



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109225076 B

(45) 授权公告日 2021.02.09

(21) 申请号 201710558010.0

(22) 申请日 2017.07.10

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109225076 A

(43) 申请公布日 2019.01.18

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司
地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22号

专利权人 中国石油化工股份有限公司上海
石油化工研究院

(72) 发明人 赵乐 吴粮华

(74) 专利代理机构 北京奉思知识产权代理有限
公司 11464

代理人 贾宁 石巍

(51) Int.Cl.

B01J 8/24 (2006.01)

C07C 253/18 (2006.01)

C07C 255/08 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 104907013 A, 2015.09.16

审查员 李秀帆

权利要求书2页 说明书7页

(54) 发明名称

氨氧化反应器开车程序

(57) 摘要

本发明涉及一种氨氧化反应器开车程序,包括以下步骤:(1)将反应器内的催化剂床层预热至氨起始燃烧温度,将操作线速度调控至0.03~0.1m/s;(2)投入原料气氨,并投入冷却盘管,将催化剂床层的温度升至丙烯氨氧化反应初始温度以上;(3)当氧含量降低到7%~7.5%时,开始投入丙烯,以进一步降低氧含量;(4)当氧含量降低至0.5~2%时,增大原料气丙烯和空气的投料量,直到反应器内氨比和空比达到所述反应器正常运行时的配比参数,并且将氧含量维持在0.5~2%;以及(5)按反应器正常运行时原料气配比参数调节丙烯、氨、空气流量,直到原料气达到反应器正常运行时流量。

1. 一种氨氧化反应器开车程序,包括以下步骤:

(1) 将所述反应器内的催化剂床层预热至氨起始燃烧温度,将操作线速度调控至 $0.03\sim 0.1\text{m/s}$;

(2) 投入原料气氨,并投入冷却盘管,将所述催化剂床层的温度升至丙烯氨氧化反应初始温度以上;

(3) 当氧含量降低到 $7\%\sim 7.5\%$ 时,开始投入丙烯,以进一步降低氧含量;

(4) 当氧含量降低至 $0.5\sim 2\%$ 时,增大原料气丙烯和空气的投料量,直到所述反应器内丙烯与氨的摩尔比和丙烯与空气的摩尔比达到所述反应器正常运行时的配比参数,并且将氧含量维持在 $0.5\sim 2\%$;以及

(5) 按所述反应器正常运行时原料气配比参数调节丙烯、氨、空气流量,直到原料气达到所述反应器正常运行时流量,

其中,在所述步骤(2)中,首次投入氨时的流量目标值与空气流量之比为 $1:4\sim 7$,并且所述步骤(2)所需的时间为 $5\sim 20\text{min}$ 。

2. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 370°C 以上。

3. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 $370\sim 400^\circ\text{C}$ 。

4. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 $370\sim 390^\circ\text{C}$ 。

5. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(2)中,首次投入氨时的流量目标值为 $7.5\sim 45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。

6. 根据权利要求4所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(2)中,将所述催化剂床层的温度升至 400°C 以上。

7. 根据权利要求4所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(2)中,将所述催化剂床层的温度升至 $400\sim 440^\circ\text{C}$ 。

8. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(3)中,丙烯的投入量为 $1.5\sim 11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。

9. 根据权利要求6所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(3)中,将所述催化剂床层的温度维持在 $400\sim 440^\circ\text{C}$ 。

10. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(4)中,将所述反应器的操作线速度调整为 $0.04\sim 0.17\text{m/s}$ 。

11. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(4)中,将所述催化剂床层的温度维持在 $420\sim 440^\circ\text{C}$ 。

12. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,在所述步骤(5)中,所述反应器正常运行时,丙烯的流量为 $110\sim 160\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、氨流量为 $120\sim 200\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、空气流量为 $1000\sim 1500\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。

13. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(3)所需的时间为 $2\sim 20\text{min}$ 。

14. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(4)所需的时间为 2

~30 min。

15. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(5)所需的时间为5~30 min。

16. 根据权利要求1所述的氨氧化反应器开车程序,其中,执行所述步骤(2)至所述步骤(5)操作所需的时间为20~60 min。

氨氧化反应器开车程序

技术领域

[0001] 本发明涉及用于氨氧化反应进行含腈化合物生产的流化床反应器开车程序,特别是关于丙烯腈生产的流化床反应器开车程序。

背景技术

[0002] 丙烯腈是石油化工的重要化工原料,它是通过丙烯氨氧化反应生产的,即空气、丙烯、氨以一定的配比,在催化剂的作用下,在一定的反应温度和压力下,发生丙烯氨催化氧化反应,生成丙烯腈、乙腈和氢氰酸等,同时放出大量的反应热。该反应可以顺利进行的起始温度较高,通常需400℃以上,在温度420~445℃范围内,催化剂表现出良好的选择性,此时丙烯氨氧化反应效果最佳,约81%以上的丙烯转化成丙烯腈。

[0003] 丙烯氨氧化反应所使用的原料气丙烯、氨以及反应产物如丙烯腈等均为可燃物质,而这些可燃物质在含氧气氛中均存在爆炸的可能性,如丙烯的爆炸极限为2~11.1%,氨的爆炸极限为15.7~27.4%,丙烯腈的爆炸极限为3~17%等等,即便是同一可燃物质,由于温度、压力、惰性介质/含量、存在空间及器壁材质以及点火能量的不同,爆炸极限范围也会发生变化,通常情况温度越高,则爆炸极限范围增大,即爆炸下限降低、上限升高。丙烯氨氧化反应相对处于一个高温状态,这些可燃物质的爆炸极限范围将更宽。同样,惰性气体量的增加,导致爆炸极限范围缩小,惰性气体浓度提高到一定值,也能避免爆炸。因此,装置正常运行期间以及开车期间,必须小心避开这些可燃物质的爆炸极限,最好其浓度范围低于爆炸下限。

[0004] 由于原料气存在爆炸极限的特殊性,丙烯/氨与空气需分别经不同的分布器进入反应器床层,并且允许空气在装置正常运行及开车期间接触丙烯/氨气体的唯一位置是在催化剂所处的流化床内且满足于一定的工况条件,该工况条件包括在催化剂作用下发生氨氧化或丙烯氨氧化反应所需的温度条件。

[0005] 能否有效地避开反应过程中可燃物质的爆炸极限是装置正常运行及开车安全操作的关键,提高反应器内惰性介质含量、降低氧含量直至体系中氧处于安全浓度以下是行之有效的操作方式。例如可以用惰性气体氮气或水蒸汽置换出反应器内氧的方式达到此目的,但是使用惰性气体替换空气的过程中,气体存有返混情况,置换速度较慢,从某种意义上而言,导致成本上升;专利CN104907014A和CN104907013A公开了丙烯腈反应器的启动程序。但是上述专利所描述的方法,存在着装置开车至正常稳定运行过程操作时间过长的缺陷。当采用新填充的钼酸铋催化剂时,在将催化剂从约415℃至约425℃升温至约435℃至445℃的步骤所需的时间就长达1至400个小时,氨消耗以及后序处理装置中用来中和未反应氨的硫酸消耗过大的问题,这也是不经济的。

[0006] 本发明涉及氨氧化反应进行含腈化合物生产的流化床反应器开车程序,特别是关于丙烯腈流化床反应器开车程序。该开车程序可以满足在安全操作的前提下,20~60min内快速完成装置开车,具有操作简单、原料消耗低的特点。

发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题是以往装置开车至正常稳定运行过程操作时间长,氨消耗以及后序处理所需硫酸消耗大的问题,提供一种新的丙烯腈装置开车程序。采用该丙烯腈装置开车程序,装置开车无爆炸风险,开车操作过程简单,操作时间短,原料消耗低,绿色环保。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用如下的装置开车方案:一种丙烯腈装置开车程序,包括以下步骤:

[0009] (1) 将所述反应器内的催化剂床层预热至氨起始燃烧温度,将操作线速度调控至 $0.03\sim 0.1\text{m/s}$;

[0010] (2) 投入原料气氨,并投入冷却盘管,将所述催化剂床层的温度升至丙烯氨氧化反应初始温度以上;

[0011] (3) 当氧含量降低到 $7\%\sim 7.5\%$ 时,开始投入丙烯,以进一步降低氧含量;

[0012] (4) 当氧含量降低至 $0.5\sim 2\%$ 时,增大原料气丙烯和空气的投料量,直到所述反应器内氨比和空比达到所述反应器正常运行时的配比参数,并且将氧含量维持在 $0.5\sim 2\%$;以及

[0013] (5) 按所述反应器正常运行时原料气配比参数调节丙烯、氨、空气流量,直到原料气达到所述反应器正常运行时流量。

[0014] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0015] 在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 370°C 以上。

[0016] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0017] 在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 $370\sim 400^\circ\text{C}$

[0018] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0019] 在所述步骤(1)中,将所述反应器内的催化剂床层预热至 $370\sim 390^\circ\text{C}$ 。

[0020] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0021] 在所述步骤(2)中,首次投入氨时的流量目标值为 $7.5\sim 45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。

[0022] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0023] 在所述步骤(2)中,所述首次投入氨时的流量目标值与空气流量之比为 $1:4\sim 7$ 。

[0024] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0025] 在所述步骤(2)中,将所述催化剂床层的温度升至 400°C 以上。

[0026] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0027] 在所述步骤(2)中,将所述催化剂床层的温度升至 $400\sim 440^\circ\text{C}$ 。

[0028] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0029] 在所述步骤(3)中,丙烯的投入量为 $1.5\sim 11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。

[0030] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0031] 在所述步骤(3)中,将所述催化剂床层的温度维持在 $400\sim 440^\circ\text{C}$ 。

[0032] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0033] 在所述步骤(4)中,将所述反应器的操作线速度调整为 $0.04\sim 0.17\text{m/s}$ 。

[0034] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,

[0035] 在所述步骤(4)中,将所述催化剂床层的温度维持在 $420\sim 440^\circ\text{C}$ 。

- [0036] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,
- [0037] 在所述步骤(5)中,所述反应器正常运行时,丙烯的流量为 $110\sim 160\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、氨流量为 $120\sim 200\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、空气流量为 $1000\sim 1500\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。
- [0038] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(2)所需的时间为 $5\sim 20\text{min}$ 。
- [0039] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(3)所需的时间为 $2\sim 20\text{min}$ 。
- [0040] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(4)所需的时间为 $2\sim 30\text{min}$ 。
- [0041] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,其中,所述步骤(5)所需的时间为 $5\sim 30\text{min}$ 。
- [0042] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,执行所述步骤(2)至所述步骤(5)操作所需的时间为 $20\sim 60\text{min}$ 。
- [0043] 本发明的效果
- [0044] 根据本发明的氨氧化反应器开车程序,氨氧化反应器开车无爆炸风险,开车操作过程简单,操作时间短,原料消耗低,绿色环保。

具体实施方式

[0045] 本发明的氨氧化反应器开车程序是指从催化剂预热开始至反应器内的空比、氨比和原料气流量均到达反应器正常运行时的水平。以下将详细描述本发明的氨氧化反应器的开车程序。

[0046] 本发明氨氧化反应器开车程序中,原料气氨优先原料气丙烯进入反应器内。从物质MSDS特性上分析,氨有比丙烯更高的爆炸极限下限,也就是说,在相同含氧气氛中,在 $0\sim$ 爆炸极限下限的浓度范围内,操作过程允许氨在体系中的安全操作浓度明显大于丙烯在体系中的安全操作浓度,原料气氨先于丙烯进入反应器相较于丙烯先于氨进入反应器,在装置开车过程中,前者降低了爆炸的风险,安全系数大大提高。

[0047] 本发明所述的开车程序,在原料气氨进入反应器前,应对催化剂进行预热,使催化剂床层的温度达到氨起始燃烧温度。研究发现,在钨铈体系催化剂的作用下,在温度为 $360\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下,氨与氧已然可以发生反应,但是氨氧化反应的反应速率较慢,反应并不完全,仍有较多的未反应氨存在于反应器中,在一定的氧含量条件下,氨浓度若达到爆炸极限范围,容易造成爆炸事故的发生。而当温度达 $370\text{ }^\circ\text{C}$ 时,氨氧化反应的速率大大提高,大部分氨与氧反应生成氮气和水,虽然反应中仍有小部分未反应的氨残留,约为原料气氨进气量的 15% 甚至更低,但是在催化剂作用下发生的氨氧化反应降低了反应器内氨的浓度以及氧的浓度,有效地避开氨爆炸极限,降低了事故的风险。因此,优选地将催化剂预热至 $370\text{ }^\circ\text{C}$ 以上。氨氧化反应同时伴有热量的放出,导致反应器内温度的升高,而温度的升高又会加剧氨氧化反应的速率,在过高温下投入原料气氨也是不妥的,容易发生温度不可控的可能性。因此在投入原料气氨之前,反应器内温度最好控制在 $370\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 范围内,当然高于 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 投入原料气氨并不代表装置不能开车。对于新催化剂,其烧氨能力强,可以选用相对低的氨氧化温度如温度为 370 或 $390\text{ }^\circ\text{C}$;对于平衡催化剂,可以选用相对高一点的氨氧化温度如温度

380或400℃。

[0048] 对于预热催化剂的具体方法没有特别限制,例如可以采用现有技术中的利用加热的空气来预热催化剂的方法。对于预热催化剂所需的时间,也没有特别限制,通常情况以40~700℃/h升温速率对其进行升温,具体催化剂预热所需时间应根据成套生产装置各工段是否已具备开车运行的必要条件而定。

[0049] 本发明所述的开车程序,在原料气氨进入反应器前,操作线速度满足于0.03~0.1m/s范围内的低操作线速度。装置运行或开车过程中,避免可燃性物质爆炸的最有效途径是提高惰性气的浓度降低氧含量。在原料气氨进入反应器前,空气是进入反应器的主要气源,除此以外,还有防止催化剂倒灌向丙烯氨分布器内通入的少量氮气或空气,这些气体使得催化剂呈流化状态。丙烯腈催化剂所需的最低流化速度很小,低于装置正常运行时的操作线速度0.7~1.0m/s,也低于装置开车时本发明方案中投氨前所述的操作线速度0.03~0.1m/s。在本发明所述装置开车程序所述步骤的操作线速度下,催化剂具有良好的流化质量。操作线速度低,进入的空气量就少,烧氨过程(氨氧化反应)中所需的氨的流量也就减少,同时放出的热量也相对少,从操作的角度来说,装置操作控制更容易。若原料气氨进入反应器前反应器的操作线速度大,由于进入的空气量也相对较多,虽然在催化剂作用下,氨与氧快速反应,但不排除存在未完全反应的氨瞬间暴露于一定的氧浓度情况,也会导致爆炸的风险,从安全的角度,投氨前更适合低操作线速度。在本发明所述的装置开车程序中,本步骤中也不宜采用过低的操作线速度,过低的操作线速度容易导致催化剂流化质量不好,使得氨氧化反应过程不完全,导致体系中未反应氨的体积浓度比例增加,增加爆炸事故发生的风险。因此,本发明所述装置开车程序中,本步骤所述的空气进气量应控制在54~182Nm³/h/m²(Nm³/h/m²定义为每平方米反应器截面积每小时气体标况体积流量,下同)范围为宜。

[0050] 本发明所述的装置开车程序,首次投氨的目标值为7.5~45.6Nm³/h/m²。投氨的过程可以从小剂量开始逐渐增加至首次投氨目标值,也可以一次至首次投氨目标值。在本发明中,优选地采用从小剂量开始逐渐增加至目标值的投氨方式,这样能够避免瞬间的大流量对调节阀损坏,也减少了瞬间大流量时在管道内可能产生的静电。另一方面,为防止丙烯腈催化剂过度还原,通常反应尾气中仍留有少量氧,因此要求在氨氧化反应过程中,空气进料少量过量。本发明中,首次投氨目标值与空气体积流量之比为1:7~1:4。氨与空气摩尔比低于1:7时,氧含量下降慢,导致烧氨过程长,氨消耗大;反之,当摩尔比高于1:4时,催化剂容易过度还原而失去活性。

[0051] 在本发明的开车程序中,从投氨后至执行下一步操作前,所需的时间为2~20min,当时间少于2分钟时,难以满足反应器出口尾气中氧含量低于安全操作范围,也即存在,在执行下一步操作时,反应气体可能处于爆炸极限范围内的问题;而当时间超过20min时,除了会增加氨原料气的使用量之外,也额外增加了后序装置用来中和未反应氨的硫酸用量。开车程序该步骤操作时间还优选为5~18min。

[0052] 投氨以后,氨氧化反应放出的热量导致反应器内温度较投氨前有所上升,达到丙烯氨氧化反应初始温度。为了避免温度过高,在投氨过程中,需要同步投入一定数量的冷却盘管,将反应器的温度控制在400~440℃范围内。

[0053] 随着反应器内氨投入量的增加,在催化剂作用下,氨燃烧反应导致装置内氧含量

不断下降。当氧含量降至7%~7.5%时,开始向反应器内投入丙烯。在本发明的开车程序中,首次投入丙烯的目标值为 $1.5\sim 11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。投丙烯的过程可以从小剂量开始逐渐增加至目标值,也可以一次至目标值,即便丙烯分数次投入至目标值。一旦引入原料气丙烯,在催化剂的作用下,在当前的温度条件下,丙烯氨氧化生成丙烯腈等的反应也随即进行。丙烯氨氧化反应速率很快,反应过程中会消耗更多氧,使反应尾气中氧含量进一步下降,同时放出反应热。由于反应器内氧含量的进一步减少,所以避开了反应产物如丙烯腈等可燃物质的爆炸极限,这也是首次投丙烯时采用低目标值的原因。另一方面,值得注意的是,在该开车程序投入丙烯后,氧含量下降很快,应注意避免催化剂因缺氧导致过度还原。也就是说,在本发明的开车程序中,首次投入丙烯后,反应尾气中氧含量也不宜过低,以避免反应器内可燃物爆炸极限的安全浓度为宜。另外,由于丙烯氨氧化反应放出的热量较大,需要继续投入一定数量的冷却盘管,以将反应器温度控制在 $400\sim 440^\circ\text{C}$ 范围内。

[0054] 在本发明的开车程序中,由投入丙烯开始直至反应器内含氧量降低至0.5~2%时为止,所需的时间为2~20min,更优选为3~18min。

[0055] 根据本发明开车程序,当氧含量降低至0.5~2%时,开始逐渐增加原料气丙烯和空气的投入,即开始增大丙烯和空气的流量,直到丙烯与氨摩尔比(氨比)和丙烯与空气摩尔比(空比)为装置正常运行时的配比参数。根据反应器具体大小以及其内构件的布置,反应器正常运行时的配比参数也有所不同,但一般情况下,氨比优选为1:1~1:1.5,优选为1:1.05~1:1.3;而空比则优选为1:8.5~1:11.5,优选为1:9~1:9.8。达到该配比参数所需要的时间为2~30min,优选为5~25min。另外,在此步骤中,将反应器的操作线速度调整为 $0.04\sim 0.17\text{m}/\text{s}$ 。

[0056] 注意,在此过程中,要确保氧含量始终处于0.5~2%范围内。该步骤的关键在于反应尾气中需保留0.5~2%的氧含量。丙烯氨氧化在Mo-Bi体系催化剂作用下的反应机理可知,丙烯氨氧化反应中的氧来自催化剂中的晶格氧而并非直接来源于空气中的氧,丙烯氨氧化反应因消耗了催化剂中的晶格氧而使得催化剂被还原,若没有氧及时补充入催化剂,催化剂会因缺氧而失去活性。随着丙烯投入量的增加,丙烯氨氧化反应消耗了更多的催化剂晶格氧,为防止催化剂失活,需及时补充更多的空气。因此,在逐渐增加丙烯投入量的同时,也应逐渐增加空气投入量,以保持尾气中氧含量为0.5~2%。继续投入一定数量的冷却盘管,以将反应器温度控制在 $420\sim 440^\circ\text{C}$ 范围内。该步骤中装置的操作负荷大约为装置满负荷时的4~30%左右。

[0057] 根据本发明开车程序,当氨比和空比达到了正常运行时的配比参数之后,调节丙烯、氨、空气流量,直到原料气达到装置正常运行时流量。在本发明的一个实施方式中,反应器正常运行时,丙烯的流量为 $110\sim 160\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、氨流量为 $120\sim 200\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 、空气流量为 $1000\sim 1500\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 。这一步骤所需要的时间为5~30min,优选为6~25min。

[0058] 通过一些调温调压的操作方法,反应温度、反应压力、操作线速度等参数达到设置的目标工艺参数,如可以通过增减冷却盘管数量调节反应温度。对于新催化剂,催化剂烧氨能力较强,催化剂需有个驯化过程,使用新催化剂的装置初次开车,驯化期间操作负荷最好以满负荷的70~95%下运行,优选80~90%。对于平衡催化剂,装置开车不受此影响,在装置满负荷的70~110%范围内均能操作。

[0059] 本发明所述的装置开车方案所包括的步骤为连贯操作,上下步骤间不存在明显界

限,在不脱离本发明所述方案的情况下,可以作出许多改型,所有此类改型均包含本发明限制范围内。

[0060] 实施例

[0061] 以下通过具体实施例进一步描述本发明的氨氧化反应器开车程序。

[0062] 实施例1:

[0063] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为新鲜的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂。开车程序如下:1当反应器内反应温度达到370℃时,反应压力为0.3kg/cm²,调节空气进料量为2400Nm³/h;2首次投氨过程:分二次调节氨流量计,将氨流量控制至480Nm³/h,用时10min。3当尾气中氧含量降到约7.2%时,将丙烯引入至反应器中,分二次调节丙烯流量计,将丙烯流量控制至104Nm³/h,该步骤用时3min。4尾气中氧含量降到1.5%时,同步调节空气流量计和丙烯流量计,空气流量控制为3686Nm³/h,丙烯流量控制为384Nm³/h,该步骤用时4min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为4861Nm³/h、氨流量为6076Nm³/h、空气流量为46665Nm³/h,该步骤用时10min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为425℃,装置开车过程用时27分钟,氨总消耗为1092Nm³,丙烯总消耗为835Nm³,硫酸总消耗239Kg。

[0064] 实施例2:

[0065] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为平衡的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂。开车程序如下:1当反应器内反应温度达到390℃时,反应压力为0.3kg/cm²,调节空气进料量为2600Nm³/h;2投氨过程:分二次调节氨流量计,氨流量控制至577Nm³/h,该步骤用时11min。3尾气中氧含量降到约7.3%时,将丙烯引入至反应器中,分二次调节丙烯流量计,丙烯流量控制至137Nm³/h,该步骤用时4min。4尾气中氧含量降到2.0%时,同步调节空气流量计和丙烯流量计,空气流量控制为4620Nm³/h,丙烯流量控制为480Nm³/h,该步骤用时4min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为5684Nm³/h、氨流量为7390Nm³/h、空气流量为54000Nm³/h,该步骤用时12min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为435℃,装置开车过程用时32分钟,氨总消耗为1642Nm³,丙烯总消耗为1160Nm³,硫酸总消耗346Kg。

[0066] 实施例3:

[0067] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为平衡的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂。开车程序如下:1当反应器内反应温度达到390℃时,反应压力为0.3kg/cm²,调节空气进料量控制为7000Nm³/h;2投氨过程:分二次调节氨流量计,氨流量控制至1489Nm³/h,该步骤用时9min。3尾气中氧含量降到约7.5%时,将丙烯引入至反应器中,分二次调节丙烯流量计,丙烯流量控制至330Nm³/h,该步骤用时6min。4尾气中氧含量降到1.8%时,同步调节空气流量计和丙烯流量计,分别将空气流量控制为11430Nm³/h,丙烯流量控制为1190Nm³/h,该步骤用时6min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为5684Nm³/h、氨流量为7105Nm³/h、空气流量为54570Nm³/h,该步骤用时15min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为430℃,装置开车过程用时36分钟,氨总消耗为2250Nm³,丙烯总消耗为1546Nm³,硫酸总消耗492Kg。

[0068] 实施例4:

[0069] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为平衡的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂。开车程序

如下:1当反应器内反应温度达到370℃时,反应压力为0.3kg/cm²,空气进料量控制为7500Nm³/h;2投氨过程:分二次调节氨流量计,氨流量控制至1595Nm³/h,该步骤用时14min。3尾气中氧含量降到约7.5%时,将丙烯引入至反应器中,分二次调节丙烯流量计,丙烯流量控制至354Nm³/h,该步骤用时7min。4尾气中氧含量降到1.8%时,同步调节空气流量计和丙烯流量计,分别将空气流量控制为11780Nm³/h,丙烯流量控制为1227Nm³/h,该步骤用时7min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为5684Nm³/h、氨流量为7105Nm³/h、空气流量为54570Nm³/h,该步骤用时15min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为430℃,装置开车过程用时43分钟,氨总消耗为2510Nm³,丙烯总消耗为1594Nm³,硫酸总消耗542Kg。

[0070] 比较例1:

[0071] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为平衡的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂,开车程序如下:1当反应器内反应温度达到390℃时,反应压力为0.3kg/cm²,调节空气进料量为25000Nm³/h;2投氨过程:分三次调节氨流量计,氨流量控制至3846Nm³/h,该步骤用时45min。3尾气中氧含量降到约7.0%时,将丙烯引入至反应器中,分三次调节丙烯流量计,丙烯流量控制至769Nm³/h,该步骤用时21min。4尾气中氧含量降到1.5%时,同步调节空气流量计、丙烯流量计和氨流量计,空气流量控制为26373Nm³/h,丙烯流量控制为2747Nm³/h,氨流量计控制为5710Nm³/h,该步骤用时28min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为5684Nm³/h、氨流量为7389Nm³/h、空气流量为54570Nm³/h,该步骤用时32min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为430℃,装置开车过程用时126分钟,氨总用量为9950Nm³,丙烯总用量为4571Nm³,硫酸总消耗2180Kg。

[0072] 比较例2:

[0073] 流化床反应器直径为7.5米,催化剂为平衡的Mo-Bi体系丙烯腈催化剂,开车程序如下:1当反应器内反应温度达到370℃时,反应压力为0.3kg/cm²,调节空气进料量为25000Nm³/h;2投氨过程:分三次调节氨流量计,氨流量控制至3846Nm³/h,该步骤用时57min。3尾气中氧含量降到约7.5%时,将丙烯引入至反应器中,分三次调节丙烯流量计,丙烯流量控制至769Nm³/h,该步骤用时22min。4尾气中氧含量降到1.5%时,同步调节空气流量计、丙烯流量计和氨流量计,空气流量控制为26373Nm³/h,丙烯流量控制为2747Nm³/h,该步骤用时28min。5调节丙烯、氨、空气流量计,至丙烯流量为5684Nm³/h、氨流量为7389Nm³/h、空气流量为54570Nm³/h,该步骤用时32min。以上各步骤中,均需通过调整撤热水管投入使用数量来控制反应温度。反应温度为430℃,装置开车过程用时139分钟,氨总用量为10775Nm³,丙烯总用量为4585Nm³,硫酸总消耗2350Kg。