(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 118647448 A
(43)申请公布日 2024.09.13

(21)申请号 202380022312.X
(22)申请日 2023.02.06
(30)优先权数据
2022-023451 2022.02.18 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2024.08.16
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2023/003847 2023.02.06
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2023/157699 JA 2023.08.24
(71)申请人 日本化药株式会社
地址 日本
(72)发明人 奥村成喜 河村智志 中泽佑太
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
专利代理师 胡嵩麟 王海川
(51)Int.Cl.
B01J 8/00(2006.01)
B01J 8/06(2006.01)
C07B 35/04(2006.01)
C07B 41/06(2006.01)
C07B 41/08(2006.01)

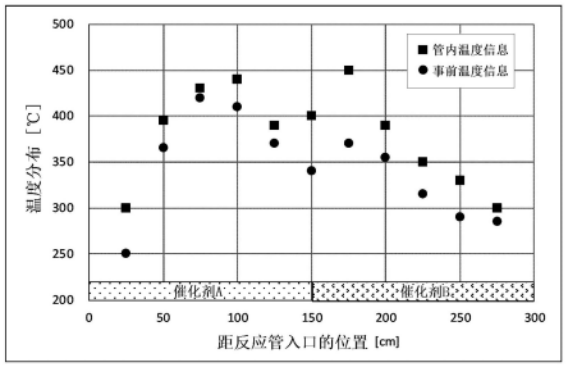
权利要求书2页 说明书10页 附图5页

(54)发明名称

支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法和装置

(57)摘要

一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯,其中,所述方法包含使计算机装置执行以下步骤:获取步骤,其中,获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息;以及输出步骤,其中,通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息。所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息。所述协助信息包含所述实际设备温度信息与不同于所述多管式反应器的反应器的管内温度信息的比较信息。



CN 118647448 A

1.一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯,其中,所述方法包含使计算机装置执行以下步骤:

获取步骤,其中,获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息;以及

输出步骤,其中,通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息,

所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息,

所述协助信息包含所述实际设备温度信息与不同于所述多管式反应器的反应器的管内温度信息的比较信息。

2.根据权利要求1所述的支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,其中,所述协助信息包含作为与反应管内的温度分布相关的信息的温度分布信息,

所述温度分布信息通过对所述实际设备温度信息进行统计处理而得到。

3.根据权利要求2所述的支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,其中,所述协助信息包含将所述实际设备温度信息与催化剂信息对应的信息,所述催化剂信息为与填充于反应管内的催化剂的种类和填充位置相关的信息。

4.一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯,其中,所述方法包含使计算机装置执行以下步骤:

获取步骤,其中,获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息;以及

输出步骤,其中,通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息,

所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息,

所述协助信息包含某一时刻的所述实际设备温度信息与另一时刻的所述实际设备温度信息的比较信息。

5.一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的装置,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯,其中,

所述装置具有获取部和输出部,

所述获取部被构成为获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息,

所述输出部被构成为通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息,

所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息,

所述协助信息包含所述实际设备温度信息与不同于所述多管式反应器的反应器的管

内温度信息的比较信息。

支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法和装置

技术领域

[0001] 本发明涉及支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法和装置。

背景技术

[0002] 专利文献1公开了固定床催化剂的寿命预测方法和寿命预测程序。像这样,一直以来利用使用了固定床催化剂的催化剂填充层内的温度分布进行例如预测催化剂寿命等。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2002-372507号公报

[0006] 非专利文献

[0007] 非专利文献1:R. B. Dean, W. J. Dixon, Analytical Chemistry, Vol. 23, No. 4, 第636～638页(1951)

发明内容

[0008] 发明所要解决的问题

[0009] 在具备几千～几万根反应管的反应器中,获取全部的反应管信息是不现实的,通常将一根～几根反应管的信息在不特别进行加工的情况下视为反应器整体的信息。但是,实际上有时反应管的状态局部地不同,考虑该局部的差异进行数据处理而掌握信息不仅在多管式反应器的运转时是重要的,在准备行为时(例如,催化剂的填充作业)也是重要的。

[0010] 制造不饱和醛、不饱和羧酸和共轭二烯的催化反应等通常为放热反应,通常在反应开始时的负载增加时或再循环气体切换时、从稳定反应变更设定值(入口气体摩尔比、负荷)时、反应停止时的负载减少时或再循环气体切换时、空气处理时,在确认催化剂层中的温度的同时适当调节反应浴温度条件。然而,以往对于从插入到反应管内的催化剂层的热电偶(以下有时也记载为温度传感器)得到的复杂且大量的温度信息,经常根据现场的作业人员的经验进行条件设定,经常分析结果和条件设定的方针不稳定、分析和设定需要时间。

[0011] 本发明的课题在于提供一种支持在多管式反应器的运转时或其准备行为时保持适当的温度状态的方法和装置,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛、不饱和羧酸或共轭二烯。

[0012] 用于解决问题的手段

[0013] 以下,列举用于解决上述课题的手段。

[0014] 1)一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯,其中,所述方法包含使计算机装置执行以下步骤:

[0015] 获取步骤,其中,获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息;以及

[0016] 输出步骤,其中,通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反

应器的运转或其准备行为的协助信息，

[0017] 所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息，

[0018] 所述协助信息包含所述实际设备温度信息与不同于所述多管式反应器的反应器的管内温度信息的比较信息。

[0019] 2)根据上述1)所述的支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法，其中，所述协助信息包含作为与反应管内的温度分布相关的信息的温度分布信息，

[0020] 所述温度分布信息通过对所述实际设备温度信息进行统计处理而得到。

[0021] 3)根据上述2)所述的支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法，其中，所述协助信息包含将所述实际设备温度信息和催化剂信息对应的信息，所述催化剂信息为与填充于反应管内的催化剂的种类和填充位置相关的信息。

[0022] 4)一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法，所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯，其中，所述方法包含使计算机装置执行以下步骤：

[0023] 获取步骤，其中，获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息；以及

[0024] 输出步骤，其中，通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息，

[0025] 所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息，

[0026] 所述协助信息包含某一时刻的所述实际设备温度信息与另一时刻的所述实际设备温度信息的比较信息。

[0027] 5)一种支持多管式反应器的运转或其准备行为的装置，所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛和不饱和羧酸中的至少一者或者通过氧化脱氢反应而制造共轭二烯，其中，

[0028] 所述装置具有获取部和输出部，

[0029] 所述获取部被构成为获取关于所述多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息，

[0030] 所述输出部被构成为通过对所述反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息，

[0031] 所述反应管信息包含所述氧化反应或所述氧化脱氢反应的开始时、结束时、稳定运转时、控制因子的设定变更时或空气处理时的与反应管内的温度相关的实际设备温度信息，

[0032] 所述协助信息包含所述实际设备温度信息与不同于所述多管式反应器的反应器的管内温度信息的比较信息。

[0033] 发明效果

[0034] 根据本发明，在多管式反应器(以下有时记载为实际设备)的运转或其准备行为

中,通过使反应器内的温度分布有效且迅速地视觉化,能够支持适当的温度状态的保持。特别是在反应开始时,能够在不经过复杂的工序的情况下有效地确定反应浴温度条件。

附图说明

[0035] 图1是表示实施方式的多管式反应器的平面示意图,并且是表示将该多管式反应器在空间上分割为3个区域的例子的图。

[0036] 图2是表示填充于1个反应管中的催化剂的层的示意图。

[0037] 图3是表示实施方式的方法的流程图的图。

[0038] 图4是表示向存在于反应器中的5根反应管中插入热电偶,在反应中的某个时刻,对于深度方向以一定的间隔测定温度分布而得到的表和舍弃一部分数据后的表的图。

[0039] 图5是将图4的5根反应管的热电偶数据作图为温度分布的图。

[0040] 图6是表示在舍弃图4中的一部分数据后经过统计处理而生成的温度分布的图。

[0041] 图7是表示事先进行的试验用反应器中的反应中的某一时刻的温度分布的图。

[0042] 图8是表示设备的反应器中的反应中的某一时刻的温度分布的图。

具体实施方式

[0043] 以下,参照附图对本发明的实施方式进行说明。本实施方式的方法为支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛、不饱和羧酸或共轭二烯。该方法包含使计算机装置执行以下步骤:获取步骤,其中,获取关于多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的包含管内温度信息的反应管信息;以及输出步骤,其中,通过对反应管信息进行统计处理而输出协助多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息。需要说明的是,管内温度信息是指由设置于各反应管中的温度传感器得到的温度信息。

[0044] 在本实施方式中使用的计算机装置是具备CPU(中央处理器)等微处理器、ROM(只读存储器)、RAM(随机存取存储器)、闪存等存储器和总线的计算机装置。计算机装置也可以通过在计算机装置所具备的存储器、计算机装置可读取的记录介质中记录的程序来执行本实施方式的方法的至少一部分。在本实施方式中,还提出用于使计算机装置执行后述的方法的至少一部分的程序以及记录有该程序的记录介质。需要说明的是,在本实施方式中能够使用的计算机装置并不限定于该方式。例如,也可以将经由网络连接了计算机资源的云计算系统等作为在本公开的方法中使用的计算机装置。

[0045] 图1是表示作为本实施方式的方法的对象的多管式反应器10的平面示意图。图1所示的多管式反应器10为筒状。在图1中,示出了以俯视观察多管式反应器10时的中心为基准而将多管式反应器10每隔120°划分的三个区域A、B、C。区域A所包含的多个反应管20的一部分由单点划线包围而表示。在区域A中的单点划线的外侧以及区域B和区域C中也具备多个反应管20,但对于这些反应管20省略图示。多管式反应器10根据填充的催化剂、供给的原料等而制造目标不饱和醛、不饱和羧酸和共轭二烯中的至少一种。作为所制造的不饱和醛和不饱和羧酸,可例示丙烯醛和丙烯酸、甲基丙烯醛和甲基丙烯酸等,作为共轭二烯,可例示1,3-丁二烯、异戊二烯等。在多管式反应器10所包含的多个反应管20中分别填充催化剂。另外,在图1中,作为例子,在俯视观察多管式反应器10的面内沿旋转轴方向划分了区域,但以

其他任意的划分方法例如半径方向、半径方向和旋转轴方向、以及任意的多边形进行划分的方法也包含于本发明中。

[0046] 催化剂通常以在多管式反应器中互不相同的催化剂种类形成2层以上的层的方式填充于反应管20中。图2是表示填充于1个反应管20中的催化剂的层的示意图。在图2所示的例子中,示出了填充在支撑环30上的四层催化剂层22、24、26、28。多个层的活性彼此不同,例如可以以如下方式进行填充:供给原料的入口侧、按照填充的顺序第四催化剂层28的活性低,随着朝向出口侧(支撑环30侧)而活性变大(从入口侧开始计数,第四催化剂层28的活性＜第三催化剂层26的活性＜第二催化剂层24的活性＜第一催化剂层22的活性)。向以形成多层的方式填充有催化剂的反应管20中供给原料,控制温度等运转条件,由此制造目标不饱和醛、不饱和羧酸和共轭二烯中的至少一种。

[0047] 而且,在该反应管中插入有热电偶,利用所插入的热电偶,能够得到填充有催化剂的催化剂层和/或填充有惰性载体的惰性层的温度信息。在此得到的温度信息是在上述获取步骤中获取的管内温度信息。热电偶的插入方法只要是本领域技术人员公知的方法就没有限制,例如可以举出以下方法。插入热电偶的方向是反应管的深度方向和/或与反应管的深度方向垂直的方向。热电偶的插入方法是与反应管平行地直接插入热电偶的方法、和/或插入待插入热电偶的壳体(热井)并在该壳体的内部插入热电偶的方法(即,反应管为双重管结构)。热电偶的位置的经时变化的方式是完全不移动的固定类型和/或经时地移动到反应管内的任意位置的类型。在以下的实施方式的说明中,对热电偶为固定类型并且在反应管的深度方向上以一定的间隔插入有热电偶的情况进行说明。

[0048] 需要说明的是,插入热电偶的反应管不是反应器中的全部反应管,而是一部分反应管。例如在几千～几万根反应管中的5根以上且100根以下、优选6根以上且50根以下、进一步优选7根以上且40根以下、特别优选8根以上且16根以下的反应管中插入热电偶。另外,关于插入热电偶的反应管,例如对于在图1中划分为3个的区域,可以仅从一部分区域中选择,也可以从全部区域中无偏差地选择。但是,为了掌握反应器整体的温度,优选选择了至少1根反应管的区域占全部区域的40%以上的方式,更优选占60%以上的方式,进一步优选占75%以上的方式。例如,在图1中从区域A中选择了1根反应管、从区域B中选择了1根反应管、从区域C中选择了0根反应管的情况下,选择了至少1根反应管的区域占全部区域的67%。区域数越多则越准确,因此区域数通常为3个区域以上,优选为4个区域以上,更优选为5个区域以上,特别优选为6个区域以上。而且,划分区域的方法没有特别限制,能够在选择反应管时适当确定。另外,除了区域的选择以外,如图1所示,在俯视观察多管式反应器10的面内在半径方向上均匀地掌握温度信息也很重要。另外,在本发明中,除非另有说明,将插入有热电偶的反应管也简记为反应管。

[0049] 另外,关于深度方向的热电偶的位置,没有特别限制,可以例示:大致等间隔地配置的方法、或根据需要改变间隔的方法。在后者中,特别是在本发明作为对象的反应这样的放热反应中,在气体入口侧的催化剂填充层中,温度在深度方向上急剧变化。因此,通过在气体入口侧使热电偶的间隔变窄,能够准确地测定温度分布。另外,在气体出口侧的催化剂填充层中,深度方向的温度变化平缓,因此即使扩大热电偶的间隔也不会妨碍温度分布的测定。因此,通过在气体出口侧扩大热电偶的间隔,能够在不妨碍温度分布的测定的情况下减少热电偶的根数。另外,与对所选择的多个反应管全部在相同的深度方向的位置处测定

温度信息的情况相比,在各个反应管中使测定位置在深度方向上错开的情况更容易掌握反应器整体的温度分布,是优选的。具体而言,如图4所示,对于TE-1～TE-5的反应管,可以举出如下方式:在TE-1、TE-3、TE-5中以25cm的深度位置为起点,以50cm间隔进行6个点的测定,在TE-2、TE-4中以50cm的深度位置为起点,以50cm间隔进行6个点的测定。

[0050] 通过如上所述设定插入有热电偶的反应管的区域、根数、测定点的深度,能够有效且以较少的热电偶的根数获取反应管内温度信息。

[0051] 本实施方式中的多管式反应器10的运转是指向填充有催化剂的反应管20中供给原料而制造不饱和醛、不饱和羧酸和共轭二烯中的至少一种。另外,本实施方式中的多管式反应器10的运转的准备行为包含:用于开始多管式反应器10的运转的作业、反应管20的清扫等维护作业、以及使用了多管式反应器10的一部分或与多管式反应器10不同的反应器(其中,反应管直径、反应管长度等与多管式反应器10同等)的试运转。

[0052] 图3是表示本实施方式的方法的流程图的图。本实施方式的方法包含使计算机装置执行以下步骤:获取步骤S1,其中,获取关于多管式反应器10中包含的多个反应管20中的一部分反应管的包含管内温度信息的反应管信息;以及输出步骤S2,其中,通过对该反应管信息进行统计处理而输出协助多管式反应器10的运转或其准备行为的协助信息。在输出步骤S2中,具体而言,能够进行图表化等视觉化处理、与和该反应不同的时刻的反应管信息或不同的反应器中的反应管信息进行比较的处理等。本实施方式的方法任选地还包含向多管式反应器10的使用者提供协助信息的提供步骤S3。提供步骤S3可以由计算机装置执行,也可以通过利用电话或传真向多管式反应器10的使用者提供由计算机装置输出的协助信息来执行。另外,也可以经由网络向使用者的终端提供协助信息。经由网络的协助信息的提供可以由输出协助信息的计算机装置进行,也可以由与该计算机装置不同的装置进行。

[0053] 在获取步骤S1中,计算机装置可以通过来自多管式反应器10的使用者的终端的输入或来自计算机装置的管理者的键盘等输入装置等的输入而获取包含管内温度信息的反应管信息,也可以通过从设置于多管式反应器10中的温度传感器(热电偶)自动地且以一定的时间间隔输入而获取反应管信息。另外,也可以构成为从经由网络连接的使用者的终端获取反应管信息。需要说明的是,多管式反应器10的使用者与计算机装置的管理者能够相同,但优选不相同的情况。在获取步骤S1中获取的反应管信息包含与设置于反应管20的一部分中的温度传感器的温度数据相关的温度信息。以下,参照附图对本实施方式的方法的具体方式进行说明。但是,本申请发明并不限定于该具体的实施方式,意图包含由权利要求书所示的技术范围内的所有变更。

[0054] 具体方式中的方法包含使计算机装置执行获取步骤S1,其中,将包含几万根反应管20的多管式反应器10如图1所示分成3个区域A、B、C,对于各个区域所包含的反应管20的一部分获取包含管内温度信息的反应管信息。需要说明的是,区域数不限定于3个,可以是2个以上的任意的区域。或者,与本具体方式中的方法不同,在本发明的方法中,也可以不对多管式反应器10划分区域。图4是表示对5根反应管(TE-1～TE-5)配置温度传感器并进行了运转时的从温度传感器得到的温度信息的表。如已经说明的那样,在TE-1～TE-5中,在深度方向上使测定位置错开。表中,最大值表示在深度方向上相同位置处的测定温度中最高的温度。根据图4、图5,认为如TE-3那样明显被认为是异常值的管内温度信息是由于温度传感器的异常等原因而产生的,因此舍弃TE-3的数据。该处理的详细情况在后面进行说明。

[0055] 接着,对舍弃了TE-3的数据后的各反应管的温度分布的数据进行统计处理并作图,如图6所示得到视觉化信息。在图6的例子中,采用相同深度位置处的各反应管的最大的测定值,将其作为一个温度分布。

[0056] 图7是使计算机装置处理包含与和多管式反应器10不同的试验用反应器中的反应管内的温度相关的信息的事前温度信息,并与作为与填充于反应管内的催化剂的种类和填充位置相关的信息的催化剂信息对应的图。需要说明的是,作为试验用反应器,使用1根试验用反应管。由图可知,确认了在该反应系统中,在催化剂A的层中具有1个温度峰(深度方向约75cm的位置,以下记载为峰A温度),另外,在催化剂B的层中具有1个温度峰(深度方向175cm的位置,以下记载为峰B温度)。另外,还确认了(峰A温度)-(峰B温度)为约50℃。使用了试验用反应器的温度信息获取优选事先进行多次并作为预备数据准备。事先得到的信息(事前温度信息)与在多管式反应器10的运转时获取的信息(实际设备温度信息)的比较在能够尽早地注意到该实际设备的运转中的问题、解决手段并进行应对这一点上是有用的。

[0057] 接着,图8是在获取步骤(步骤S1)中使计算机装置获取实际设备中的运转中的包含管内温度信息的反应管信息,通过计算机装置进行处理,使其与作为与填充到反应管内的催化剂的种类和填充位置相关的信息的催化剂信息对应,将通过该处理得到的信息与图7的图重叠地绘制并在输出步骤(步骤S2)中输出的图。图8所示的图是实际设备温度信息与不同于多管式反应器10的反应器的管内温度信息(事前温度信息)的比较信息的一例。

[0058] 通过如图8所示的视觉上的比较,即使在现场也能够立即确认正在进行异常的反应,例如通过使用规定的流程图,能够迅速地进行对策的确定。此外,在图8中,将实际设备温度信息与催化剂信息对应,能够确认催化剂B的层中的峰值温度高,因此能够实施更适当的对策。根据本发明,能够使对实际设备中的运转中的管内温度信息迅速地进行统计处理、废弃不需要的管内温度信息、对多根反应管中的各深度位置的管内温度信息进行统计处理、以图或表的形式进行视觉化、以及进行比较评价这样的一系列的作业短时间化和省力化。

[0059] (事前温度信息的获取和处理)

[0060] 事前温度信息是指在实际设备中的运转之前获取并与实际设备温度信息进行比较的管内温度信息。事前温度信息例如为在与实际设备不同的反应器中的试验用的一根和/或几根反应管中获取的管内温度信息、或者在与该实际设备中的运转类似的反应条件下运转的其他实际设备中的多根反应管的管内温度信息。事前温度信息也按照与图3的流程同样的流程进行处理并作为协助信息输出。获取事前温度信息的反应管的反应管直径、热电偶直径、热井尺寸可能与实际设备不同,但容许本领域技术人员判断为同等的程度的差异。

[0061] 获取事前温度信息的时期与进行比较的实际设备中的运转相同,例如为反应开始时的负荷增加或再循环气体切换、从稳定反应变更设定值(入口气体摩尔比、负荷)、反应停止时的负荷减少或再循环气体切换、空气处理。需要说明的是,这些处理相当于本发明作为对象的运转或其准备行为。

[0062] 详细情况在后面进行说明,通过将事前温度信息与后述的实际设备温度信息进行比较,能够掌握反应状态,能够实现稳定且高收率的作业。

[0063] (实际设备温度信息的获取和处理)

[0064] 接着,获取实际设备中的运转时的管内温度信息(实际设备温度信息)。从反应器内的多根反应管获取管内温度信息,实际设备的使用者通过输入装置向计算机装置输入管内温度信息,或者使计算机装置自动且以一定的时间间隔获取管内温度信息。所获取的管内温度信息例如如图4所示首先汇总为表形式。此时,如果可能,也可以对在多根反应管中相同深度位置处的管内温度信息进行比较,进行平均化等统计处理,判断是否有应舍弃的数据,根据需要进行舍弃。关于舍弃的基准,可以列举:(1)统计上公知的方法例如Q检验、4d规则、Dixon方法、Grubbs方法;以及(2)判断在多根反应管中相同深度位置处的管内温度的标准偏差是否落入热电偶或各种设备的分析精度乘以适当的系数而得到的参数的范围内(如果未落入该范围内,则舍弃可疑的数据)等。舍弃的对象可以是装有特定的热电偶的反应管、特定的区域、特定的热电偶的特定的测定部位、以及它们的组合中的任一个。

[0065] 关于数据的舍弃,以图4的125cm的位置处的TE-3为例,说明R. B. Dean, W. J. Dixon, Analytical Chemistry, Vol. 23, No. 4, 第636页(1951)中记载的基于Dean和Dixon的Q测试的方法。数据数量由于存在TE-1、TE-3、TE-5而为3,90%可靠性极限时的Q值为0.90。全部数据的范围R为440℃-385℃=55℃,舍弃对象的TE-3和与其最接近的数据之差的绝对值R'=440℃-390℃=50℃。因此,R'/R=50/55=0.91,高于Q值,因此该125cm的位置的TE-3判定为异常值。像这样,如果是Q测试,则能够基于统计依据来判定是否为异常值。作为Q测试的可靠性极限,一般采用19%、34%、38%、43%、48%、49%、86%、90%、95%、99.7%,优选为86%、90%、95%,最优选为90%。

[0066] 关于数据的舍弃,除了Q测试以外,还使用对经验上被视为异常值的数据与除其以外的反应管的相同深度位置处的测定数据的平均值之差进行评价的方法。例如在图4中,TE-3与除其以外的热电偶的平均值之差在深度位置75cm、125cm、175cm处分别为88℃、53℃、38℃。将该数值与所使用的K热电偶的测定误差:2℃乘以系数Y而得到的数值进行比较。本次,当使用10作为Y时,2℃×10=20℃成为舍弃数据的基准。深度位置75cm、125cm、175cm处的TE-3与除其以外的热电偶的平均值之差的绝对值大于20℃,因此这些数据被舍弃。系数Y本来为1,但是根据K热电偶的短程有序效果、热电偶与催化剂的接触方式等适当设定。系数Y例如为2、3、4、5、8、10、13、15、18、20,优选为5、8、10、13。此外,关于被舍弃的数据,可举出:按照舍弃的基准仅舍弃被判断为异常值的数据点的情况、舍弃示出异常值的数据点及其周围的测定点的情况、舍弃示出异常值的反应管全部的数据的情况,根据插入了热电偶的反应管的根数等适当设定。此外,对于各反应管的温度信息,考虑反应管的粗细、热电偶和热井的粗细来进行数据废弃的判断。例如,在多根反应管中仅1根与其他反应管不同、反应管较粗、热电偶也较粗的情况下,由于无法与其他反应管同等程度地进行比较这样的理由,可能舍弃数据。

[0067] 根据需要舍弃数据后,对实际设备温度信息进行统计处理。关于该统计处理:可以举出:对于在多根反应管中相同深度位置的数据,使用平均值、最小值、最大值、中央值、最频值的方法。在放热反应中,要求能够适当地掌握反应的失控并迅速地进行判断,因此最优选获取最大值的方法。对如此统计处理后的实际设备温度信息进行视觉化处理(绘制在图上)。最优选将横轴设为距反应管入口的距离、将纵轴设为在各深度位置处的进行了统计处理的实际设备温度信息的分散图,但可以是本领域技术人员公知的任意的视觉化。在本发明中,将通过该处理而得到的视觉化信息也称为催化剂层的温度分布。

[0068] 获取实际设备温度信息的时期例如为反应开始时的负载增加或再循环气体切换、从稳定反应变更设定值(入口气体摩尔比、负荷)、反应停止时的负载减少或再循环气体切换、空气处理(本发明的运转或其准备行为)时。

[0069] 本发明的方法的效果的一部分在于,通过利用计算机装置自动或半自动地处理上述实际设备温度信息的获取和处理的一部分或全部,由此使以往由人判断、作图的作业迅速化、省力化。以往,也能够在设备的中央控制室中实时地显示反应管的温度分布,这对于本领域技术人员来说是公知的,但像本发明一样对所得到的数据进行统计处理,进而能够与事前温度信息进行比较;以及使用计算机装置以使得能够半自动地处理该一系列的作业,这些是在本发明中首次公开的。

[0070] (实际设备温度信息与事前温度信息的比较和判断)

[0071] 能够使用使进行了同样的视觉化处理后的事前温度信息与进行了视觉化处理后的实际设备温度信息重合而成的图(本发明中的比较信息的一例)对实际设备温度信息与事前温度信息进行比较。例如,在放热反应中,本领域技术人员公知在反应器入口侧填充低活性的催化剂、在反应器出口侧填充高活性的催化剂,但通常入口侧的催化剂层的峰值温度高于出口侧的催化剂层的峰值温度。

[0072] 在图7所示的例子中,在事前温度信息中,入口侧的催化剂层的催化剂峰值温度高于出口侧的峰值温度。尽管如此,在实际设备中的运转中产生出口侧的催化剂层的峰值温度高于入口侧的催化剂层的峰值温度的现象,在两者的温度的差异超过热电偶的测定误差的情况下,能够判断为明显异常的状态(例如,催化剂峰值温度相差20℃以上或者峰值位置相差20cm以上的状态)。作为在此情况下能够采取的对策,例如可以列举:(1)调查过去的类似数据并进行比较的方法;(2)调查成为异常值的原因的特定的反应管的方法;以及(3)判断实际设备温度信息非异常并移至实际设备控制的方法。以何种顺序实施上述对策(1)~(3)取决于状况,但优选从其原因的特定的观点出发依次实施而不是同时实施,另外,为了无遗漏地实施,优选进行所有对策。

[0073] 上述对策(1)中,从过去的类似数据中确定与实际设备温度信息接近的数据,根据所确定的数据与实际设备温度信息的比较,类推实际设备为何种状态。关于该对策(1),重要的是尽可能多地收集作为过去的见解而拥有的类似的反应条件或空气处理条件下的管内温度信息并追加记录为事前温度信息。通过增加事前温度信息,从而将该运转时的使用条件下的管内温度信息的变动也考虑在内。追加记录的数据数量越多越好,但为了准确地判断统计上的管内温度信息的变动,最少具有3个、优选具有5个以上的管内温度信息即可。

[0074] 上述对策(2)为舍弃显示出异常值的反应管的数据、再次对剩余的反应管的反应管信息进行统计处理而计算出实际设备温度信息的方法。本发明人根据经验发现:显示出异常值的反应管因热电偶的初期异常、设置到反应器中时的异常、电信号的处理异常、数据收集时的异常等而产生的可能性高。因此,通过实施对策(2),有时能够得到更符合实际设备的实际情况的信息。对策(2)例如在实际设备温度信息为对多个反应管的管内温度信息进行统计处理而得到的信息、并且特定的反应管的管内温度信息与其他反应管的管内温度信息进行比较而明显为异常值时实施。具体而言,在催化剂峰值温度相差20℃以上或峰值位置相差20cm以上的情况下实施。如果舍弃所述特定的反应管并进行统计处理后的实际设备温度信息与事前温度信息同等(例如,催化剂峰值温度之差小于20℃、或者峰值位置在小

于20cm的位置处一致),则可以说本对策有效。

[0075] 关于上述对策(3),怀疑实际设备的流量、压力等的控制本身存在问题的可能性。作为实际设备控制的具体方法,例如可以举出:改变入口气体的组成比而提高活性的方法、提高反应浴温度而提高上层催化剂的活性的方法、相反地降低反应浴温度而降低下层催化剂的活性的方法、降低对催化剂的负荷而提高活性的方法、提高催化剂入口压力而提高上层催化剂的活性的方法、停止反应而进行空气处理等使催化剂再活化的方法等对于本领域技术人员而言公知的方法。在产生了上述异常的状态时,使上述视觉化信息自动地显示警报消息等,向多管式反应器的使用者明确地通知异常的方法、或者按照规定的判断基准判断并输出针对上述异常的状态使用者应该实施的应对方法并示于使用者的方法也包含于本发明中。除了与事前温度信息的比较以外,也从峰值温度是否达到催化剂的使用极限温度、经时的变化、倾向是否存在问题等观点出发对实际设备温度信息进行分析。

[0076] (某一时刻的实际设备温度信息与另一时刻的实际设备温度信息的比较)

[0077] 接着,对本发明的另一实施方式的方法进行说明。另一实施方式的方法为支持多管式反应器的运转或其准备行为的方法,所述多管式反应器包含多个反应管并且通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛、不饱和羧酸或共轭二烯。该方法包含使计算机装置执行以下步骤:获取步骤,其中,获取关于多管式反应器中包含的多个反应管中的一部分反应管的反应管信息;以及输出步骤,其中,通过对反应管信息进行统计处理而输出协助所述多管式反应器的运转或其准备行为的协助信息。这些构成与上述实施方式的方法一样,因此省略详细的说明,以下仅对本实施方式与上述实施方式的不同点进行说明。

[0078] 本实施方式的方法中,在输出步骤S2中输出的协助信息包含某个时刻的实际设备温度信息(以下称为第一实际设备温度信息)与另一时刻的实际设备温度信息(以下称为第二实际设备温度信息)的比较信息。例如,第一实际设备温度信息是在反应开始时从多管式反应器10的一部分反应管获取的实际设备温度信息,第二实际设备温度信息是在启动后的稳定运转时从多管式反应器10的一部分反应管获取的实际设备温度信息。获取第一实际设备温度信息的反应管与获取第二实际设备温度信息的反应管可以不同,但优选相同。作为比较信息的一例,可举出:将对第一实际设备温度信息进行统计处理而得到的温度分布和对第二实际设备温度信息进行统计处理而得到的温度分布绘制在一个图上而得到的比较信息。根据经过这样的视觉化处理而输出的比较信息,多管式反应器10的使用者能够容易地确认反应管的状态的经时变化。使用者除了能够基于经时变化的情况进行运转条件的变更、运转的结束等的判断以外,还能够有效地进行下次开始时的条件等的研究。

[0079] 上述说明设想了在反应开始时的负荷增加时应用本发明,但在除此以外的再循环气体切换时、从稳定反应变更设定值(入口气体摩尔比、负荷)时、反应停止时的负荷减少时或再循环气体切换时、空气处理时的实际设备的运转操作中也能够应用本发明的方法。

[0080] 另外,在上述例子中,主要以催化剂层的温度分布为对象进行了记载,但在加入了惰性载体、支撑环的惰性层中的温度分布的比较和判断中也能够同样地应用本发明。例如,包含反应器入口侧催化剂层前的入口气体余热层中的升温速度的确认和/或出口气体散热层中的降温速度的确认、反应器入口和/或出口侧催化剂层中的气体温度的确认、反应器出口侧惰性层和/或支撑环中的降温速度的确认、以及基于所确认的降温速度的出口侧的反应堆积物的析出的自动检测、各惰性层的升温/降温速度的确认、以及基于所确认的升温/

降温速度的反应管的热传递系数或反应管内污染的把握、以及这些的图3所示的处理。

[0081] 假设在事前温度信息与实际设备温度信息的温度分布和/或峰值温度未落入±20℃的范围内的情况下,优选以事前温度信息正确为前提,变更多管式反应器中的设定参数(原料的气体流量、出口压力、反应浴温度和入口气体的组成比中的至少一部分)。另外,作为其他方法,也能够采用确认多管式反应器的设定参数是否恰当的方法。在该情况下,根据实际设备温度信息的详细情况来确定确认哪个设定参数。例如,在与事前温度信息的温度分布相比实际设备温度信息的温度分布在整个催化剂层中为高温的情况下,仅存在来自热电偶的测定数据异常的可能性,因此首先确认电气系统、信号的异常。另外,在峰值温度低或高的情况下,确认原料的气体流量、出口压力和催化剂的填充量、所填充的催化剂的活性是否恰当。

[0082] 以上,以上述实施方式为一例说明了本发明,但本发明并不限定于此。另外,上述的各效果只不过列举了由本发明产生的最优选的效果,本发明的效果并不限定于本实施方式中记载的效果。

[0083] 例如反应开始时、重新开始时是特别要求慎重的温度管理的场景,需要准确地掌握多个反应管信息,进行温度管理。因此,本发明对于反应开始时、即运转的准备行为也充分地实现效果。

[0084] 本申请基于2022年2月18日申请的日本专利申请2022-23451,其内容作为参考并入本申请中。

[0085] 产业实用性

[0086] 本发明在通过使用催化剂的氧化反应而制造不饱和醛、不饱和羧酸或共轭二烯的包含多个反应管的多管式反应器的运转时或其准备行为时能够提供更有效且稳定的制造工序。

[0087] 标号说明

[0088] 10:多管式反应器,20:反应管,22、24、26、28:催化剂层,30:支撑环,S1:获取步骤,S2:输出步骤,S3:提供步骤。

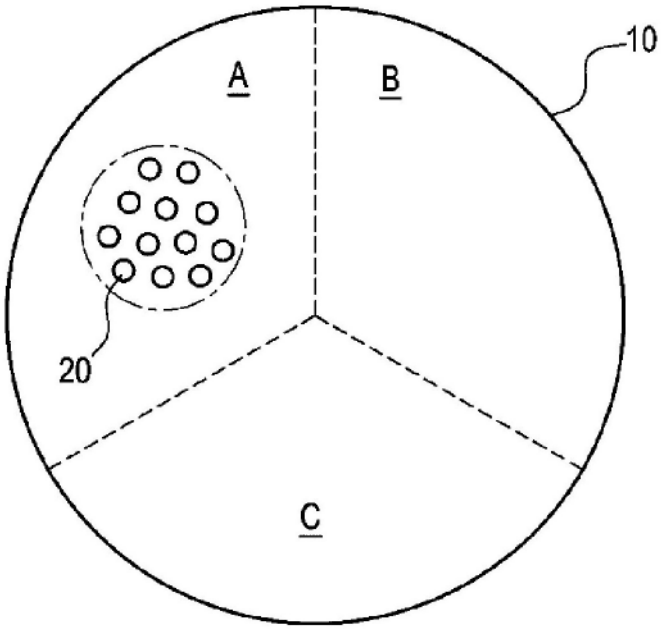


图1

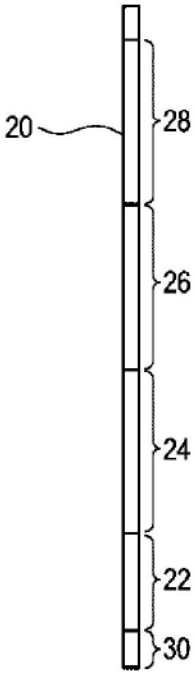


图2

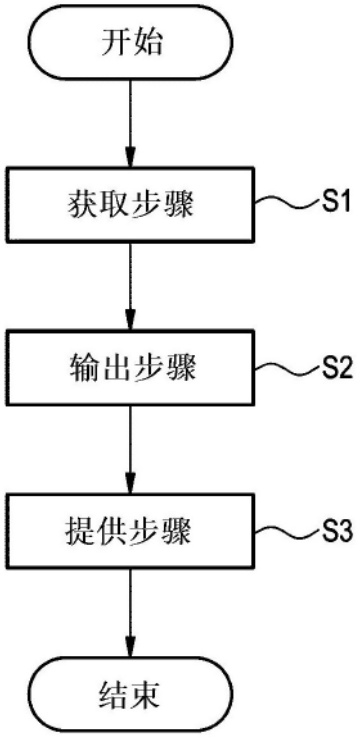


图3

距反应管入口侧的位置 [cm]	TE-1	TE-2	TE-3	TE-4	TE-5	TE-3与除其以外的热电偶的平均值之差的绝对值 [℃]	省略TE-3后的最大值 [℃]
25	200		190		205	13	205
50		300		310		-	310
75	330		420		335	88	335
100		380		390		-	390
125	390		440		385	53	390
150		370		365		-	370
175	360		400		365	38	365
200		300		305		-	305
225	290		280		285	8	290
250		250		245		-	250
275	200		190		210	15	210
300		180		175		-	180

⇩

距反应管入口侧的位置 [cm]	TE-1	TE-2	TE-4	TE-5	最大值 [℃]
25	200			205	205
50		300	310		310
75	330			335	335
100		380	390		390
125	390			385	390
150		370	365		370
175	360			365	365
200		300	305		305
225	290			285	290
250		250	245		250
275	200			210	210
300		180	175		180

图4

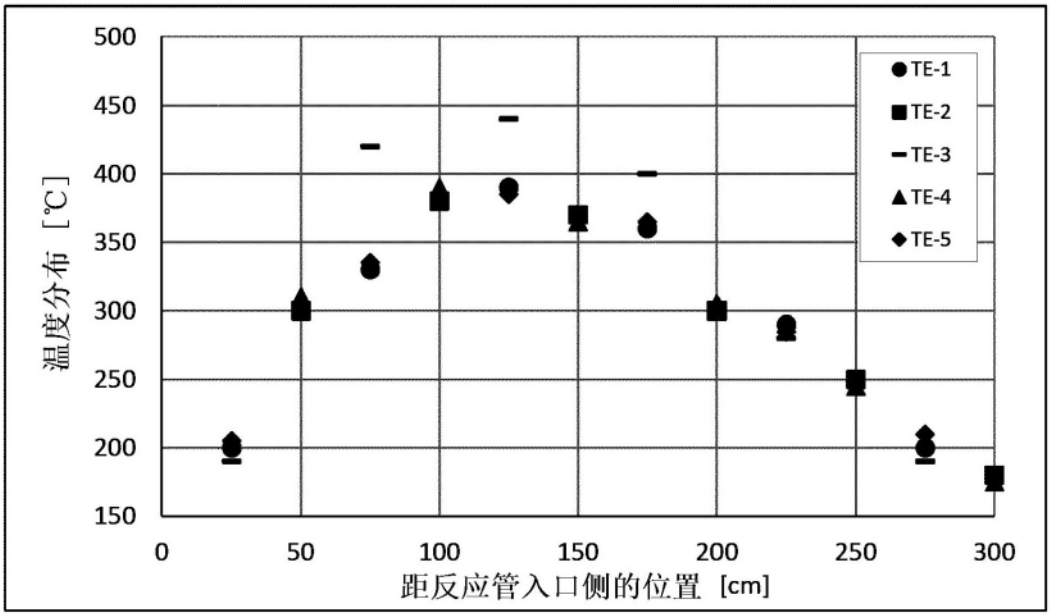

500
450
400
350
300
250
200
150
温度分布 [℃]
0
50
100
150
200
250
300
距反应管入口侧的位置 [cm]
TE-1
TE-2
TE-3
TE-4
TE-5

图5

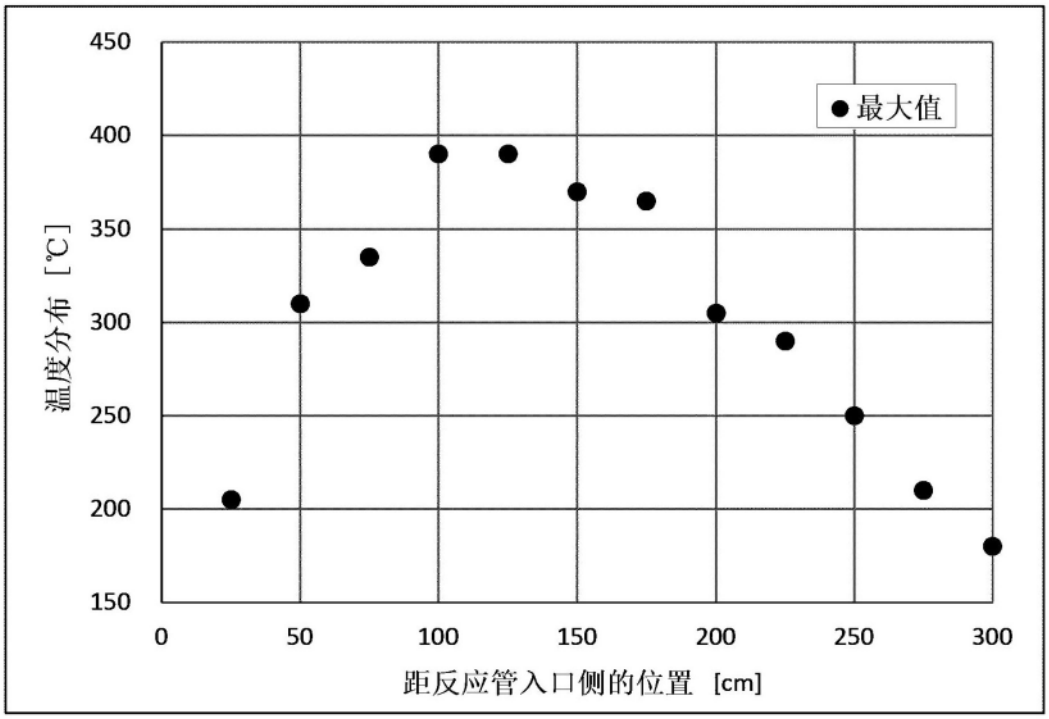

450
400
350
300
250
200
150
温度分布 [℃]
0
50
100
150
200
250
300
距反应管入口侧的位置 [cm]
最大值

图6

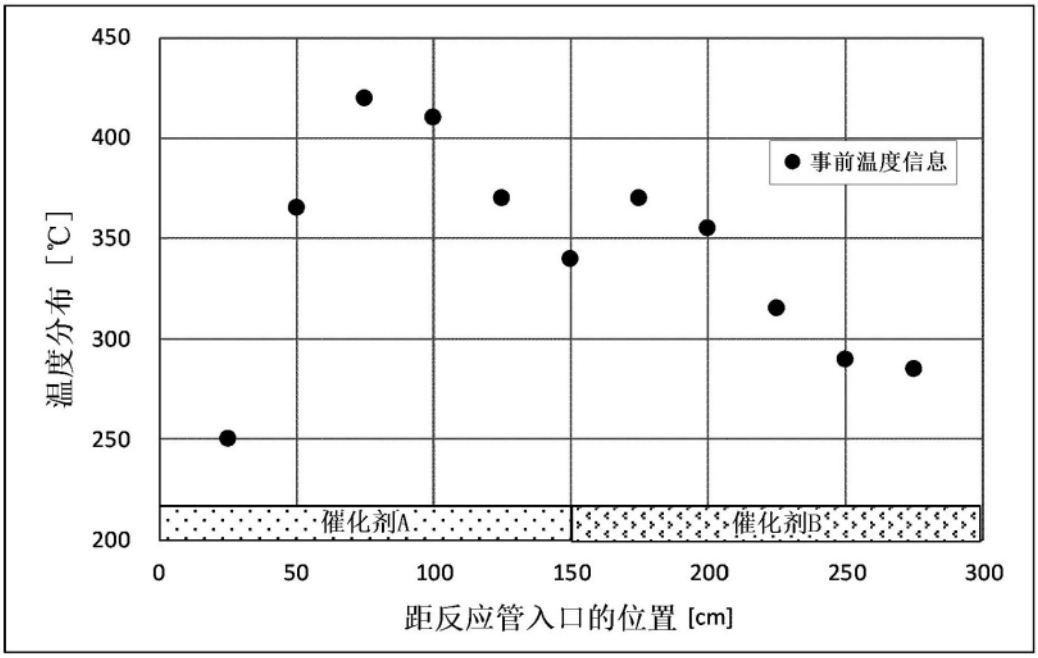

450
400
350
300
250
200
温度分布 [℃]
事前温度信息
催化剂A
催化剂B
0
50
100
150
200
250
300
距反应管入口的位置 [cm]

图7

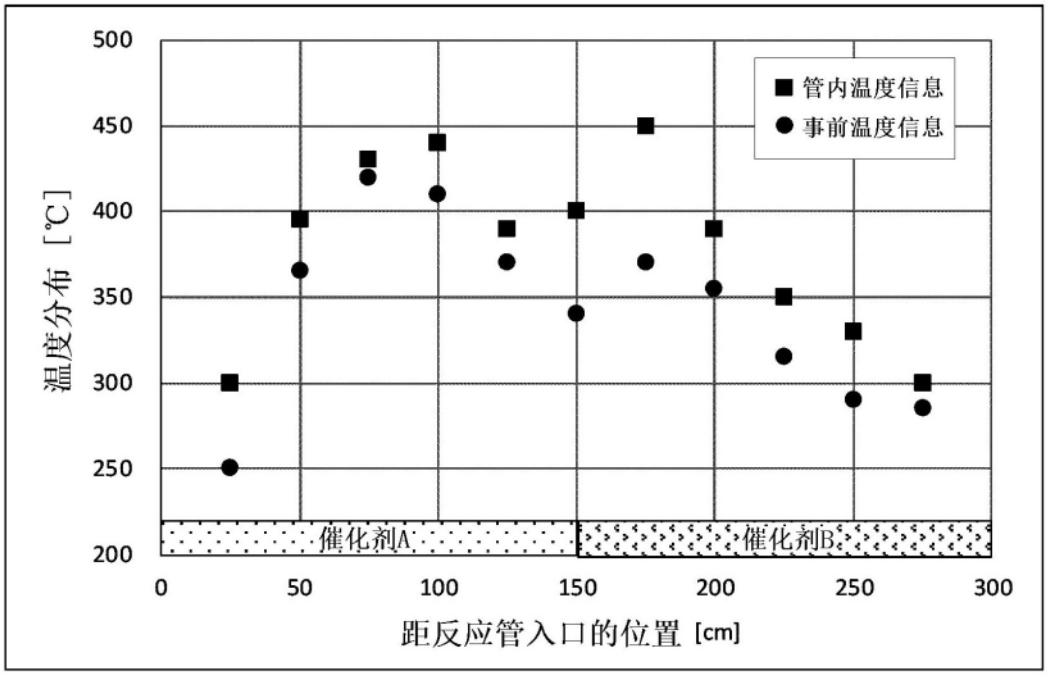

500
450
400
350
300
250
200
温度分布 [℃]
管内温度信息
事前温度信息
催化剂A
催化剂B
0
50
100
150
200
250
300
距反应管入口的位置 [cm]

图8