode ser operado de forma estável.

Adicionalmente, é preferível que aldeído não-saturado e ácido graxo não-saturado produzidos de acordo com a presente invenção sejam (met)acroleína e (ácido (met)acrílico, respectivamente, mas não são limitados a estes.

MODOS DA INVENÇÃO

Em seguida, os exemplos preferidos são fornecidos para melhor entendimento. Entretanto, estes exemplos são somente para propósito ilustrativo, e a invenção não é pretendida para ser limitada por estes exemplos.

Exemplo 1

Tal como ilustrado na figura 2, o seguinte experimento foi executado em um reator piloto, no qual a zona de reação de primeira etapa para produzir aldeídos não-saturados e a zona de reação de segunda etapa para produzir ácidos graxos não-saturados foram fornecidas. O tubo de reação teve um diâmetro interno de 26 mm e uma espessura de parede de 2

mm. Um tubo de proteção de meio de transferência de calor foi instalado no tubo de reação, e teve um diâmetro externo de 1/8 de polegada (3,17 mm), no qual o meio de transferência de calor foi colocado para medir a temperatura do reator total. Os números de referência 11 e 12 indicam a zona de reação de primeira etapa para produzir aldeídos não-saturados. O número de referência 11 indica uma primeira zona de reação, e HTS1 indica sal fundido circulando na parede externa do tubo de reação na primeira zona de reação. O número de referência 12 indica uma segunda zona de reação, e HTS2 indica sal fundido circulando na parede externa do tubo de reação na segunda zona de reação. O número de referência 21 indica a zona de reação de segunda etapa para produzir ácidos graxos não-saturados, e HTS3 indica sal fundido circulando na parede externa do tubo de reação. As zonas de reações 11, 12 e 21 foram equipadas para controlar a temperatura dos sais fundidos de forma independente. Matérias-primas foram alimentadas pelo fundo 1 do reator, e produtos foram descarregados pelo topo 3 do reator. O tubo de reação foi carregado com catalisadores, seqüencialmente 200 mm da camada de material inativo 13, 1.550 mm do LGC1 14, 150 mm da camada de material inativo 15 e 1.450 mm do LGC2 16 a partir da entrada. Como um material catalisador de primeira etapa, o LGC1 e o LGC2 eram camadas de catalisador de oxidação de primeira etapa baseadas em molibdênio (Mo) e bismuto (Bi), e a preparação dos mesmos está descrita na patente coreana 0349602. Adicionalmente, LGC1 e LGC2 tiveram diferentes atividades catalíticas, e o método de controlar as atividades catalíticas está descrito no pedido de patente coreano 10-2005-0067069. Seguente à camada de LGC2, 500 mm de material inativo misturado e 15% de LGC4 foram enchidos em 22. 800 mm de LGC3 foram enchidos em 23 e 1.900 mm de LGC4 foram enchidos em 25. O LGC3 e o LGC4 eram materiais catalisadores de segunda etapa, e a preparação dos mesmos está descrita na patente coreana 0378018 (pedido de patente coreano 10-1998-0054814).

Depois de o reator ser carregado com os catalisadores, um gás de alimentação incluindo 7,5% em volume de propileno, 13,8% em volume de oxigênio, 7% em volume de vapor de água e porcentagem residual em volume de nitrogênio molecular e gás inerte foi introduzido durante 7 dias de período de partida, e então a velocidade espacial final do propileno foi de $112,5 \text{ h}^{-1}$. A temperatura de ponto quente e o rendimento de acordo com mudanças na temperatura de reação do reator para 8 semanas estão mostrados na Tabela 1, na qual o rendimento de ácido acrílico foi de 86,5% em 8 semanas depois da partida, foi permitido que a temperatura de ponto quente fosse mais alta na segunda zona de reação do que na primeira zona de reação até 5 semanas, e então a diferença na temperatura de ponto quente entre a primeira zona de reação e a segunda zona de reação ficou em cerca de 5°C . Nos experimentos descritos nos exemplos a seguir e exemplos comparativos, a temperatura de reação foi controlada de maneira que a taxa de conversão de propileno alcançou 97,5% ~ 98,0% na zona de reação de primeira etapa para produzir aldeídos não-saturados,

e a temperatura do HTS3 foi controlada de maneira que o volume de acroleína, não reagida na saída do reator, se tornou 1,0% ~ 1,5% em volume na zona de reação de segunda etapa para produzir ácidos graxos não-saturados.

Os resultados estão mostrados na Tabela 1 seguinte.

5

Tabela 1

Período (semana)	1	2	3	4	5	6	7	8
HTS1 (°C)	295,0	296,0	296,0	297,0	297,0	298,0	298,0	299,0
HTS2 (°C)	323,0	325,0	324,0	323,0	323,0	322,0	322,0	321,0
Ponto quente 1 (°C)	361,0	362,0	364,5	366,8	366,4	367,3	366,9	367,1
Ponto quente 2 (°C)	374,3	372,1	370,3	368,2	367,2	365,0	364,7	363,2
Seletividade (%)	89,8	90,9	90,8	91,1	91,3	91,5	91,4	91,6
Rendimento (%)	84,5	85,5	85,6	85,9	86,1	86,3	86,3	86,5

HTS: Sal de Transferência de Calor.

Ponto quente 1: temperatura de ponto quente na primeira zona de reação.

Ponto quente 2: temperatura de ponto quente na segunda zona de reação.

10 Taxa de conversão (%): $[\text{número mol de propileno reagido} / \text{número mol de propileno fornecido}] \times 100$

Seletividade (%): $[(\text{número mol de acroleína} + \text{número mol de ácido acrílico}) / \text{número mol de propileno fornecido}] \times 100$

Rendimento (%): $[\text{número mol de ácido acrílico} / \text{número mol de propileno fornecido}] \times 100$

15

Exemplo 2

O experimento foi executado no mesmo reator tal como no Exemplo 1, e os catalisadores e a constituição das camadas de catalisador foram os mesmos tal qual no Exemplo 1. A partida foi executada por 24 horas, e então a velocidade espacial final do propileno foi de $112,5 \text{ h}^{-1}$. A temperatura de ponto quente e o rendimento de acordo com mudanças na temperatura de reação do reator para 8 semanas estão mostrados na Tabela 2, na qual o rendimento de ácido acrílico foi de 85,4% em 8 semanas depois da partida, foi permitido que a temperatura de ponto quente fosse mais alta na segunda zona de reação do que na primeira zona de reação até 5 semanas, e então a diferença em temperatura de ponto quente entre a primeira zona de reação e a segunda zona de reação ficou em de cerca de 5°C .

20

Os resultados estão mostrados na Tabela 2 seguinte.

Tabela 2

Período (semana)	1	2	3	4	5	6	7	8
HTS1 (°C)	293,0	294,0	294,0	295,0	295,0	296,0	296,0	297,0
HTS2 (°C)	321,0	323,0	322,0	321,0	321,0	320,0	320,0	320,0
Ponto quente 1 (°C)	364,0	364,2	363,5	364,1	364,2	366,3	365,8	366,8
Ponto quente 2 (°C)	375,3	372,1	370,3	368,2	367,2	365,0	364,7	363,2
Seletividade (%)	89,4	89,9	90,0	90,2	90,5	90,8	90,7	90,7
Rendimento (%)	84,5	84,7	84,9	85,1	85,3	85,5	85,4	85,4

Exemplo Comparativo 1

O experimento foi executado no mesmo reator tal como no Exemplo 1, e os catalisadores e a constituição de camadas de catalisador foram os mesmos tal como no Exemplo 1. A partida foi executada por 7 dias, e então a velocidade espacial final do propileno foi de 112,5 h⁻¹. A temperatura de ponto quente e o rendimento de acordo com mudanças na temperatura de reação do reator para 8 semanas estão mostrados na Tabela 4, na qual o rendimento de ácido acrílico foi de 85,3% em 8 semanas depois da partida, foi permitido que a temperatura de ponto quente fosse 10 ~ 15°C mais alta na primeira zona de reação do que na segunda zona de reação depois da partida.

Os resultados estão mostrados na Tabela 3 seguinte.

Tabela 3

Período (semana)	1	2	3	4	5	6	7	8
HTS1 (°C)	300,0	300,0	300,0	301,0	301,0	302,0	302,0	303,0
HTS2 (°C)	315,0	315,0	315,0	317,0	317,0	319,0	320,0	320,0
Ponto quente 1 (°C)	368,3	368,1	367,8	368,5	368,3	368,5	369,2	369,8
Ponto quente 2 (°C)	357,1	356,9	356,8	358,4	358,2	359,2	359,6	359,4
Seletividade (%)	89,3	89,7	89,8	90,0	90,2	90,4	90,3	90,4
Rendimento (%)	84,2	84,5	84,7	84,9	85,1	85,2	85,2	85,3

Exemplo Comparativo 2

O experimento foi executado no mesmo reator tal como no Exemplo 1, e os catalisadores e a constituição de camadas de catalisador foram os mesmos tal como no Exemplo 1. A partida foi executada por 24 horas, e então a velocidade espacial final do propileno foi de $112,5 \text{ h}^{-1}$. A temperatura de ponto quente e o rendimento de acordo com mudanças na temperatura de reação do reator para 8 semanas estão mostrados na tabela 3, na qual o rendimento de ácido acrílico foi de 84,3% em 8 semanas depois da partida, foi permitido que a temperatura de ponto quente fosse $10 \sim 15^\circ\text{C}$ mais alta na primeira zona de reação do que na segunda zona de reação depois da partida.

Os resultados estão mostrados na Tabela 4 seguinte.

Tabela 4

Período (semana)	1	2	3	4	5	6	7	8
HTS1 ($^\circ\text{C}$)	300,0	300,0	300,0	301,0	301,0	302,0	302,0	303,0
HTS2 ($^\circ\text{C}$)	315,0	315,0	315,0	317,0	317,0	319,0	320,0	320,0
Ponto quente 1 ($^\circ\text{C}$)	370,1	369,3	369,2	368,5	368,1	368,5	369,0	369,5
Ponto quente 2 ($^\circ\text{C}$)	356,1	355,8	355,6	356,7	356,4	357,4	357,6	357,2
Seletividade (%)	88,8	89,2	89,2	89,5	89,4	89,6	89,6	89,5
Rendimento (%)	83,5	84,0	84,1	84,2	84,2	84,3	84,4	84,3

Os resultados dos exemplos e dos exemplos comparativos estão resumidos nas figuras 3 e 4, as quais são gráficos mostrando as mudanças na seletividade e no rendimento de acordo com o método de partida e controle de ponto quente. Tal como mostrado nos desenhos, quando a taxa de fluxo de gás de alimentação e a temperatura de ponto quente foram controladas gradualmente tal como no Exemplo 1, foram encontrados a seletividade e o rendimento mais altos.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para preparar aldeídos não-saturados, ácidos graxos não-saturados, ou aldeídos não-saturados e ácidos graxos não-saturados a partir de propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butílico ou éter metil-t-butílico, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma zona de reação para produzir aldeídos não-saturados a partir de propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butílico ou éter metil-t-butílico é dividida em duas zonas de reação formando sequencialmente a primeira e a segunda zonas de reação a partir da entrada de gás, cada zona de reação sendo carregada com catalisadores, e depois da iniciação de reação, a temperatura de pontos quentes é controlada para ser mais alta em camada de catalisador da segunda zona de reação do que em camada de catalisador da primeira zona de reação pelo menos durante um período de partida.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a temperatura de pontos quentes em camadas de catalisador é controlada usando meio de transferência de calor tendo uma temperatura controlada, circulando na superfície externa de tubo de reação.

3. Método, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o meio de transferência de calor é selecionado do grupo consistindo de sal fundido, óleo sintético, éter difenílico, polifenil, derivados de naftaleno e mercúrio.

4. Método, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o sal fundido é uma mistura de nitrato de potássio e nitrito de sódio.

5. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o período de partida é dentro de 30 dias depois da iniciação de reação.

6. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o período de partida é um período de tempo em que a velocidade espacial do propano, propileno, isobutileno, álcool-t-butílico ou éter metil-t-butílico alcança 100 h^{-1} ou mais.

7. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a diferença na temperatura de ponto quente das camadas de catalisador entre a primeira zona de reação e a segunda zona de reação está dentro de uma faixa de 20°C .

8. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o processo de preparar aldeídos não-saturados, ácidos graxos não-saturados ou aldeídos não-saturados e ácidos graxos não-saturados é executado em um reator trocador de calor de casco e tubo.

9. Método, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aldeído não-saturado é (met)acroleína e o ácido graxo não-saturado é ácido (met)acrílico.

Figura 1

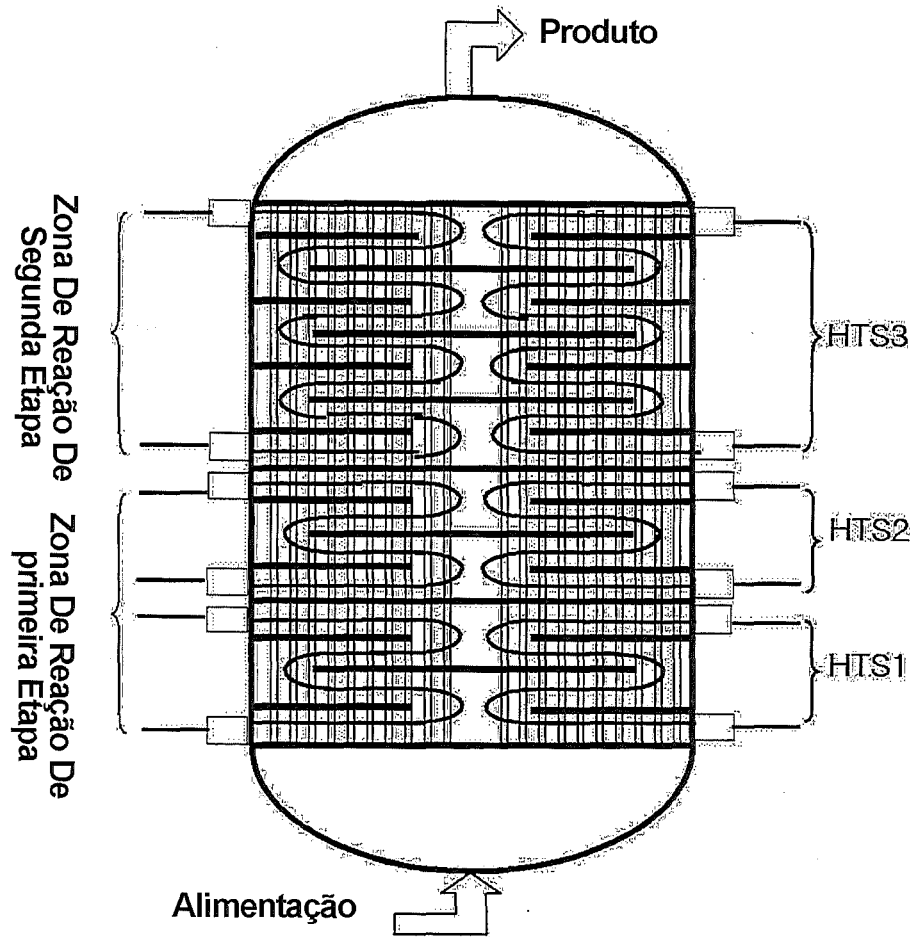


Figura 2

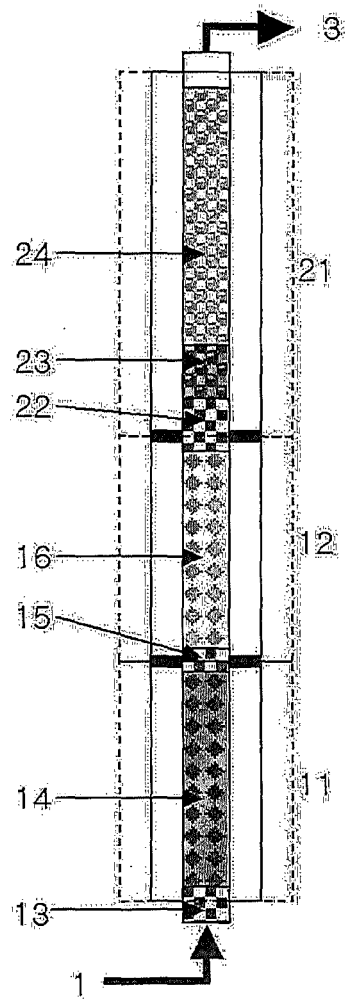
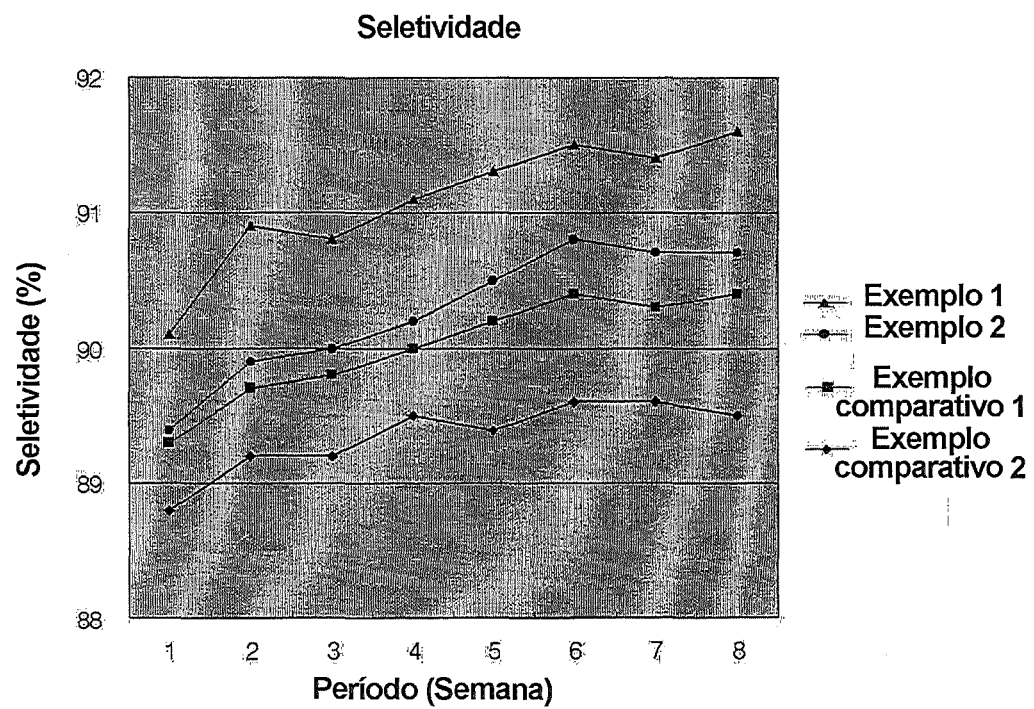
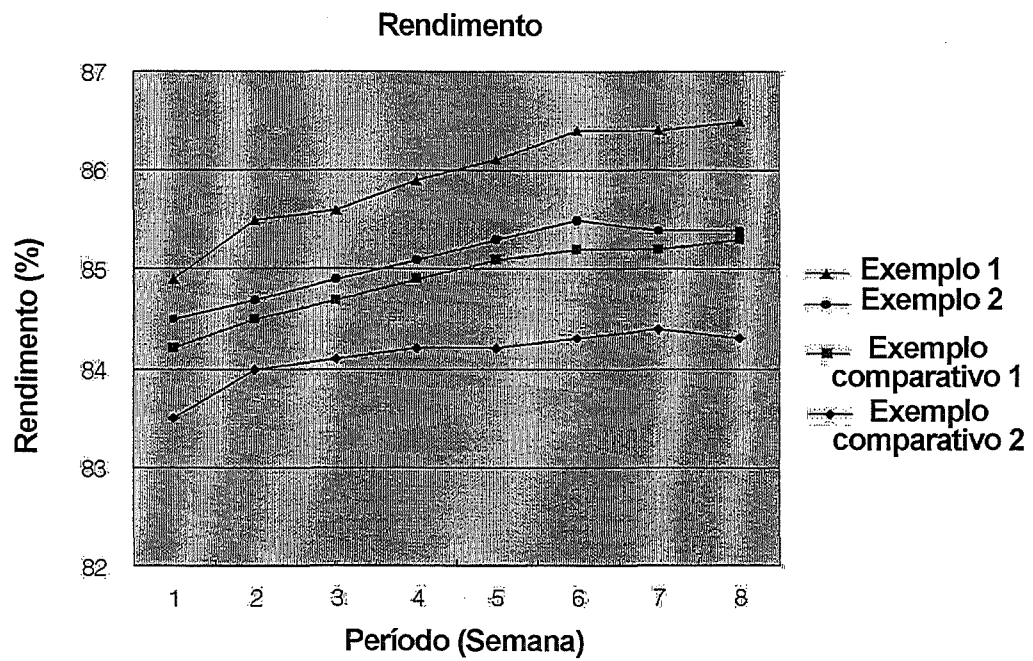


Figura 3



<Mudança Na Seletividade De Acordo Com Método De Partida>

Figura 4



<Mudança No Rendimento De Acordo Com Método De Partida>