

**(19) 대한민국특허청(KR)**
(12) 공개특허공보(A)**(11) 공개번호** 10-2020-0028975
(43) 공개일자 2020년03월17일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
<i>B01J 8/18</i> (2006.01) <i>B01J 8/24</i> (2018.01)
<i>C07C 253/18</i> (2006.01) <i>C07C 253/26</i> (2006.01)
<i>C07C 255/08</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
<i>B01J 8/1836</i> (2013.01)
<i>B01J 8/24</i> (2018.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2020-7003722</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2018년07월09일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2020년02월07일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/CN2018/094945</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2019/011199
국제공개일자 2019년01월17일</p> <p>(30) 우선권주장
201710558010.0 2017년07월10일 중국(CN)</p> | <p>(71) 출원인
차이나 페트로리움 엔드 케미컬 코포레이션
중국 100728 베이징 차오양 디스트릭트 차오양옌
노쓰 스트리트 22</p> <p>상하이 리서치 인스티튜트 오브 페트로케미칼 테
크놀로지 시노펙
중국 201208 상하이 푸둥 뉴 에리어 푸둥 베이 로
드 넘버 1658</p> <p>(72) 발명자
자오 리
중국 201208 상하이 푸둥 뉴 에리아 푸둥 베이 로
드 1658</p> <p>우 량화
중국 201208 상하이 푸둥 뉴 에리아 푸둥 베이 로
드 1658</p> <p>(74) 대리인
유미특허법인</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 암모산화 반응을 위한 예열공정 및 시동공정**(57) 요약**

본 발명은 암모산화 반응에 대한, 예열공정 및 시동공정에 관한 것이다. 상기 예열공정 또는 시동공정(start-up process)은, 반응기 가동 선형속도를 0.03-0.15m/s로 조절하면서, 암모산화 반응기의 촉매층을 가열하는 단계를 적어도 포함한다. 종래기술에 비해, 본 발명의 시동공정은 현저하게 감소된 착수시간(launch time) 및 가동 안정성과 같은 이점을 갖는다.

(52) CPC특허분류

C07C 253/18 (2013.01)

C07C 253/26 (2013.01)

C07C 255/08 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

암모산화 반응을 위한 예열공정으로서,

상기 예열공정은 가열 매체(바람직하게는, 산소-함유 기체, 특히 공기)를 사용하여 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)내의 촉매층을 가열하는 단계를 포함하고,

반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s(바람직하게는, 0.03-0.1m/s), 및/또는, 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입량은 54-276Nm³/h/m²(바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²)인,

암모산화 반응을 위한 예열공정.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 예열공정의 촉매층은 360℃ 이상의 온도(바람직하게는 370℃ 이상 또는 380℃ 이상의 온도이지만, 바람직하게는 500℃ 이하, 450℃ 이하, 400℃ 이하, 또는 390℃ 이하의 온도)로 가열되는, 예열공정.

청구항 3

암모산화 반응을 위한 시동공정으로서,

상기 시동공정은 다음의 단계:

(1) 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)내의 촉매층을 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)로 가열하는 단계로서,

반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s(바람직하게는, 0.03-0.1m/s), 및/또는, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은 54-276Nm³/h/m²(바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²)인, 단계;

(2) 상기 암모산화 반응기에 암모니아 기체를 연속적으로 투입하는 단계;

(3) 상기 암모산화 반응기에 암모산화 기본물질을 연속적으로 투입하는 단계; 및

(4) 선택적으로, 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체, 암모니아 기체, 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을, 각각의 소정값으로 조정하는 단계

를 포함하는, 암모산화 반응을 위한 시동공정.

청구항 4

암모산화 반응을 위한 시동공정으로서,

상기 시동공정은 다음의 단계:

(1) 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)내의 촉매층을 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)로 가열하는 단계;

(2) 상기 암모산화 반응기에 암모니아 기체를 연속적으로 투입하는 단계;

(3) 상기 암모산화 반응기에 암모산화 기본물질을 연속적으로 투입하는 단계; 및

(4) 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체, 암모니아 기체, 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을, 각각의 소정값으로 조정하는 단계

를 포함하고,

단계 (1)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (2)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (3)의 반응기 가동 선형속도, 및 단계 (4)의 반응기 가동 선형속도는 각각, 0.03-0.15m/s, 0.04-0.18m/s, 0.04-0.32m/s 및 0.5-1.2m/s이고, 바람

직하계는, 0.03-0.1m/s, 0.05-0.15m/s, 0.05-0.20m/s(또는, 0.04-0.17m/s) 및 0.65-0.95m/s인, 암모산화 반응을 위한 시동공정.

청구항 5

제4항에 있어서,

단계 (1)에서, 상기 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은 54-276Nm³/h/m²(바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²)인, 시동공정.

청구항 6

제3항 또는 제4항에 있어서,

상기 암모산화 기본물질은

C₂₋₂₀ 탄화수소(바람직하게는, C₂₋₁₀ 탄화수소), C₁₋₁₀ 일-염기 알코올 또는 C₁₋₁₀ 다-염기 알코올, C₁₋₁₀ 일-염기 알코올 또는 다-염기 알코올의 하나 이상의 C₁₋₁₀ 알킬 에테르, C₁₋₁₀ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산, 및 C₁₋₁₀ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산의 하나 이상의 C₁₋₁₀ 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되고, 바람직하게는, C₂₋₁₀ 선형 또는 분지형 알칸, C₂₋₁₀ 선형 또는 분지형 올레핀, C₆₋₁₀ 방향족 탄화수소, C₁₋₁₀ 일-수산기 알코올, C₁₋₁₀ 일-수산기 알코올의 C₁₋₄ 알킬 에테르, C₁₋₁₀ 일-카르복시기의 카르복시산 및 C₁₋₁₀ 일-카르복시기의 카르복시산의 C₁₋₄ 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되며, 더 바람직하게는, C₂₋₄ 선형 또는 분지형 알칸, C₂₋₄ 선형 또는 분지형 올레핀, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올의 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 알킬 에테르, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산 및 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산의 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되고, 특히 바람직하게는, 프로판, 이소부탄, 프로필렌, 이소부틸렌, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 디메틸 에테르, 메틸 에틸 에테르, 아세트산 및 메틸 아세테이트 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택된, 시동공정.

청구항 7

제3항 또는 제4항에 있어서,

단계 (1)에서, 상기 촉매층의 온도는 360℃ 이상(바람직하게는, 370℃ 이상 또는 380℃ 이상이지만, 바람직하게는, 500℃ 이하, 450℃ 이하, 400℃ 이하 또는 390℃ 이하), 및/또는,

단계 (2)에서, 상기 촉매층의 온도는 390℃ 이상(바람직하게는, 400℃ 이상, 더 바람직하게는, 400-440℃), 및/또는,

단계 (3)에서, 상기 촉매층의 온도는 400-440℃(바람직하게는, 400-430℃ 또는 410-430℃), 및/또는,

단계 (4)에서, 상기 촉매층의 온도는 400-550℃ 또는 400-440℃(바람직하게는, 400-440℃ 또는 425-440℃)인, 시동공정.

청구항 8

제3항 또는 제4항에 있어서,

단계 (2)를 2-20분(바람직하게는, 5-18분)동안 진행한 후, 단계 (3)이 시작, 및/또는,

단계 (3)을 2-50분(바람직하게는, 8-43분)동안 진행한 후, 단계 (4)가 시작, 및/또는,

단계 (4)를 5-30분(바람직하게는, 6-25분)동안 진행한 후, 시동공정이 종료, 및/또는, 단계 (2)의 시작부터 시동공정의 종료의 시간이 10-100분(바람직하게는, 20-60분, 더 바람직하게는, 20-50분)인, 시동공정.

청구항 9

제3항 또는 제4항에 있어서,

단계 (2)에서,

암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량의 목표값은 $7.5\text{-}110\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $13.7\text{-}69.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $7.5\text{-}45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고,

암모니아 기체의 투입량의 목표값과 산소-함유 기체의 투입량의 값의 비는 1:2.5-7(바람직하게는, 1:4-6.5 또는 1:4-7)이며, 및/또는,

단계 (3)에서,

암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $5.2\text{-}110.5\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $9.13\text{-}65.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고, 및/또는,

단계 (4)에서,

암모산화 기본물질의 투입량의 소정값은 $110\text{-}160\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $117\text{-}143\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고, 암모니아 기체의 투입량의 소정값은 $120\text{-}230\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $120\text{-}200\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $125\text{-}185\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이며, 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)의 투입량의 소정값은 $600\text{-}1600\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $990\text{-}1600\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1000\text{-}1500\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1050\text{-}1400\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)인, 시동공정.

청구항 10

제3항 또는 제4항에 있어서,

단계 (3)은 다음의 단계:

(3-1) 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량을 실질적으로 일정하게 유지하면서, 암모니아 반응기에 암모산화 기본물질을 투입하기 시작하는 단계; 및

(3-2) 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조정하는(바람직하게는, 증가시키는) 단계;

를 포함하고,

단계 (3-1)의 반응기 가동 선형속도 및 단계 (3-2)의 반응기 가동 선형속도는, 각각, $0.04\text{-}0.18\text{m}/\text{s}$ 및 $0.04\text{-}0.32\text{m}/\text{s}$, 바람직하게는, 각각 $0.05\text{-}0.15\text{m}/\text{s}$ 및 $0.05\text{-}0.2\text{m}/\text{s}$, 또는 각각 $0.05\text{-}0.15\text{m}/\text{s}$ 및 $0.04\text{-}0.17\text{m}/\text{s}$ 인, 시동공정.

청구항 11

제10항에 있어서,

단계 (3-1)을 2-20분(바람직하게는, 3-18분) 동안 진행한 후, 단계 (3-2)를 시작, 및/또는,

단계 (3-2)을 2-30분(바람직하게는, 5-25분)을 진행한 후, 다음 단계(예를 들어, 단계 (4))를 시작, 및/또는,

단계 (3-1)의 시작부터 단계 (3-2)의 종료의 시간이 2-50분(바람직하게는, 8-43분)인, 시동공정.

청구항 12

제10항에 있어서,

단계 (3-1)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400\text{-}440^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400\text{-}430^\circ\text{C}$ 또는 $400\text{-}415^\circ\text{C}$), 및/또는,

단계 (3-2)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400\text{-}550^\circ\text{C}$ 또는 $420\text{-}450^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400\text{-}440^\circ\text{C}$ 또는 $425\text{-}440^\circ\text{C}$)인, 시동공정.

청구항 13

단계 (3-1)에서, 상기 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량은

암모산화 반응기에 투입하는 암모산화 기본물질 대 암모니아 기체의 몰비가 1:4-7, 바람직하게는, 1:4.5-6.5가 되게 하는 양이고, 및/또는

단계 (3-2)에서, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조절하여(바람직하게는 증가시켜),

암모산화 반응기에 투입하는, 암모산화 기본물질 대 암모니아 기체의 몰비가 1:0.8-1:5((바람직하게는, 1:0.85-1:4.5, 또는 1:1-1:1.5, 또는 1:1.05-1:1.3)에 도달하도록 하며,

암모산화 반응기에 투입하는, 암모산화 기본물질 대 산소-함유 기체(바람직하게는, 산소 분자로서, 공기)의 몰비가 1:4-1:30(바람직하게는, 1:4.5-1:27, 또는 1:8.5-1:11.5, 또는 1:9-1:9.8)이 되게 하는, 시동공정.

청구항 14

제10항에 있어서,

단계 (3-1)에서,

암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $1.5-22.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $2.74-13.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1.5-11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$), 및/또는,

단계 (3-2)에서,

암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $5.2-110.5\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $9.13-65.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고,

암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량의 목표값은 $44.2-1270.7\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $82.17-644.9\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)인, 시동공정.

청구항 15

제3항, 제4항, 또는 제10항에 있어서,

단계 (3)의 시작 또는 단계 (3-1)의 시작에서,

반응 테일 가스의 산소 분자 함량(반응 테일 가스(reaction tail gas)의 총 부피에 대한)은 7.5vol% 이하, 바람직하게는, 7-7.5vol%이고, 및/또는,

단계 (3-2)의 시작에서,

반응 테일 가스의 산소 분자 함량(반응 테일 가스의 총 부피에 대한)은 2vol% 이하, 바람직하게는, 0.5-2vol%인, 시동공정.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 화학물질 제조를 위한 시동공정(start-up process)에 관한 것이며, 특히 암모산화 반응(ammoxidation reaction)의 시동공정에 관한 것이다. 본 발명은, 또한 암모산화 반응을 위한 예열공정에 관한 것으로, 상기 예열공정은 시동공정의 예열 단계로 특히 적합하다.

배경 기술

[0002] 아크릴로니트릴은 중요한 화학 원료이며, 산업에서 프로필렌(암모산화 반응의 대표적인 기본물질)의 암모산화 반응에 의해 전형적으로 제조된다. 아크릴로니트릴 제조가 안정적 가동에 도달하기 전에, 시동공정을 거쳐야 한다. 암모산화 반응 등 에서의, 제조 경제성 및 원료 소비의 관점에서, 시동공정에서 걸리는 착수시간(launch time)은 가능한 짧은 것이 바람직하다.

[0003] 또한, 프로필렌 및 암모니아 기체와 같은 암모산화 반응에 사용되는 공급원료 및 아크릴로니트릴과 같은 반응 생성물은 모두 가연성 물질이며, 산소 함유 분위기에서 폭발할 가능성이 있다. 따라서, 시동공정 중을 포함한,

아크릴로니트릴 제조의 전체 가동 중에, 제조 및 가동의 안전을 보장하기 위해서 폭발 위험을 방지하도록 주의 를 기울여야 한다.

[0004] 프로필렌 이외에, 부텐 및 메탄올과 같은 다른 암모산화 기본물질의 암모산화 반응에도 동일한 요구사항을 갖는다.

발명의 내용

[0005] 본 발명의 발명자들은, 암모산화 반응을 위한 새로운 예열공정 및 시동공정을 부지런히 연구 및 발견하여 본원 발명을 완성하였다.

[0006] 구체적으로, 본 발명은 다음과 같은 측면을 포함한다.

[0007] 1. 암모산화 반응을 위한 예열공정으로서,

[0008] 여기서, 상기 예열공정은 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)의 촉매층을 가열하는, 가열 매체(바람직하게는, 산소-함유 기체, 특히 공기)을 사용하는 단계를 포함하고, 상기 반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s(바람직하게는, 0.03-0.1m/s), 및/또는, 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입량은 54-276Nm³/h/m²(바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²)인, 암모산화 반응을 위한 예열공정.

[0009] 2. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 예열공정으로서,

[0010] 여기서, 상기 예열공정의 촉매층은 360℃ 이상의 온도(바람직하게는 370℃ 이상 또는 380℃ 이상의 온도이지만, 바람직하게는 500℃ 이하, 450℃ 이하, 400℃ 이하, 또는 390℃ 이하의 온도)에서 가열되는, 예열공정.

[0011] 3. 암모산화 반응을 위한 시동공정으로서,

[0012] 여기서, 상기 시동공정은 다음의 단계:

[0013] (1) 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)의 촉매층을 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)로 가열하는 단계,

[0014] 상기 반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s(바람직하게는, 0.03-0.1m/s), 및/또는, 암모산화 반응기로의 상기 산소-함유 기체의 투입량은 54-276Nm³/h/m²(바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²)이다;

[0015] (2) 상기 암모산화 반응기에, 암모니아 기체를 연속적으로 투입하는 단계;

[0016] (3) 상기 암모산화 반응기에, 암모산화 기본물질을 연속적으로 투입하는 단계; 및

[0017] (4) 선택적으로, 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체, 암모니아 기체, 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을, 각각의 소정값으로 조정하는 단계;

[0018] 를 포함하는, 암모산화 반응을 위한 시동공정.

[0019] 4. 암모산화 반응을 위한 시동공정으로서,

[0020] 여기서, 상기 시동공정은 다음의 단계:

[0021] (1) 암모산화 반응기(바람직하게는, 유동층 반응기)의 촉매층을 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)로 가열하는 단계;

[0022] (2) 상기 암모산화 반응기에, 암모니아 기체를 연속적으로 투입하는 단계;

[0023] (3) 상기 암모산화 반응기에, 암모산화 기본물질을 연속적으로 투입하는 단계; 및

[0024] (4) 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체, 암모니아 기체, 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을, 각각의 소정값으로 조정하는 단계;

[0025] 를 포함하고;

[0026] 단계 (1)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (2)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (3)의 반응기 가동 선형속도, 및 단계 (4)의 반응기 가동 선형속도는 각각, 0.03-0.15m/s, 0.04-0.18m/s, 0.04-0.32m/s 및 0.5-1.2m/s, 바람직하게는, 0.03-0.1m/s, 0.05-0.15m/s, 0.05-0.20m/s(또는, 0.04-0.17m/s) 및 0.65-0.95m/s인, 암모산화 반응을 위

한 시동공정.

- [0027] 5. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0028] 여기서, 단계 (1)에서, 상기 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은 $54\text{-}276\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $54\text{-}182\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)인, 시동공정.
- [0029] 6. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0030] 여기서, 상기 암모산화 기본물질은
- [0031] $\text{C}_{2\text{-}20}$ 탄화수소(바람직하게는, $\text{C}_{2\text{-}10}$ 탄화수소), $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-염기 알코올 또는 $\text{C}_{1\text{-}10}$ 다-염기 알코올, $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-염기 알코올 또는 다-염기 알코올의 하나 이상의 $\text{C}_{1\text{-}10}$ 알킬 에테르, $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산, 및 $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산의 하나 이상의 $\text{C}_{1\text{-}10}$ 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되고, 바람직하게는, $\text{C}_{2\text{-}10}$ 선형 또는 분지형 알칸, $\text{C}_{2\text{-}10}$ 선형 또는 분지형 올레핀, $\text{C}_{6\text{-}10}$ 방향족 탄화수소, $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-수산기 알코올, $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-수산기 알코올의 $\text{C}_{1\text{-}4}$ 알킬 에테르, $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-카르복시기의 카르복시산 및 $\text{C}_{1\text{-}10}$ 일-카르복시기의 카르복시산의 $\text{C}_{1\text{-}4}$ 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되며, 더 바람직하게는, $\text{C}_{2\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 알칸, $\text{C}_{2\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 올레핀, $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올, $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올의 $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 알킬 에테르, $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산 및 $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산의 $\text{C}_{1\text{-}4}$ 선형 또는 분지형 알킬 에스테르 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택되고, 특히 바람직하게는, 프로판, 이소부탄, 프로필렌, 이소부틸렌, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 디메틸 에테르, 메틸 에틸 에테르, 아세트산 및 메틸 아세테이트 중 적어도 하나로 구성된 군에서 선택된, 시동공정.
- [0032] 7. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0033] 여기서, 단계 (1)에서, 상기 촉매층의 온도는 360°C 이상(바람직하게는, 370°C 이상 또는 380°C 이상이지만, 바람직하게는, 500°C 이하, 450°C 이하, 400°C 이하 또는 390°C 이하), 및/또는,
- [0034] 단계 (2)에서, 상기 촉매층의 온도는 390°C 이상(바람직하게는, 400°C 이상, 더 바람직하게는, $400\text{-}440^\circ\text{C}$), 및/또는,
- [0035] 단계 (3)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400\text{-}440^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400\text{-}430^\circ\text{C}$ 또는 $410\text{-}430^\circ\text{C}$), 및/또는,
- [0036] 단계 (4)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400\text{-}550^\circ\text{C}$ 또는 $400\text{-}440^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400\text{-}440^\circ\text{C}$ 또는 $425\text{-}440^\circ\text{C}$)인, 시동공정.
- [0037] 8. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0038] 여기서, 단계 (2)를 2-20분(바람직하게는, 5-18분)동안 진행한 후, 단계 (3)이 시작, 및/또는,
- [0039] 단계 (3)을 2-50분(바람직하게는, 8-43분)동안 진행한 후, 단계 (4)가 시작, 및/또는,
- [0040] 단계 (4)를 5-30분(바람직하게는, 6-25분)동안 진행한 후, 시동공정이 종료, 및/또는, 단계 (2)의 시작부터 시동공정의 종료의 시간이 10-100분(바람직하게는, 20-60분, 더 바람직하게는, 20-50분)인, 시동공정.
- [0041] 9. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0042] 여기서, 단계 (2)에서,
- [0043] 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량의 목표값은 $7.5\text{-}110\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $13.7\text{-}69.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $7.5\text{-}45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고,
- [0044] 암모니아 기체의 투입량의 목표값과 산소-함유 기체의 투입량의 값의 비는 1:2.5-7(바람직하게는, 1:4-6.5 또는 1:4-7)이며, 및/또는,
- [0045] 단계 (3)에서,

- [0046] 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $5.2-110.5\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $9.13-65.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고, 및/또는,
- [0047] 단계 (4)에서,
- [0048] 암모산화 기본물질의 투입량의 소정값은 $110-160\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $117-143\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이고, 암모니아 기체의 투입량의 소정값은 $120-230\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $120-200\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $125-185\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)이며, 산소-함유 기체(바람직하게는, 공기)의 투입량의 소정값은 $600-1600\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $990-1600\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1000-1500\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1050-1400\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$)인, 시동공정.
- [0049] 10. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0050] 여기서, 단계 (3)은 다음의 단계:
- [0051] (3-1) 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량을 실질적으로 일정하게 유지하면서, 암모니아 반응기에 암모산화 기본물질을 투입하기 시작하는 단계; 및
- [0052] (3-2) 상기 암모산화 반응기에, 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조정하는(바람직하게는, 증가시키는) 단계;
- [0053] 를 포함하고,
- [0054] 단계 (3-1)의 반응기 가동 선형속도 및 단계 (3-2)의 반응기 가동 선형속도는, 각각, $0.04-0.18\text{m}/\text{s}$ 및 $0.04-0.32\text{m}/\text{s}$, 바람직하게는, 각각 $0.05-0.15\text{m}/\text{s}$ 및 $0.05-0.2\text{m}/\text{s}$, 또는 각각 $0.05-0.15\text{m}/\text{s}$ 및 $0.04-0.17\text{m}/\text{s}$ 인, 시동공정.
- [0055] 11. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0056] 여기서, 단계 (3-1)을 2-20분(바람직하게는, 3-18분) 동안 진행한 후, 단계 (3-2)를 시작, 및/또는,
- [0057] 단계 (3-2)을 2-30분(바람직하게는, 5-25분)을 진행한 후, 다음 단계(예를 들어, 단계 (4))를 시작, 및/또는,
- [0058] 단계 (3-1)의 시작부터 단계 (3-2)의 종료의 시간이 2-50분(바람직하게는, 8-43분)인, 시동공정.
- [0059] 12. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0060] 여기서, 단계 (3-1)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400-440^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400-430^\circ\text{C}$ 또는 $400-415^\circ\text{C}$), 및/또는,
- [0061] 단계 (3-2)에서, 상기 촉매층의 온도는 $400-550^\circ\text{C}$ 또는 $420-450^\circ\text{C}$ (바람직하게는, $400-440^\circ\text{C}$ 또는 $425-440^\circ\text{C}$)인, 시동공정.
- [0062] 13. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0063] 여기서, 단계 (3-1)에서, 상기 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량은
- [0064] 암모산화 반응기에 투입하는, 암모산화 기본물질 대 암모니아 기체의 몰비가 1:4-7, 바람직하게는, 1:4.5-6.5가 되게하는 양이며, 및/또는
- [0065] 단계 (3-2)에서, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조절하여(바람직하게는 증가시켜),
- [0066] 암모산화 반응기에 투입하는, 암모산화 기본물질 대 암모니아 기체의 몰비가 1:0.8-1:5((바람직하게는, 1:0.85-1:4.5, 또는 1:1-1:1.5, 또는 1:1.05-1:1.3)가 되도록 하며,
- [0067] 암모산화 반응기에 투입하는, 암모산화 기본물질 대 산소-함유 기체(바람직하게는, 산소 분자로서, 공기)의 몰비가 1:4-1:30(바람직하게는, 1:4.5-1:27, 또는 1:8.5-1:11.5, 또는 1:9-1:9.8)이 되게하는, 시동공정.
- [0068] 14. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0069] 여기서, 단계 (3-1)에서,
- [0070] 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $1.5-22.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ (바람직하게는, $2.74-$

13.8Nm³/h/m² 또는 1.5-11.4Nm³/h/m²), 및/또는,

- [0071] 단계 (3-2)에서,
- [0072] 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 5.2-110.5Nm³/h/m²(바람직하게는, 9.13-65.8Nm³/h/m²)이고,
- [0073] 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량의 목표값은 44.2-1270.7Nm³/h/m²(바람직하게는, 82.17-644.9Nm³/h/m²)인, 시동공정.
- [0074] 15. 상기 측면 중 임의의 측면에 따른, 시동공정으로서,
- [0075] 여기서, 단계 (3)의 시작 또는 단계 (3-1)의 시작에서,
- [0076] 반응 테일 가스의 산소 분자 함량(반응 테일 가스(reaction tail gas)의 총 부피에 대한)은 7.5vol% 이하, 바람직하게는, 7-7.5vol%이고, 및/또는,
- [0077] 단계 (3-2)의 시작에서,
- [0078] 반응 테일 가스의 산소 분자 함량(반응 테일 가스의 총 부피에 대한)은 2vol% 이하, 바람직하게는, 0.5-2vol%인, 시동공정.
- [0079] 본 발명에 따르면, 다음의 기술적 효과 중 하나가 구현될 수 있거나, 또는 바람직한 상황에서는, 이들 기술적 효과 모두가 동시에 구현될 수 있다.
- [0080] (1) 시동공정(start-up process)의 착수시간(launch time)이 현저하게 감소하고, 이에 따라 암모산화 반응 공급 원료(특히, 암모산화 기본물질 및 암모니아 기체)의 소비량이 현저하게 감소된다. 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 시동공정의 착수시간은 일반적으로 10-100분, 바람직하게는 20-60분, 더 바람직하게는 20-50분이다. 본 발명의 다른 바람직한 구현예에 따르면, 시동공정의 착수시간은 일반적으로 종래 기술의 해당하는 착수시간의, 80 % 이하, 70 % 이하, 60 % 이하, 50 % 이하, 40 % 이하, 30 % 이하, 20 % 이하, 10 % 이하, 5 % 이하, 1 % 이하, 0.5 % 이하, 0.25 % 이하, 심지어 0.1 % 이하이다.
- [0081] (2) 본원의 암모산화 반응은, 가동 시 안전하고, 낮은 폭발 위험을 갖는다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0082] 이하, 본 발명의 특정 실시예를 상세히 설명하지만, 본 발명의 범위는 특정 실시예에 제한되지 않으며, 다만 첨부된 청구범위에 의해 결정된다는 것을 주의해야 한다.
- [0083] 본 명세서에 언급된 모든 간행물, 특허 출원, 특허 및 기타 참고 문헌은 그들 전체로서 참조로서 본 명세서에 포함된다. 다르게 정의되지 않는 한, 본 명세서에서 사용되는 모든 기술적 및 과학적 용어는 통상의 기술자가 일반적으로 이해하는 의미를 갖는다. 모순이 있는 경우, 본 명세서에 기재되어 있는 정의가 우선한다.
- [0084] 본 명세서가 "통상의 기술자에게 잘 알려져 있는", "종래 기술", "당해 기술분야에 통상의 기술자에게 일반적으로 공지되어 있는" 등과 같은 표현에 의해 재료, 물질, 방법, 단계, 플랜트 또는 구성 요소 등을 도출할 때, 이러한 표현에 의해 도출되는 대상은, 본 출원이 출원된 시점에서 당해 기술 분야에서 통상적으로 사용되는 것들을 포함할 뿐만 아니라, 당해 분야에서 인정되는 바와 같이, 현재 사용되지는 않지만 당해 기술 분야에 알려져 유사한 목적에 적합하게 되는 것을 포함한다.
- [0085] 본원의 맥락에서, 용어 "암모산화 반응기(ammoxidation reactor)"는, 화학물질(예를 들어, 아크릴로니트릴 및 메스아크릴로니트릴)의 제조 분야에서의 일반적인 의미에 따라 이해되어야 한다. 예를 들어, 암모산화 반응기는, 고정층 반응기(fixed bed reactor) 및 유동층 반응기(fluidized bed reactor)를 비제한적으로 포함하여, 바람직하게는 유동층 반응기로, 암모산화 반응에 수행되는데 적합한 임의의 반응기를 지칭한다.
- [0086] 본원의 맥락에서, 용어 "시동공정(start-up process)"은 화학물질(예를 들어, 아크릴로니트릴 및 메스아크릴로니트릴)의 제조 분야에서의 일반적인 의미에 따라 이해되어야 한다. 예를 들어, 시동공정은, 반응기로의 전체 암모산화 반응에서의 공급원료의 투입량이, 반응기가 안정 상태에서 가동되는 소정값에 도달할 때까지, 암모산화 반응기의 촉매층을 예열하는 것(예열 단계에 해당)으로부터 시작하는 전체 공정을 지칭한다. 특히, 예열 단

계로서, 본 출원의 맥락에서 예열공정이라고도 한다. 또한, 본 출원의 맥락에서, 예를 들어, 암모산화 반응 공급원료의 반응기로의 투입량이 반응기가 안정된 상태에서 가동되는 소정값에 도달할 때까지, 예열 단계의 종료부터 전체 공정을 "착수공정"으로 지칭한다.

[0087] 본원발명의 맥락에서, 용어 "착수시간(launch time)"은, 암모산화 반응 공급원료의 암모산화 반응기로의 투입량이 상기 반응기가 안정 상태에서 가동되는 소정값에 도달할 때까지, 예열 단계의 종료부터 전체 공정의 전반적으로 걸린 시간을 지칭하거나, 또는 시동공정의 시작부터 종료까지 전체 공정에 전반적으로 걸린 시간(대개 분으로 또는 시간으로)을 지칭한다.

[0088] 본원의 맥락에서, 용어 "반응기 가동 선형속도(reactor operation linear speed)" 또는 "가동 선형속도(operation linear speed)" 등은, 화학물질(예를 들어, 아크릴로니트릴 및 메스아크릴로니트릴)의 제조 분야에서 일반적인 의미에 따라 이해되어야 한다. 예를 들어, 상기 용어는 반응기에서 유통하는 유체의 속도를 지칭하며, 상기 선형속도는 다음의 식 (1)에 따라 계산될 수 있다:

$$V = \frac{(Q) \cdot (Tr) \cdot (Pn) \cdot N}{(S) \cdot (Tn) \cdot (Pr) \cdot 3600} \quad (1)$$

[0089]

[0090] 식 (1)에서, Q는 Nm³/h 단위로, 반응기로의 유체의 유량(flow rate)의 합이다; S는 m² 단위로, 반응기의 유효 단면적이다; Tr는 K 단위로, 반응기의 온도이다; Tn은 273.15K이다; Pr은 Pa 단위로, 반응기의 최고 압력이다; Pn은 Pa 단위로, 표준 대기압이다; N은 반응 기체의 팽창률이다; V는 m/s 단위로, 반응기 가동 선형속도이다.

[0091] 본 출원의 맥락에서, 용어 "투입량(input amount)"은, 이는 암모산화 반응기에 투입되는 것으로, 암모산화 반응 공급원료(예를 들어, 암모산화 기본물질, 암모니아 기체 및 산소-함유 기체, 특히 프로필렌, 암모니아 기체 및 공기)의 유량을 지칭하며, 즉 투입되는 것으로 공급원료의 양을 지칭하고, 상기 양은 Nm³/h/m² 단위로, 다음의 식 (2)에 따라 계산될 수 있는데, 이는 반응기의 단면적의 평방 미터당, 시간당 정상 조건하의 기체의 체적 유량을 의미한다.

$$q = \frac{(Q)}{(S)} \quad (2)$$

[0092]

[0093] 식 (2)에서, Q는 Nm³/h 단위로, 반응기로의 유량이고, S는 m² 단위로, 반응기의 유효 단면적이다.

[0094] 본원의 맥락에서, 용어 "목표값(target value)" 또는 "소정값(predetermined value)"은, 화학물질(예를 들어, 아크릴로니트릴 및 메스아크릴로니트릴)의 제조 분야에서 일반적인 의미에 따라 이해되어야 한다. 예를 들어, 상기 용어는 수치(또한, 최종값으로 알려짐)를 지칭하는데, 이는 시동공정, 예열공정, 착수공정 또는 이 공정들의 특정 가동 단계의 종료에 도달하기 위해서, 특정 변수(예를 들어, 투입량, 온도, 압력 등)가 필요하다. 상기 공정 또는 상기 가동 단계의 시작에서, 상기 변수는 임의의 수치(초기값으로도 알려짐)일 수 있는데, 예를 들어, 0 또는 최종값이다. 구체적으로 예를 들면, 변수는 공정 또는 가동 단계의 아주 시작부터 최종값에 도달할 수 있고, 시작부터 종료까지 일정하게 유지하거나, 그 값(예를 들어, 편차가 ±10%를 넘지 않으며, 바람직하게는, 편차가 ±5%를 초과하지 않음)을 실질적으로 유지한다. 대안적으로, 상기 변수는 초기값부터 최종값까지 변화할 수 있다. 어떻게 초기값부터 최종값까지 변화하는지에 대하여, 예를 들어, 공정 또는 가동 단계가 진행하면, 변수가 초기값으로부터 최종값까지 변화된다(자체-변화 또는 외부 개입, 바람직하게는, 외부 개입, 예를 들어, 조정 또는 제어). 변화로서, 예를 들어, 당업계에서 통상적으로 공지되어 있는 임의의 변경 모드(예를 들어, 위상 모드, 선형 모드, 점프 모드, 펄스 모드, 커브 모드, 특정 식 또는 법칙 등에 따르는 모드)에 따른 증가, 감소 또는 이들의 조합이 인용될 수 있으며, 이에 특별히 제한되지 않는다.

[0095] 본 발명의 맥락에서, 용어 "탄화수소"는 선형, 분지형 또는 고리형 알칸, 선형, 분지형 또는 고리형 알켄, 및 방향족 탄화수소를 포함한다. 이 탄화수소 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

[0096] 본원의 맥락에서, 용어 "암모산화 기본물질(ammonoxidation substrate)"은 화학물질(예를 들어, 아크릴로니트릴 및 메스아크릴로니트릴)의 제조 분야에서 일반적인 의미에 따라 이해되어야 한다. 예를 들어, 상기 용어는, 암모니아 기체 및 산소 분자(예를 들어, 니트릴 화합물을 형성하기 위해서)와 암모산화 반응에 참여하는, 임의의 유기 화합물을 지칭한다. 유기 화합물로서 예를 들면, 다음이 구체적으로 예시될 수 있다: C₂₋₂₀ 탄화수소(바람직

하계는, C₂₋₁₀ 탄화수소), C₁₋₁₀ 일-염기 알코올 또는 다-염기 알코올, C₁₋₁₀ 일-염기 알코올 또는 다-염기 알코올의 하나 이상의 C₁₋₁₀ 알킬 에테르, C₁₋₁₀ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산 및 C₁₋₁₀ 일-염기 또는 다-염기 카르복시산의 하나 이상의 C₁₋₁₀ 알킬 에스테르. 유기 화합물로서 예를 들면, 보다 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: C₂₋₁₀ 선형 또는 분지형 알칸, C₂₋₁₀ 선형 또는 분지형 올레핀, C₆₋₁₀ 방향족 탄화수소, C₁₋₁₀ 일-수산기 알코올, C₁₋₁₀ 일-수산기 알코올의 C₁₋₄ 알킬 에테르, C₁₋₁₀ 일-카르복시기의 카르복시산 및 C₁₋₁₀ 일-카르복시기의 카르복시산의 C₁₋₄ 알킬 에스테르. 유기 화합물로서 예를 들면, 보다 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: C₂₋₄ 선형 또는 분지형 알칸, C₂₋₄ 선형 또는 분지형 올레핀, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-수산기 알코올의 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 알킬 에테르, C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산 및 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 일-카르복시기의 카르복시산의 C₁₋₄ 선형 또는 분지형 알킬 에스테르. 유기 화합물로서 예를 들면, 특별히 다음이 예시될 수 있다: 프로판, 이소부탄, 프로필렌, 이소부틸렌, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 디메틸 에테르, 메틸 에틸 에테르, 아세트산 및 메틸 아세테이트, 프로필렌. 이 암모산화 기본물질 또는 유기 화합물 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수도 있다. 또한, 암모산화 반응 공급원료 중 하나로서 이 암모산화 기본물질 또는 유기 화합물은 일반적으로 암모산화 반응기로 유입하는 때에 적어도 기체로서 존재하지만, 암모산화 반응기에 들어가기 전에는 기체 또는 액체 또는 이들의 조합으로서 존재할 수 있다는 점은, 당업계의 통상의 기술자 측면에서 명백하게 이해될 수 있다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서는 특별한 제한이 없다.

[0097] 본원의 맥락에서, 용어 "암모니아 기체(ammonia gas)"는 암모산화 반응 공급원료 중 하나로서 암모니아 기체를 지칭하며, 이는 암모산화 반응기로 유입하는 때에 적어도 기체로서 존재하지만, 암모산화 반응기에 들어가기 전에는 기체로서 또는 액체로서 또는 이들의 조합으로서 존재할 수 있다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서는 특별한 제한이 없다. 암모니아 기체가 상기 임의의 암모산화 반응에 수용 가능한 임의의 순도를 가질 수 있거나, 또는 당업계에 공지되어 있는 통상적 방법으로, 상기 암모산화 반응에 악영향을 주지 않는 임의의 불순물 또는 희석제(예를 들어, 질소 등)도 포함할 수 있거나; 또는 당업계에 일반적으로 공지되어 있는 임의의 방법으로 전처리(예를 들어, 유해한 불순물의 제거 등)를 해야 할 수 있다는 점은, 당업계의 통상의 기술자 측면에서 명백하다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서는 특별한 제한이 없다.

[0098] 본 발명의 맥락에서, 용어 "산소-함유 기체(oxygen-containing gas)"는 산소 분자를 함유하는 임의의 기체를 지칭한다. 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: 공기, 산소, 산소-풍부 공기, 산소-부족 공기, 인공 공기 또는 산소 및 다른 기체(들)(예를 들어, 질소 또는 수증기)의 혼합물 등. 실제 조건 또는 실제 요구에 따라, 이는 통상의 기술자에 의해 임의로 선택될 수 있다. 그러나 암모산화 반응의 가동 편이 및 제조 경제성의 관점에서는 공기가 특히 예시된다.

[0099] 본 발명의 맥락에서, 설명의 간략화를 위해, 본 발명의 맥락에서, 설명의 간략화를 위해, 구체적으로 설명되지 않은 임의의 기술적 세부사항 또는 기술적 특징, 예를 들어 유동층의 가동 모드, 암모산화 반응 모드, 반응 테일 가스의 흡수 방법, 및 반응 공급원료의 전처리 방법과 같은 정보는, 실질적인 변형 없이 당업계에 공지되어 있는 관련 정보를 직접 참조할 수 있으므로, 더 이상 본원에서 설명하지 않는다.

[0100] 본 명세서에서 지칭되는 모든 백분율, 부, 비율 등은 달리 명시되지 않는 한 중량 기준이다; 또는 중량 기준으로 통상의 기술자의 통상적 지식을 충족시키지 못한다면, 통상의 기술자에 의한 이러한 통상적 지식이 우선할 것이다.

[0101] 본 명세서의 맥락에서 개시되어 있는 둘 이상의 측면(또는 구현예)은 서로 임의로 조합될 수 있고, 이렇게 형성된 기술적 해결책(예를 들어, 방법 또는 시스템)은 본 명세서의 원래 개시의 일부 임에 특히 유의해야 할 것이다.

[0102] 본 발명에 따르면, 암모산화 반응을 위한 예열공정이 먼저 언급된다. 암모산화 반응을 위한 시동공정으로서, 암모산화 반응기의 촉매층이 어떤 방식(예를 들어, 가열 매체와 접촉하여)으로, 적절한 온도(예열 단계로 지칭)까지 가열되는 단계가 포함되어야 한다는 것은 통상의 기술자에게 잘 알려져 있다. 여기서, 예열공정은 시동공정의 예열 단계에 해당한다.

[0103] 본 발명의 일 측면에 따르면, 예열공정은 암모산화 반응기의 촉매층을 가열 매체로 가열하는 단계를 포함한다. 여기서, 가열 매체로서, 암모산화 반응의 예열 단계에서 사용되는 것으로 공지되어 있는, 임의의 가열 매체를

사용할 수 있다. 가열 매체로서 예를 들면, 수증기, 질소 기체 및 산소-함유 기체, 특히 공기가 예시될 수 있다. 이 가열 매체들 중 하나를 단독으로 사용하거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

[0104] 본 발명의 일 측면에 따르면, 상기 예열공정에서, 암모산화 반응기의 반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s이고, 바람직하게는 0.03-0.1m/s로 제어된다. 이를 위해, 반응기 가동 선형속도는, 예컨대 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입 유량 또는 투입량 등을 조정함으로써, 편히 달성될 수 있다. 본 발명자들은, 놀랍게도 반응기 가동 선형속도를 특정 범위로 제한함으로써, 본 발명의 시동공정의 착수시간이 현저하게 단축될 수 있고, 암모산화 반응의 공급원료 소비량도 현저하게 감소된 것을 발견했다.

[0105] 본 발명의 일 측면에 따르면, 상기 예열공정에서, 암모산화 반응기의 가열 매체의 투입량은 일반적으로 54-276Nm³/h/m², 바람직하게는, 54-182Nm³/h/m²이다. 이를 위해, 투입량은, 예컨대 암모산화 반응기에 가열 매체의 투입 유량을 조정함으로써, 편히 조정될 수 있다. 본 발명의 발명자들은 특정 범위로 투입량을 제한함으로써, 본 발명의 시동공정의 착수시간을 현저하게 줄일 수 있고, 암모산화 반응 공급원료의 소비량도 현저하게 감소된 것을 발견했다.

[0106] 이론에 구애받지 않고, 본 발명의 발명자들은, 예열 단계의 종료에서, 종래 기술의 것보다 더 낮은 반응기 가동 선형속도 또는 더 적은 가열 매체 투입량을 사용함으로써, 암모산화 반응기의 가열 매체의 총 잔류량이 현저하게 감소하고, 이로써 후속 착수공정에서 처리(예를 들어, 퍼징되거나 또는 소비되는)될 필요가 있는 가열 매체의 총량도 현저하게 감소된다고 생각한다. 이런 이유로, 각각의 암모산화 반응 공급원료는 암모산화 반응기의 안정적인 가동에 의해 규정된 요구사항에 재빨리 이를 수 있으며, 그에 따라 이들 반응 공급원료의 소비량이 현저하게 감소되는 결과를 초래한다. 또한, 특히 가열 매체가 산소-함유 기체(특히, 공기)인 경우, 가동 선형속도 또는 투입량이 본 발명에서 특정한 범위를 초과하면, 반응기로 유입하는 산소-함유 기체의 양이 상대적으로 높기 때문에, 후속 시동공정에 존재하는 불완전하게 반응된 암모니아 기체가 특정 농도의 산소에 즉각 노출될 가능성이 배제되지 않으며, 이는 폭발 위험을 초래할 수 있다. 또한, 가동 선형속도 또는 투입량이 본 발명이 특정한 범위보다 낮으면, 촉매의 유동화 품질이 나빠질 가능성이 있어, 암모산화 반응 공급원료의 반응 공정이 불충분하여, 시스템에서 미반응 암모니아 기체의 비율이 증가하여, 이로써 폭발 사고의 위험이 증가하는 결과를 초래한다.

[0107] 본 발명의 일 측면에 따르면, 상기 암모산화 반응기의 촉매층은, 예열 단계 또는 예열공정을 통해, 암모산화 반응기가 종래 기술에 따라 예열되는 경우 예상될 수 있는 임의의 온도로 가열된다; 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: 360℃ 이상, 370℃ 이상, 또는 380℃ 이상, 또는 일반적으로 500℃ 이하, 450℃ 이하, 400℃ 이하, 또는 390℃ 이하; 하지만, 본 발명의 이 측면에서는 특별한 제한이 없다. 또한, 예열 단계 또는 예열공정이 요구하거나 또는 겪는 시간은 본 발명에 의해 제한되지 않으며, 상기 시간은 제조 플랜트의 각 단위가 시동 가동의 필수조건을 갖는지의 여부에 달려 있으며, 일반적으로는 예측하기도 어렵다. 또한, 가열의 온도 상승률로서, 당업계에 통상 알려져 있는 임의의 수치값은, 하나의 예로서이지만, 대개 10-100℃/h 라 할 수 있다.

[0108] 본 발명의 일 측면에 있어서, 예열 단계 또는 예열공정에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은, 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.030-0.055MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.

[0109] 본 발명의 일 측면에 따르면, 사용되는 촉매는, 암모산화 기본물질, 암모니아 기체 및 산소 분자를 생성하여 암모산화 반응(예를 들어, 니트릴을 화합물을 형성함)을 수행하도록 하는, 당업계에 공지되어 있는 임의의 촉매인 한, 특별히 제한되지 않는다. 촉매로서 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 활성 원소 Mo를 함유하는, Mo-Bi 계/지지 촉매, Mo-Fe 계/지지 촉매, Mo-V 계/지지 촉매 등, 또는 활성 원소 Sb를 함유하는, Sb-Fe 계/지지 촉매 등. 이 촉매들 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 본원에서, 지지체로서, 다음이 예시될 수 있다: 알루미늄 및 실리카. 이 지지체 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 입자 크기 분포로서 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 40-80 μm의 평균 입자 크기, 및 0-30%의 90 μm 초과 입자 크기, 30-50%의 45 μm 미만의 입자 크기, 및 10% 이상의 20 μm 미만의 입자 크기. 촉매의 입자 형상으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 구 형상, 기둥 형상, 고리 형상, 매화꽃 형상 및 토끼풀 형상. 예를 들어, 촉매 입자는 전형적으로 1-10 mm의 바깥지름, 일반적으로 2-10mm의 길이를 갖는다. 촉매는 상업상 직접 이용 가능할 수 있거나 또는 당업계에 공지되어 있는 임의의 통상적 방법으로 제조될 수 있다.

[0110] 본 발명의 일 측면에 따르면, 암모산화 반응기의 유형은 특히 제한되어 있지 않으며, 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: 고정층 반응기 및 유동층 반응기, 바람직하게는, 유동층 반응기. 예를 들어, 유동층 반응기는 기체 분배 플레이트, 기체 분배기, 냉각수 파이프, 사이클론 분리기 등을 포함할 수 있다. 이를 위해, 산

소-함유 기체 또는 가열 매체는 기체 분배 플레이트를 통해 유동층 반응기의 내부로 유입할 수 있고, 암모산화 기본물질 및/또는 암모니아 기체는 기체 분배기를 통해 유동층 반응기의 내부로 유입할 수 있다. 냉각수 파이프는 반응기로부터의 과잉 열을 제거할 수 있으며, 사이클론 분리기는 기체-혼입 촉매를 반응기의 하단에 돌려줄 수 있다. 또한, 유동층 반응기는, 온도 및 압력을 측정하는, 여러 모니터링 지점이 제공되고, 각각의 반응 공급원료, 가열 매체 등의 투입량(Nm^3/h 또는 $\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$), 반응기 가동 선형속도를 포함한 반응 시스템의 가동 상태 등은 DSC 제어 시스템 상에서 직접 확인할 수 있다.

[0111] 본 발명의 일 측면에 따르면, 예열공정 또는 예열 단계의 종료 후, 이어서 암모산화 반응의 시동공정의 착수공정이 당업계의 통상의 기술자에게 공지되어 있는 임의의 방법에 따라 수행될 수 있다. 이런 이유로, 착수공정을 수행하기 위해, 예를 들어, 다음이 예시될 수 있다: 상기 예열공정 또는 예열 단계의 종료 후, 각각의 암모산화 반응 공급원료(암모니아 기체, 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질을 포함, 특히 암모니아 기체, 공기 및 프로필렌을 포함)를 당업계에 공지되어 있는 임의의 방식 및 임의의 방법에 따라 암모산화 반응기에 투입하고, 요구사항에 따라 암모산화 반응기로의 암모산화 반응 공급원료의 투입량 전체는, 암모산화 반응기가 안정적으로 가동되는 소정값에 도달할 때까지, 암모산화 반응기로의 이 암모산화 반응 공급원료의 투입이 각각 또는 조합하여 조정된다.

[0112] 본 발명의 일 측면에 따르면, 본 발명은 또한 암모산화 반응의 시동공정에 관한 것이다. 암모산화 반응의 시동공정은 예열 단계 및 착수공정을 포함해야만 하는 것으로 당업계에 공지되어 있다. 바람직하게는, 예열 단계는 본 발명의 설명에서 진술한 예열공정에 해당할 수 있다.

[0113] 본 발명의 일 측면에 따르면, 암모산화 반응의 시동공정은 다음의 단계를 포함한다:

[0114] (1) 암모산화 반응기의 촉매층을 산소-함유 기체로 가열하는 단계(때로는 예열 단계로 지칭);

[0115] (2) 암모산화 반응기에 암모니아 기체를 연속적으로 투입하는 단계;

[0116] (3) 암모산화 반응기에 암모산화 기본물질을 연속적으로 투입하는 단계; 및

[0117] (4) 선택적으로, 암모산화 반응기에 산소-함유 기체, 암모니아 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 각각의 소정값으로 조정하는 단계.

[0118] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (1)에서, 산소-함유 기체로서, 공기가 특히 예시될 수 있다.

[0119] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (1)에서, 암모산화 반응기의 반응기 가동 선형속도는 0.03-0.15m/s이고, 바람직하게는, 0.03-0.1m/s로 제어된다. 이런 이유로, 반응기 가동 선형속도는, 예컨대 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입 유량 또는 투입량을 조정하는 등에 의해, 편히 달성될 수 있다. 본 발명의 발명자들은 놀랍게도, 반응기 가동 선형속도를 특정 범위로 제한함으로써, 본 발명의 시동공정의 착수시간이 현저하게 감소하고, 이에 따라 암모산화 반응 공급원료의 소비량도 현저하게 감소한 것을 발견했다.

[0120] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (1)에서, 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입량은 일반적으로 54-276 $\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이고, 바람직하게는, 54-182 $\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다. 이런 이유로, 투입량은, 예컨대 암모산화 반응기로의 가열 매체의 투입 유량을 조정함으로써, 편히 조정될 수 있다. 본 발명의 발명자들은 놀랍게도, 투입량을 특정 범위로 제한함으로써, 본 발명의 시동공정의 착수시간이 현저하게 감소하고, 이에 따라 암모산화 반응 공급원료의 소비량도 현저하게 감소한 것을 발견했다.

[0121] 이론에 구애받지 않고, 본 발명의 발명자들은, 예열 단계의 종료에서, 종래 기술에 비해, 더 낮은 반응기 가동 선형속도 또는 더 적은 산소-함유 기체의 투입량을 사용함으로써, 암모산화 반응기 내 산소-함유 기체의 총 잔류량이 현저하게 감소되고, 이로써 후속 착수공정에서 처리(예를 들어, 퍼징되거나 또는 소비되는)될 필요가 있는 산소-함유 기체의 총량도 감소한다고 생각한다. 이런 이유로, 각각의 암모산화 반응 공급원료는 암모산화 반응기의 안정적인 가동에 의해 규정된 요구사항에 재빨리 이를 수 있으며, 그에 따라 이들 반응 공급원료의 소비량이 현저하게 감소되는 결과를 초래한다. 또한, 가동 선형속도 또는 투입량이 본 발명에서 특정한 범위를 초과하면, 반응기로 유입하는 산소-함유 기체의 양이 상대적으로 높기 때문에, 후속 시동공정에 존재하는 불완전하게 반응된 암모니아 기체가 특정 농도의 산소에 즉각 노출될 가능성이 배제되지 않으며, 이는 폭발 위험을 초래할 수 있다. 또한, 가동 선형속도 또는 투입량이 본 발명에서 특정한 범위보다 낮으면, 촉매의 유동화 품질이 나쁠 가능성이 있어 암모산화 반응 공급원료의 반응 공정이 불충분하여, 시스템에서의 미반응 암모니아 기체의 비율이 증가하여 폭발 사고의 위험이 증가하는 결과를 초래한다.

- [0122] 본 발명의 일 측면에 따르면, 암모산화 반응기의 촉매층은, 단계 (1)을 통해 종래 기술에 따라 암모산화 반응기가 예열될 경우 예상될 수 있는 임의의 온도로 가열된다; 예를 들어, 다음이 예시될 수 있다: 360℃ 이상, 370℃ 이상, 또는 380℃ 이상, 또는 일반적으로 500℃ 이하, 450℃ 이하, 400℃ 이하, 또는 390℃ 이하; 하지만, 본 발명의 이 측면에서 특별한 제한은 없다. 또한, 단계 (1)이 요구하거나 겪는 시간은 본 발명에 의해 제한되지 않으며, 상기 시간은 제조 플랜트의 각 단위가 시동 가동의 필수조건을 갖는지의 여부에 달려 있으며, 일반적으로는 예측도 어렵다. 또한, 가열의 온도 상승률로서, 당업계에 통상 알려져 있는 임의의 수치값은, 하나의 예로서이지만, 대개 10-100℃/h 라 할 수 있다.
- [0123] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (1)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.030-0.055MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.
- [0124] 본 발명의 일 측면에 따르면, 사용되는 촉매는, 암모산화 기본물질, 암모니아 기체 및 산소 분자를 생성하여 암모산화 반응(예를 들어, 니트릴을 화합물을 형성)을 수행하도록 하는, 당업계에 공지되어 있는 임의의 촉매인 한, 특별히 제한되지 않는다. 촉매로서 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 활성 원소 Mo를 함유하는, Mo-Bi 계/지지 촉매, Mo-Fe 계/지지 촉매, Mo-V 계/지지 촉매 등, 또는 활성 원소 Sb를 함유하는, Sb-Fe 계/지지 촉매 등. 이 촉매 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 본원에서, 지지체로서, 다음이 예시될 수 있다: 알루미늄 및 실리카. 이 지지체 중 하나를 단독으로 사용할 수 있거나, 또는 그 중 2개 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 입자 크기 분포로서 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 40-80 μm의 평균 입자 크기, 및 0-30%의 90 μm 초과와 30-50%의 45 μm 미만의 입자 크기, 및 10% 이상의 20 μm 미만의 입자 크기. 촉매의 입자 형상으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 구 형상, 기둥 형상, 고리 형상, 매화꽃 형상 및 토끼풀 형상. 예를 들어, 촉매 입자는 전형적으로 1-10 mm의 바깥지름, 일반적으로 2-10mm의 길이를 갖는다. 촉매는 상업상 직접적으로 이용 가능할 수 있거나 또는 당업계에 공지되어 있는 임의의 통상적 방법으로 제조될 수 있다.
- [0125] 발명의 일 측면에 따르면, 암모산화 반응기의 유형은 특별히 제한되어 있지 않으며, 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: 고정층 반응기 및 유동층 반응기, 바람직하게는, 유동층 반응기. 예를 들어, 유동층 반응기는 기체 분배 플레이트, 기체 분배기, 냉각수 파이프, 사이클론 분리기 등을 포함할 수 있다. 이를 위해, 산소-함유 기체 또는 가열 매체는 기체 분배 플레이트를 통해 유동층 반응기의 내부로 들어갈 수 있고, 암모산화 기본물질 및/또는 암모니아 기체는 기체 분배기를 통해 유동층 반응기의 내부로 들어갈 수 있다. 냉각수 파이프는 반응기로부터의 과잉 열을 제거할 수 있으며, 사이클론 분리기는 기체-혼입 촉매를 반응기의 하단에 돌려보낼 수 있다. 또한, 유동층 반응기는, 온도 및 압력을 측정하는, 여러 모니터링 지점이 제공되고, 반응 공급원료, 가열 매체 등의 각각의 투입량(Nm³/h 또는 Nm³/h/m²), 반응기 가동 선형속도를 포함한 반응 시스템의 가동 상태 등은 DSC 제어 시스템 상에서 직접 확인할 수 있다.
- [0126] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (1)의 예열 단계의 종류 후, 암모산화 반응의 착수공정이 시작된다. 여기서, 상기 착수공정은, 적어도, 상술된 단계 (2), 단계 (3) 및 단계 (4)를 포함하거나, 또는 단계 (2)부터 시작하여 단계 (4)의 종료까지의 전체 공정이 커버된다.
- [0127] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 암모산화 반응기에 암모니아 기체가 연속적으로 투입된다.
- [0128] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 촉매층의 온도는 일반적으로 390℃ 이상, 바람직하게는, 400℃ 이상, 더 바람직하게는, 400-440℃이다. 암모니아 기체를 투입한 후, 암모산화 반응에 의해 방출된 열은, 암모니아 기체 투입 전의 온도에 비해 온도가 올라가도록 야기하고, 일반적으로 암모산화 기본물질이 암모산화 반응을 겪는 초기의 온도에 달성할 수 있다. 너무 높은 온도를 피하기 위해, 때로는 단계 (2) 중에, 촉매층의 온도를 제어하는 특정량의 냉각 코일을 동시에 투입할 필요가 있다.
- [0129] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량의 목표값은 일반적으로 7.5-110Nm³/h/m², 13.7-69.1Nm³/h/m² 또는 7.5-45.6Nm³/h/m²이다. 특히, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우, 목표값은 일반적으로 7.5-45.6Nm³/h/m²이다. 암모니아 기체를 투입하는 방식으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 임의의 모드 또는 당업계에서 통상 공지되어 있는 임의의 모드에 따르면, 소량부터 시작하여 점차 목표값으로 증가시킬 수 있거나(예를 들어, 여러 번으로, 여러 단계 또는 연속적으로), 또는 한 번에 목표값을 달성할 수 있다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서 특별한 제한은 없다. 소량부터 시작하여 점차 목표값으로 증가시켜 암모니아 기체를 투입하는 방법에서, 순간적인 많은 유량의 위험이 제어 밸브에 의해 방지될 수 있고, 순간

많은 유량의 경우 파이프라인에 생길 수 있는 정전기가 감소될 수 있다.

- [0130] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 암모니아 기체의 투입량의 목표값과 산소-함유 기체의 투입량 값의 비율은 일반적으로 1:2.5-7, 바람직하게는, 1:4-6.5이다. 이런 이유로, 본 발명에 의해, 비율을 특정한 범위 내로 포함시키기 위해, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량을 조정하거나 또는 제어하면서, 암모산화 반응기로의, 요구조건에 따르는 산소-함유 기체의 투입량을 이에 따라 조정하거나 또는 제어하는 것이 때때로 필요하다. 사실은 통상의 기술자 측면에서 명백할 것이다. 단계 (2)에서 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은, 본 발명이 특정한 바와 같이 투입량과 이의 비율이 요구조건을 달성할 수 있는 한, 본 발명에 의해 특별히 제한되지 않는다. 필요에 따라, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은 단계 (2) 내내 실질적으로 일정하게 유지될 수 있다. 가동 편의상, 적어도 단계 (2)의 시작에서, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량은, 단계 (1)의 종료에 달성된 해당 값일 수 있으며, 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: $54-276\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$. 또한, 용어 "실질적으로 일정"은, 절대적으로 일정하게 남거나 수치값의 변화 크기가 $\pm 10\%$ (바람직하게는, $\pm 5\%$)인 것을 의미한다.
- [0131] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.030-0.040MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.
- [0132] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)에서, 반응기 가동 선형속도는 일반적으로 0.04-0.18m/s, 바람직하게는, 0.05-0.15m/s이다.
- [0133] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)가 2-20분 동안 진행된 후, 단계 (3)이 시작한다. 단계 (2)가 5-18분 동안 진행된 후, 단계 (3)이 시작하는 것이 바람직하다. 즉, 예를 들어, 단계 (2)가 2-20 분 동안 진행되는 시간에 단계 (3)이 시작하거나, 또는 단계 (2)가 2-20 분 동안 종료까지 진행하고 나서, 단계 (3)이 시작한다; 다른 유사한 표현들도 유사하게 이해될 수 있다. 또한, 본 출원 발명의 맥락에서, 예를 들어, 용어 "종료"는 때때로 특정 단계와 관련하여 사용될 것이다; 용어 "종료"는 단지 후속 단계로의 혼입으로 인한 단계의 부재만을 나타내지만, 상기 단계와 연관된 물질을 운반하기 위한 가동의 종료를 의미하는 것은 아니다. 구체적으로, 단계 (2)와 연관된 "암모산화 반응기에 암모니아 기체를 연속적으로 투입"하는 것을 예로 들면, 소위 "단계 (2)의 종료"는 단지, 후속 단계 (3) 또는 단계 (3-1) 로의 혼입 때문에, 단계 (2)의 부재를 나타내지만, 단계 (2)와 연관된 암모산화 반응기에 암모니아 기체를 지속적으로 투입하는 가동은 여전히 후속 단계 (3) 또는 단계 (3-1)에서 계속되며, 종결되지 않는다. 다른 유사한 표현들도 유사하게 이해될 수 있다.
- [0134] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)에서, 암모산화 기본물질, 특히 프로필렌이, 암모산화 반응기에 연속적으로 투입된다.
- [0135] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)의 시작에서, 상기 조성물이 폭발 한계 범위 내에 있기 때문에, 가동 안전성을 향상시키거나 암모산화 반응기에서 반응 혼합물의 폭발 위험을 감소시키는 관점에서, 예를 들어, 반응 테일 가스(즉, 암모산화 반응기의 배출구로부터 충전된 테일 가스)의 산소 분자의 함량(테일 가스의 총 부피에 대한)은 일반적으로 7.5vol % 이하, 바람직하게는, 7-7.5vol %이다.
- [0136] 본 발명의 일 측면에 따르면, 암모니아 기체는 암모산화 기본물질(예컨대 프로필렌)에 앞서 암모산화 반응기로 유입한다. 물질의 MSDS 특성으로부터, 암모니아 기체는 암모산화 기본물질보다 폭발 하한이 더 높다; 즉, 동일한 산소-함유 분위기에서, 0부터 폭발 하한까지의 농도 범위에서, 가동공정은 시스템에서 암모니아 기체의 안전한 가동 농도가 시스템에서 암모산화 기본물질의 안전한 가동 농도보다 명백하게 높아지도록 한다; 반응기에, 암모니아 기체 이전의 암모산화 기본물질의 유입과 비교하여, 플랜트의 시동공정에서, 반응기에, 암모산화 기본물질 이전의 반응 공급원료로서 암모니아 기체의 유입은 폭발 위험을 실질적으로 감소시키고 실질적으로 안전 계수를 증가시킨다.
- [0137] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)에서, 촉매층의 온도는 일반적으로 400-440°C, 바람직하게는, 400-430°C 또는 410-430°C이다. 너무 높은 온도를 방지하기 위해, 때로는, 단계 (3) 중에, 특정량의 냉각 코일을 동시에 투입하여, 촉매층의 온도를 제어하는 것이 필요하다.
- [0138] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)에서, 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 일반적으로 $5.2-110.5\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$, 바람직하게는, $9.13-65.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다. 여기서, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체 및 암모니아 기체 각각의 투입량 또는 투입량의 변화 모드는 특별히 제한되지 않으며, 이 암모산화 반응의 공급 원료들의 암모산화 반응이 적어도 그 어떤 폭발 위험 없이 수행될 수 있는 한, 환경에 따라서 당업계의 통상의

기술자에 의해 임의로 선택될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량으로서 예를 들면, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: $44.2-1270.7\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이지만, 본 발명은 이에 제한되지 않는다. 또한, 구체적으로 예를 들면, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량으로서 예를 들면, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: $7.5-110\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이지만, 본 발명은 이에 제한되지 않는다.

- [0139] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.030-0.045MPa이지만, 가끔은 이에 제한되지 않는다.
- [0140] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)에서, 반응기 가동 선형속도는 일반적으로 0.04-0.32m/s, 바람직하게는, 0.05-0.20m/s 또는 0.04-0.17m/s이다.
- [0141] 폭발 위험을 피하는 관점에서, 단계 (3)은, 적어도 단계 (3-1) 및 단계 (3-2)를 포함한다.
- [0142] 단계 (3-1): 암모니아 반응기로의 암모니아 기체의 투입량을 실질적으로 일정하게 유지하면서, 암모산화 기본물질을 암모산화 반응기에 투입하기 시작하는 단계. 여기서, 용어 "실질적으로 일정"은 수치값이 절대적으로 일정하게 유지되거나 수치값의 변화 크기가 $\pm 10\%$ (바람직하게는 $\pm 5\%$) 내에 있는 것을 의미한다. 여기서, 가동 편의성을 위해, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량은 단계 (2) 종료에서 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량은, 예를 들어 일반적으로, $7.5-110\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$, $13.7-69.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $7.5-45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다. 특히, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우, 암모니아 기체의 투입량은 일반적으로 $7.5-45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다.
- [0143] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)의 시작에서, 조성물이 폭발 하한 범위 내에 있기 때문에, 암모산화 반응기에서 가동 안전을 개선하거나 반응 혼합물의 폭발 위험을 감소시키는 관점에서, 반응 테일 가스(즉, 암모산화 반응기의 배출구로부터 배출된 테일 가스) 중 산소 분자(테일 가스의 총 부피에 대한)의 함량은 일반적으로 7.5vol % 이하, 바람직하게는, 7-7.5vol %이다.
- [0144] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)에서, 상기 촉매층의 온도는 400-440°C, 400-430°C 또는 400-415°C이다. 너무 높은 온도를 방지하기 위해, 단계 (3-1) 중에, 특정량의 냉각 코일을 동시에 투입하여, 촉매층의 온도를 제어하는 것이 필요하다.
- [0145] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.030-0.040MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.
- [0146] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)에서, 암모산화 반응기에 투입된, 암모산화 기본물질과 암모니아의 몰비는 일반적으로, 1:4-7, 바람직하게는, 1:4.5-6.5이다. 당업계에서 통상적으로 공지된 임의의 방법과 임의의 방식, 예를 들어, 암모산화 기본물질의 암모산화 반응기로의 투입량을 조정하는 등에 의해, 상기 몰비가 구현될 수 있다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서 특별한 제한은 없다.
- [0147] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)에서, 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 투입량의 목표값은 $1.5-22.1\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$, $2.74-13.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $1.5-11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 일 수 있다. 특히, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우, 투입량의 목표값은 일반적으로 $1.5-11.4\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다. 암모산화 기본물질(특히, 프로필렌)이 암모산화 반응기에 투입된 경우에, 소량부터 시작하여 점차 목표값으로 증가시킬 수 있거나(예를 들어, 여러 번으로, 여러 단계 또는 연속적으로), 또는 한 번에 목표값을 달성할 수 있다; 하지만, 본 발명의 이 측면에서 특별한 제한은 없다. 암모산화 기본물질이 도입되면, 상기 기본물질의 암모산화 반응도, 현재 온도 조건에서 촉매의 작용하에 진행된다. 암모산화 반응의 속도는 매우 높으며, 반응 중에 더 많은 산소 분자가 소비되어, 반응 테일 가스 중 산소 분자 함량이 더 감소되는 한편, 반응 열이 배출된다. 암모산화 반응기 중 산소 분자 함량의 추가 감소 때문에, 아크틸로니트릴과 같은, 가연성 물질로서 반응 생성물의 폭발 한계가 회피될 수 있으며, 이는 암모산화 기본물질을 투입할 때, 적은 목표값(종래기술에 비해)이 사용되는 이유이기도 하다.
- [0148] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)이 2-20분 동안 진행된 후에, 단계 (3-2)가 시작한다. 단계 (3-2)가 3-18분 동안 진행된 후에, 단계 (3-2)를 시작하는 것이 바람직하다.
- [0149] 단계 (3-2): 암모산화 반응기에 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조정하는 단계. 여기서, 상기 조정으로서, 이는 당업계에 공지되어 있는 임의의 방식으로 수행될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 암모산화 반응기로 산소-함유 기체 및/또는 암모산화 기본물질을 투입하기 위한 파이프 라인 상에서, 유량 조정 장치(예를 들어, 밸브, 유량계, 오리피스 플레이트 등)를 변화시키는 결과로서 투입량

이 변화될 수 있다. 또한, 조정하는 방식으로서 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 초기 투입량부터 시작하여 점차 목표값으로 증가(예를 들어, 여러 번으로, 여러 단계 또는 연속적으로)할 수 있다.

- [0150] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)의 시작에서, 예를 들어, 조성물이 폭발 한계 범위 내에 있기 때문에, 암모산화 반응기에서 가동 안전을 개선 시키거나 또는 반응 혼합물의 폭발 위험을 감소시키는 관점에서, 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량(테일 기체의 총 부피에 대한)은 일반적으로 2vol % 이하, 바람직하게는 0.5-2vol %이다. 또한, 촉매 활성의 감소를 피하는 관점에서, 바람직하게는 단계 (3-2)의 전체 공정에서, 예를 들어 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량을 조정함으로써, 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량(테일 가스의 총 부피에 대한)은 따라서 0.5 내지 2vol %의 범위로 유지된다.
- [0151] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)에서, 암모산화 기본물질의 종류에 따라, 촉매층의 온도는 일반적으로 400-550°C, 420-450°C, 400-440°C 또는 425-440°C이다. 특히, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우에, 온도는 일반적으로 420-450°C, 바람직하게는, 425-440°C이다. 너무 높은 온도를 방지하기 위해, 단계 (3-2) 중에, 특정량의 냉각 코일을 동시에 투입하여, 촉매층의 온도를 제어하는 것이 때로는 필요하다.
- [0152] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로, 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.035-0.045MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.
- [0153] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)에서, 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 암모산화 반응기로의 각각의 투입량은 조정되거나 점진적으로 증가(예를 들어, 여러 번으로, 여러 단계 또는 연속적으로)되어, 플랜트가 정상적으로 가동할 때, 암모산화 반응기로 유입되는, 암모산화 기본물질 대 암모니아 기체의 몰비(암모니아 기체 비율) 및/또는 암모산화 기본물질 대 산소-함유 기체의 몰비(공기 비율)가 비례 변수에 도달한다. 반응기의 특정 크기 및 내부 구성요소의 배열에 따라, 플랜트가 정상적으로 가동할 때, 비례 변수를 변경될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 암모니아 기체 비는 일반적으로 1 : 0.8-1 : 5, 바람직하게는 1 : 0.85-1 : 4.5이다. 구체적으로 예를 들면, 공기비는 일반적으로 1 : 4-1 : 30, 바람직하게는 1 : 4.5-1 : 27이다. 또한, 예를 들어, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우에, 암모니아 기체비는 일반적으로 1 : 1-1 : 1.5, 바람직하게는 1 : 1.05-1 : 1.3이다. 또한, 예를 들어, 암모산화 기본물질이 프로필렌인 경우에, 공기비는 일반적으로 1 : 8.5-1 : 11.5, 바람직하게는 1 : 9-1 : 9.8이다. 또한, 본 발명에 의해 특정한 범위로 비율을 포함시키기 위해, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체 및 암모산화 기본물질의 투입량을 각각 조정하면서, 암모산화 반응기로의 요구 조건에 따르는 암모니아 기체의 투입량을 이에 따라 조정하거나 또는 제어하는 것이 때때로 필요하다는 사실은 당업계의 통상의 기술자 측면에서 명백할 것이다. 단계 (2)에서 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량은, 그 어떠한 폭발 위험 없이, 본 발명이 특정한 것처럼, 비율이 요구조건을 달성할 수 있는 한, 본 발명에 의해 특별히 제한되지 않는다. 필요에 따라, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량은 단계 (3-2) 내내 실질적으로 일정하게 유지될 수 있다. 가동 편의상, 적어도 단계 (3-2)의 시작에서, 암모산화 반응기로의 암모니아 기체의 투입량은, 단계 (3-1)의 종료에 도달한 해당 수치값일 수 있으며, 예를 들어, 구체적으로 다음이 예시될 수 있다: $7.5-110\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 또는 $7.5-45.6\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$. 또한, 용어 "실질적으로 일정"은 절대적으로 일정하게 남거나 수치값의 변화 크기가 $\pm 10\%$ (바람직하게는, $\pm 5\%$)인 것을 의미한다.
- [0154] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)에서, 암모산화 반응기로의 암모산화 기본물질의 목표값은 $5.2-110.5\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$, 바람직하게는, $9.13-65.8\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이고, 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체의 투입량의 목표값은 $44.2-1270.7\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$, 바람직하게는, $82.17-644.9\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 이다.
- [0155] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)의 반응기 가동 선형속도는 일반적으로 0.04-0.18m/s, 바람직하게는, 0.05-0.15m/s 또는 0.05-0.15m/s이다.
- [0156] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)의 반응기 가동 선형속도는 일반적으로 0.04-0.32m/s, 바람직하게는, 0.05-0.2m/s 또는 0.04-0.17m/s이다.
- [0157] 본 발명의 일 측면에 따르면, 본 발명의 보다 우수한 기대되는 기술적 효과의 관점에서, 바람직하게는 단계 (3-1)의 반응기 가동 선형속도 및 단계 (3-2)의 반응기 가동 선형속도는, 각각 0.04-0.18m/s 및 0.04-0.32m/s이고, 바람직하게는, 각각 0.05-0.15m/s 및 0.05-0.2m/s이며, 또는 각각 0.05-0.15m/s 및 0.04-0.17m/s 이다.
- [0158] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-2)가 2-30분 동안 진행된 후, 후속 단계가 시작한다. 여기서, 후속 단계로서 예를 들면, 단계 (4)가 예시될 수 있다. 단계 (3-2)가 5-25분 동안 진행된 후, 후속 단계가 시작하는 것이

바람직하다.

- [0159] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3-1)을 시작하여 단계 (3-2)의 종료까지의 시간은 일반적으로 2-50분, 바람직하게는, 8-43분이다.
- [0160] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (3)이 2-50분 동안 진행된 후, 단계 (4)가 시작한다. 단계 (3)이 8-43분 동안 진행된 후, 단계 (4)가 시작하는 것이 바람직하다.
- [0161] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 암모산화 반응기로의, 산소-함유 기체, 암모니아 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량은 각각의 소정값으로 조정된다. 암모산화 반응기로의 산소-함유 기체, 암모니아 기체 및 암모산화 기본물질의 각각의 투입량이, 단계 (3) 또는 단계 (3-2)와 같이, 단계 (4)전에 다른 단계(들)를 통해 각각의 소정값으로 조정되면, 이 단계 (4)는 생략되어 선택적인 단계가 될 수 있다. 하지만, 가동 안정의 관점에서, 단계 (4)는 바람직하게는 존재한다.
- [0162] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 촉매층의 온도는 400-550℃ 또는 400-440℃, 바람직하게는, 400-440℃ 또는 425-440℃이다. 너무 높은 온도를 방지하기 위해, 단계 (4) 중에, 특정량의 냉각 코일을 동시에 투입하여, 촉매층의 온도를 제어하는 것이 때로는 필요하다.
- [0163] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 암모산화 반응기 내 압력(게이지 압력)은 일반적으로 0.030-0.060MPa, 바람직하게는, 0.035-0.055MPa이지만, 때로는 이에 제한되지 않는다.
- [0164] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 암모산화 기본물질(특히, 프로필렌)의 투입량의 소정값은 110-160Nm³/h/m², 바람직하게는, 117-143Nm³/h/m²이다. 이를 위해, 암모산화 기본물질의 투입량은 당업계에 공지되어 있는 임의의 방식에 따라 소정값으로 조정될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 암모산화 반응기로 암모산화 기본물질을 투입하기 위한 파이프라인 상의 유량 조정 장치(예를 들어, 밸브, 유량계, 오리피스 플레이트 등)를 변화시키는 결과에 의해 투입량을 변경할 수 있다. 또한, 조정하는 방식으로서, 예를 들어, 다음이 예시될 수 있다: 초기 투입량에서 시작하여 이에 따라 소정값으로 점차 증가(예를 들어, 여러 번, 여러 단계 또는 연속적으로)할 수 있다.
- [0165] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 암모니아 기체의 투입량의 소정값은 120-230Nm³/h/m², 바람직하게는, 125-185Nm³/h/m²이다. 이를 위해, 암모니아 기체의 투입량은 당업계에 공지되어 있는 임의의 방식에 따라 소정값으로 조정될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 암모산화 반응기로 암모니아 기체를 투입하기 위한 파이프라인 상의 유량 조정 장치(예를 들어, 밸브, 유량계, 오리피스 플레이트 등)를 변화시키는 결과로서 투입량을 변경할 수 있다. 또한, 조정하는 방식으로서, 예를 들어, 다음이 예시될 수 있다: 초기 투입량에서 시작하여 이에 따라 소정값으로 점차 증가(예를 들어, 여러 번, 여러 단계 또는 연속적으로)할 수 있다.
- [0166] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 산소-함유 기체(특히, 공기)의 투입량의 소정값은 600-1600Nm³/h/m², 바람직하게는, 1000-1500Nm³/h/m² 또는 1050-1400Nm³/h/m²이다. 이를 위해, 산소-함유 기체의 투입량은 당업계에 공지되어 있는 임의의 방식에 따라 소정값으로 조정될 수 있다. 구체적으로 예를 들면, 다음이 예시될 수 있다: 암모산화 반응기로 암모니아 기체를 투입하기 위한 파이프라인 상의 유량 조정 장치(예를 들어, 밸브, 유량계, 오리피스 플레이트 등)를 변화시키는 결과로서 투입량을 변경할 수 있다. 또한, 조정하는 방식으로서, 예를 들어, 다음이 예시될 수 있다: 초기 투입량에서 시작하여 이에 따라 소정값으로 점차 증가(예를 들어, 여러 번, 여러 단계 또는 연속적으로)할 수 있다.
- [0167] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)에서, 반응기 가동 선형속도 일반적으로 0.5-1.2m/s, 바람직하게는, 0.65-0.95m/s이다.
- [0168] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (4)가 5-30분 동안 진행된 후, 상기 시동공정이 종료한다. 단계 (4)가 6-25분 동안 진행된 후, 시동공정이 종료하는 것이 바람직하다.
- [0169] 본 발명의 일 측면에 따르면, 본 발명의 보다 우수한 기대되는 기술적 효과의 관점에서, 단계 (1)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (2)의 반응기 가동 선형속도, 단계 (3)의 반응기 가동 선형속도 및 단계 (4)의 반응기 가동 선형속도는, 각각 0.03-0.15m/s, 0.04-0.18m/s, 0.04-0.32m/s 및 0.5-1.2m/s이 바람직하며, 바람직하게는, 각각 0.03-0.1m/s, 0.05-0.15m/s, 0.05-0.20m/s(또는, 0.04-0.17m/s) 및 0.65-0.95m/s이다.

- [0170] 본 발명의 일 측면에 따르면, 단계 (2)의 시작부터 시동공정의 종료까지의 시간(즉, 시동공정의 착수시간)은 일반적으로 10-100분, 바람직하게는, 20-60분, 더 바람직하게는, 20-50분이다.
- [0171] 본 발명의 일 측면에 따르면, 온도를 조정하고 압력을 조정하기 위한 일부 가동 수단을 사용하여(예를 들어, 냉각 코일의 수를 증가 또는 감소시킴으로써 온도가 조정될 수 있다), 반응 온도, 반응 압력, 가동 선형속도 등과 같은 변수가 소정의 목표 공정 변수에 도달한다. 냉각 코일의 수를 증가 또는 감소시킴으로써 반응 온도를 조절할 수 있다. 새로운 촉매의 경우, 촉매는 비교적 강한 암모니아 연소 능력을 가지므로 길들임 공정이 필요하다. 새로운 촉매를 사용하여 플랜트를 처음 시작하는 경우, 길들임은 전체 하중의, 바람직하게는 70-95 %, 바람직하게는 80-90 %인 가동 하중하에서 수행된다. 평형 촉매의 경우, 플랜트의 시동은 요소의 영향을 받지 않으며 플랜트 전체 부하의 70-110 % 미만에서 실행될 수 있다.
- [0172] 본 발명의 일 측면에 따르면, 시동공정에서, 많은 단계는 연속적인 가동을 위해 서로 밀접하게 연결된다(즉, 다른 단계들 사이에 중간에 중지되거나 또는 일시적으로 중지되는 가동이 없다).
- [0173] **실시예**
- [0174] 본 발명은 하기의 실시예에 의해 추가로 설명될 수 있으나, 본 발명은 실시예에 의해 제한되지 않는다.
- [0175] 하기의 실시예 및 비교예에서, 가열 매체로서 공기 및 암모니아 반응 공극물질 중 하나가 사용된다고 예시되지만, 본 발명은 이에 제한되지 않는다. 또한, 실시예에 따라, 가열 매체의 온도는 370-400℃이지만, 본 발명은 이에 제한되지 않는다.
- [0176] **실시예 1**
- [0177] 유동층 반응기는 직경 5.1 미터 및 촉매층 높이 6.5 미터였다. 촉매는 Mo-V 아크릴로니트릴 유동층 촉매(SANC series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98%의 농도)으로 흡수하였다.
- [0178] 시동공정은 다음과 같다:
- [0179] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm^2 이고, 공기의 투입량을 $100\text{Nm}^3/\text{h/m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.057m/s 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 380°C 에 도달하도록 하였다.
- [0180] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 $150\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 $372\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.068m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 12분에 걸쳐 완료하였다.
- [0181] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 7.2vol%였다. 반응기에 프로판을 도입하고, 프로판의 투입량을 $81\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 0.07m/s 가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 4분에 걸쳐 완료하였다.
- [0182] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 1.5vol %였다. 공기 유량계와 프로판 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $2753\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 프로판의 투입량을 $286\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.1m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 6분에 걸쳐 완료하였다.
- [0183] 5. 프로판 투입량이 $2500\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $3250\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $24000\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 프로판 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.78m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 12분에 걸쳐 완료하였다.
- [0184] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 440°C 였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.050MPa 였다. 시동공정의 착수시간은 34분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 786Nm^3 였다. 프로판의 총 소비량은 534Nm^3 였다. 황산의 총 소비량은 172Kg 였다.
- [0185] **실시예 2**
- [0186] 유동층 반응기는 직경 2.8 미터 및 촉매층 높이 5 미터였다. 촉매는 Mo-Fe 계 시안화수소산 유동층 촉매(SANC

series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 증발기 및 과열기(super-heater)를 통과시킨 후, 메탄올을 기체 상태로 반응기에 도입하였다. 투입량을 부피계로 측정하였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98wt%의 농도)으로 흡수하였다.

[0187] 시동공정은 다음과 같다:

[0188] 1. 반응 압력은 $0.25\text{kg}/\text{cm}^2$ 이고, 공기의 투입량을 $162\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 $0.095\text{m}/\text{s}$ 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 380°C 에 도달하도록 하였다.

[0189] 2. 암모니아 기체의 투입량을 $181\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 $0.11\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 10분에 걸쳐 완료하였다.

[0190] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 $7.2\text{vol}\%$ 였다. 반응기에 메탄올을 도입하고, 메탄올의 투입량을 $40\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 $0.12\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 3분에 걸쳐 완료하였다.

[0191] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 $1.5\text{vol}\%$ 였다. 공기 유량계와 메탄올 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $1515\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 메탄올의 투입량을 $202\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 $0.17\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 6분에 걸쳐 완료하였다.

[0192] 5. 메탄올 투입량이 $800\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $720\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $6000\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 메탄올 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 $0.66\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 12분에 걸쳐 완료하였다.

[0193] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 440°C 였다. 반응 압력(계이지 압력)은 0.050MPa 였다. 시동공정의 착수시간은 30분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 198Nm^3 였다. 메탄올의 총 소비량은 255Kg 였다. 황산의 총 소비량은 43Kg 였다.

[0194] **실시예 3**

[0195] 유동층 반응기는 직경 2.8 미터 및 촉매층 높이 6.5 미터였다. 촉매는 Mo-Bi 계 아세트니트릴 유동층 촉매(MB series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 증발기 및 과열기를 통과시킨 후, 아세트산을 기체 상태로 반응기에 도입하였다. 투입량을 부피계로 측정하였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98wt%의 농도)으로 흡수하였다.

[0196] 시동공정은 다음과 같았다:

[0197] 1. 반응 압력은 $0.3\text{kg}/\text{cm}^2$ 이고, 공기의 투입량을 $162\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 $0.091\text{m}/\text{s}$ 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 380°C 에 도달하도록 하였다.

[0198] 2. 암모니아 기체의 투입량을 $200\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 $0.11\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 14분에 걸쳐 완료하였다.

[0199] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 $7.5\text{vol}\%$ 였다. 반응기에 아세트산을 도입하고, 아세트산의 투입량을 $44\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 $0.12\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 5분에 걸쳐 완료하였다.

[0200] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 $1.5\text{vol}\%$ 였다. 공기 유량계와 아세트산 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $625\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 아세트산의 투입량을 $125\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 $0.13\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 5분에 걸쳐 완료하였다.

[0201] 5. 아세트산 투입량이 $800\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $1280\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $4000\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 아세트산 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 $0.52\text{m}/\text{s}$ 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 12분에 걸쳐 완료하였다.

[0202] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 440℃였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.050MPa였다. 시동공정의 착수시간은 36분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 336Nm³였다. 아세트산의 총 소비량은 466Kg였다. 황산의 총 소비량은 73Kg였다.

[0203] **실시예 4**

[0204] 유동층 반응기는 직경 5.1 미터 및 촉매층 높이 7.3 미터였다. 촉매는 Mo-Bi 계 벤조니트릴 유동층 촉매(BN series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 증발기 및 과열기를 통과시킨 후, 톨루엔을 기체 상태로 반응기에 도입하였다. 투입량을 부피계로 측정하였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98wt%의 농도)으로 흡수하였다.

[0205] 시동공정은 다음과 같았다:

[0206] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm²이고, 공기의 투입량을 100Nm³/h/m²로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.057m/s로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 380℃에 도달하도록 하였다.

[0207] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 150Nm³/h이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 372Nm³/h이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.068m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 14분에 걸쳐 완료하였다.

[0208] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 7.2vol%였다. 반응기에 톨루엔을 도입하고, 톨루엔의 투입량을 41Nm³/h이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 0.07m/s가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 5분에 걸쳐 완료하였다.

[0209] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 1.5vol %였다. 공기 유량계와 톨루엔 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 2330Nm³/h이 되도록 제어하였다. 톨루엔의 투입량을 93Nm³/h이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.077m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 6분에 걸쳐 완료하였다.

[0210] 5. 톨루엔 투입량이 1000Nm³/h이고, 암모니아 기체의 투입량이 4000Nm³/h이며, 공기의 투입량이 25000Nm³/h일 때까지, 톨루엔 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.74m/s가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 12분에 걸쳐 완료하였다.

[0211] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 400℃였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa였다. 시동공정의 착수시간은 37분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 755Nm³였다. 톨루엔의 총 소비량은 2208Kg였다. 황산의 총 소비량은 165Kg였다.

[0212] **실시예 5**

[0213] 유동층 반응기는 직경 7.5 미터 및 촉매층 높이 7 미터였다. 촉매는 Mo-Bi 계 아크릴로니트릴 유동층 촉매(SANC series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98wt%의 농도)으로 흡수하였다.

[0214] 시동공정은 다음과 같았다:

[0215] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm²이고, 공기의 투입량을 54Nm³/h/m²로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.030m/s로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 370℃에 도달하도록 하였다.

[0216] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 150Nm³/h이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 480Nm³/h이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.040m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 10분에 걸쳐 완료하였다.

[0217] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 7.2vol%였다. 반응기에 프로필렌을 도입하고, 프로필렌의 투입량을 104Nm³/h이 되도록 제어하고, 반응기 가동 선형속도를 0.040m/s가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 3분에

걸쳐 완료하였다.

[0218] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 1.5vol %였다. 공기 유량계와 프로필렌 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 3686Nm³/h이 되도록 제어하였다. 프로필렌의 투입량을 384Nm³/h이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.058m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 4분에 걸쳐 완료하였다.

[0219] 5. 프로필렌 투입량이 4861Nm³/h이고, 암모니아 기체의 투입량이 6076Nm³/h이며, 공기의 투입량이 46665Nm³/h일 때까지, 프로필렌 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.7m/s가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 10분에 걸쳐 완료하였다.

[0220] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 425℃였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa였다. 시동공정의 착수시간은 27분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 1092Nm³였다. 프로필렌의 총 소비량은 835Nm³였다. 황산의 총 소비량은 239Kg였다.

[0221] **실시예 6**

[0222] 유동층 반응기는 직경 7.5 미터 및 촉매층 높이 7 미터였다. 촉매는 Mo-Bi 계 아크릴로니트릴 유동층 촉매(SANC series, Sinopec Shanghai Petrochemical Research Institute에서 제조)였다. 반응 테일 가스의 미반응 암모니아 기체를 황산(98wt%의 농도)으로 흡수하였다.

[0223] 시동공정은 다음과 같았다:

[0224] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm²이고, 공기의 투입량을 59Nm³/h/m²로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.034m/s로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 390℃에 도달하도록 하였다.

[0225] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 150Nm³/h이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 577Nm³/h이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.041m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 11분에 걸쳐 완료하였다.

[0226] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 7.3vol%였다. 반응기에 프로필렌을 도입하고, 프로필렌의 투입량을 137Nm³/h이 되도록 제어하고, 프로필렌 유량계를 조정하고, 반응기 가동 선형속도를 0.044m/s가 되도록 제어하였다. 전체 공정을 4분에 걸쳐 완료하였다.

[0227] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 2.0vol %였다. 공기 유량계와 프로필렌 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 4620Nm³/h이 되도록 제어하였다. 프로필렌의 투입량을 480Nm³/h이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.074m/s가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 5분에 걸쳐 완료하였다.

[0228] 5. 프로필렌 투입량이 5684Nm³/h이고, 암모니아 기체의 투입량이 7390Nm³/h이며, 공기의 투입량이 54000Nm³/h일 때까지, 프로필렌 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.81m/s가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 12분에 걸쳐 완료하였다.

[0229] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 435℃였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa였다. 시동공정의 착수시간은 32분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 1642Nm³였다. 프로필렌의 총 소비량은 1160Nm³였다. 황산의 총 소비량은 346Kg였다.

[0230] **실시예 7**

[0231] 하기 변경을 제외하고는, 실시예 6과 동일한 절차를 수행하였다.

[0232] 시동공정은 다음과 같았다:

[0233] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm²이고, 공기의 투입량을 158Nm³/h/m²로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.091m/s로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 390℃에 도달하도록 하였다.

- [0234] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 $180\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 $1166\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.11m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 9분에 걸쳐 완료하였다.
- [0235] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 $7.5\text{vol}\%$ 였다. 반응기에 프로필렌을 도입하고, 프로필렌의 투입량을 $137\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 프로필렌 유량계를 2회 실행으로 조정하였다: 먼저, 프로필렌의 투입량을 $100\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.0분 동안 안정화시킨 다음, 프로필렌의 투입량을 $259\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.11m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 6분에 걸쳐 완료하였다.
- [0236] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 $1.8\text{vol}\%$ 였다. 공기 유량계와 프로필렌 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $8960\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 프로필렌의 투입량을 $933\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 14m/s 이 되도록 제어하였다. 전체 공정을 6분에 걸쳐 완료하였다.
- [0237] 5. 프로필렌 투입량이 $5684\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $7105\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $54570\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 프로필렌 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.81m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 15분에 걸쳐 완료하였다.
- [0238] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 430°C 였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa 였다. 시동공정의 착수시간은 36분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 2150Nm^3 였다. 프로필렌의 총 소비량은 1520Nm^3 였다. 황산의 총 소비량은 470Kg 였다.
- [0239] **실시예 8**
- [0240] 하기 변경을 제외하고는, 실시예 5와 동일한 절차를 수행하였다.
- [0241] 시동공정은 다음과 같았다:
- [0242] 1. 반응 압력은 $0.3\text{kg}/\text{cm}^2$ 이고, 공기의 투입량을 $181\text{Nm}^3/\text{h}/\text{m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.1m/s 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 370°C 에 도달하도록 하였다.
- [0243] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 $180\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 $1595\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.12m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 14분에 걸쳐 완료하였다.
- [0244] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 $7.5\text{vol}\%$ 였다. 반응기에 프로필렌을 도입하고, 프로필렌 유량계를 조정하여 프로필렌의 투입량을 $354\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.13m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 7분에 걸쳐 완료하였다.
- [0245] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 $1.8\text{vol}\%$ 였다. 공기 유량계와 프로필렌 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $11780\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 프로필렌의 투입량을 $1227\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.20m/s 이 되도록 제어하였다. 전체 공정을 7분에 걸쳐 완료하였다.
- [0246] 5. 프로필렌 투입량이 $5684\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $7105\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $54570\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 프로필렌 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.81m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 15분에 걸쳐 완료하였다.
- [0247] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 430°C 였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa 였다. 시동공정의 착수시간은 43분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 2510Nm^3 였다. 프로필렌의 총 소비량은 1594Nm^3 였다. 황산의 총 소비량은 542Kg 였다.
- [0248] **비교예 1**

- [0249] 하기 변경을 제외하고는, 실시예 5와 동일한 절차를 수행하였다.
- [0250] 시동공정은 다음과 같았다:
- [0251] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm^2 이고, 공기의 투입량을 $323\text{Nm}^3/\text{h/m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.18m/s 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 370°C 에 도달하도록 하였다.
- [0252] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 $150\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 $300\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.21m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 10분에 걸쳐 완료하였다.
- [0253] 항목 2의 종료에서, 반응 테일 가스의 산소 분자의 함량은 $10.0\text{vol}\%$ 이고, 아크릴로니트릴 폭발 한계를 초과할 위험이 있었다. 그러므로 상기 시동공정을 더 이상 진행할 수 없었다.
- [0254] **비교예 2**
- [0255] 하기 변경을 제외하고는, 실시예 5와 동일한 절차를 수행하였다.
- [0256] 시동공정은 다음과 같았다:
- [0257] 1. 반응 압력은 0.3kg/cm^2 이고, 공기의 투입량을 $543\text{Nm}^3/\text{h/m}^2$ 로 조정하였거나, 또는 반응기 가동 선형속도를 0.3m/s 로 조정하여, 반응기의 촉매층의 온도를 370°C 에 도달하도록 하였다.
- [0258] 2. 암모니아 기체의 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 암모니아 기체의 투입량을 $300\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고 1.5분 동안 안정화시킨 다음, 암모니아 기체의 투입량을 $4800\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.38m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 45분에 걸쳐 완료하였다.
- [0259] 3. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 대략 $7.2\text{vol}\%$ 였다. 반응기에 프로필렌을 도입하고, 프로필렌 유량계를 2회 실행하여 조정하였다: 먼저, 프로필렌의 투입량을 $300\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하고, 1.0분 동안 안정화시킨 다음, 프로필렌의 투입량을 $1043\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하며, 반응기 가동 선형속도를 0.39m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 공정을 21분에 걸쳐 완료하였다.
- [0260] 4. 반응 테일 가스 중 산소 분자의 함량은 $1.5\text{vol}\%$ 였다. 공기 유량계와 프로필렌 유량계를 동시에 조정하였다. 공기의 투입량을 $36864\text{m}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 프로필렌의 투입량을 $3840\text{Nm}^3/\text{h}$ 이 되도록 제어하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.58m/s 이 되도록 제어하였다. 전체 공정을 28분에 걸쳐 완료하였다.
- [0261] 5. 프로필렌 투입량이 $5680\text{Nm}^3/\text{h}$ 이고, 암모니아 기체의 투입량이 $7100\text{Nm}^3/\text{h}$ 이며, 공기의 투입량이 $54570\text{Nm}^3/\text{h}$ 일 때까지, 프로필렌 유량계, 암모니아 기체 유량계 및 공기 유량계를 조정하였다. 반응기 가동 선형속도를 0.83m/s 가 되도록 조정하였다. 전체 과정을 32분에 걸쳐 완료하였다.
- [0262] 상기 단계들 각각에서, 필요에 따라, 사용 중인 열을 제거하기 위한 물 튜브의 양을 조정함으로써 반응 온도를 제어할 수 있다. 반응 온도는 425°C 였다. 반응 압력(게이지 압력)은 0.045MPa 였다. 시동공정의 착수시간은 126분이었다. 암모니아 기체의 총 소비량은 11200Nm^3 였다. 프로필렌의 총 소비량은 5000Nm^3 였다. 황산의 총 소비량은 2460kg 였다.