

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 393 194**

51 Int. Cl.:
C07C 51/12 (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01)
C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05723740 .6**
96 Fecha de presentación: **24.02.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1723095**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.11.2006**

54 Título: **Procedimiento de producción de ácido acético**

30 Prioridad:
02.03.2004 US 708423

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.12.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.12.2012

73 Titular/es:
**CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION
(100.0%)
222 W. Las Colinas Blvd., Suite 900N
Irving, TX 75039, US**

72 Inventor/es:
**SCATES, MARK O. y
TRUEBA, DAVID A.**

74 Agente/Representante:
TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

ES 2 393 194 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de ácido acético.

5 **1. Campo de la invención**

Esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para producir ácido acético mediante la carbonilación de metanol.

10 **2. Antecedentes técnicos**

Entre los procedimientos que se emplean en la actualidad para sintetizar ácido acético, uno de los más útiles comercialmente es la carbonilación catalizada de metanol con monóxido de carbono como se muestra en la patente de Estados Unidos N° 3.769.329, expedida a Paulik y col. el 30 de octubre de 1973. El catalizador de carbonilación contiene rodio, ya sea disuelto o disperso en un medio de reacción líquido o soportado en un sólido inerte, junto con un promotor catalizador que contiene halógeno, tal como yoduro de metilo. El rodio puede introducirse en el sistema de reacción de cualquiera de muchas formas, y la naturaleza exacta del resto de rodio en el complejo de catalizador activo es incierta. Asimismo, la naturaleza del promotor de haluro no es importante. Las patentes desvelan un gran número de promotores adecuados, muchos de los cuales son yoduros orgánicos. Más típica y útilmente, la reacción se realiza burbujeando continuamente gas monóxido de carbono a través de un medio de reacción líquido en el que se disuelve el catalizador.

Se desvela una mejora principal en el procedimiento de la técnica anterior para la carbonilación de un alcohol con el fin de producir el ácido carboxílico que tiene un átomo de carbono más que el alcohol en presencia de un catalizador de rodio en las patentes de Estados Unidos N° 5.001.259 (expedida el 19 de marzo de 1991); 5.026.908 (expedida el 25 de junio de 1991); y 5.144.068 (expedida el 1 de septiembre de 1992) y la patente Europea N° EP 0 161 874 B2, publicada el 1 de julio de 1992. Estas patentes desvelan un procedimiento en el que se produce ácido acético a partir de metanol en un medio de reacción que contiene acetato de metilo, haluro de metilo, especialmente yoduro de metilo, y una concentración de rodio catalíticamente eficaz. Los inventores de estas patentes descubrieron que la estabilidad del catalizador y la productividad del reactor de carbonilación pueden mantenerse a niveles sorprendentemente altos, incluso en concentraciones muy bajas de agua, es decir, al 4% en peso (p) o menor, en el medio de reacción (a pesar de la práctica industrial general de mantener aproximadamente el 14% en peso o el 15% en peso de agua) manteniendo en el medio de reacción, junto con una cantidad de rodio catalíticamente eficaz, al menos una concentración finita de agua, acetato de metilo y yoduro de metilo, una concentración especificada de iones de yoduro más allá del contenido de yodo que está presente como yoduro de metilo u otro yoduro orgánico. El ión de yodo está presente como una sal simple, siendo preferido yoduro de litio. Las patentes muestran que la concentración de sales acetato y yoduro de metilo son parámetros significativos que afectan a la velocidad de carbonilación del metanol para producir ácido acético especialmente a bajas concentraciones de agua en el reactor. Usando concentraciones relativamente altas de la sal acetato y yoduro de metilo, se obtiene un grado sorprendente de estabilidad del catalizador y productividad del reactor, incluso cuando el medio de reacción líquido contiene agua a concentraciones tan bajas como de aproximadamente el 0,1% en peso, tan bajas que puede definirse simplemente como "una concentración finita" de agua. Además, el medio de reacción empleado mejora la estabilidad del catalizador de rodio, es decir, su resistencia para catalizar la precipitación, especialmente durante las etapas de recuperación del producto del procedimiento. Las destilaciones realizadas en el procedimiento para recuperar el producto de ácido acético tienden a eliminar los ligandos de monóxido de carbono del catalizador. Estos ligandos tienen un efecto estabilizante sobre el rodio en el entorno mantenido en el recipiente de reacción.

También se ha descubierto que aunque un procedimiento de carbonilación bajo en agua para la producción de ácido acético reduce dichos subproductos, como el dióxido de carbono, hidrógeno y ácido propiónico, la cantidad de otras impurezas, presentes generalmente en cantidades traza, también aumenta, y la calidad del ácido acético a menudo se deteriora cuando se hacen intentos de aumentar la velocidad de producción mejorando los catalizadores, o modificando las condiciones de reacción. Estas impurezas traza afectan a la calidad del producto de ácido acético, especialmente cuando circulan de nuevo a través del proceso de reacción. Véase, *Catalysis of Organic Reactions*, 75, 369-380 (1998), para obtener un análisis adicional acerca de las impurezas en un sistema de reacción de carbonilación.

El producto de ácido acético en bruto se destila típicamente en una o más columnas de destilación para eliminar los componentes de reacción de fracciones volátiles (típicamente acetato de metilo y yoduro de metilo), agua e impurezas finales pesadas. Se ha observado previamente que es particularmente importante evitar el reflujo de grandes cantidades de yoduro de metilo de nuevo en la columna de destilación de productos de fracciones volátiles, ya que la separación de componentes de reacción de fracciones volátiles del producto de ácido acético se degrada significativamente si se deja que el yoduro de metilo experimente reflujo de vuelta a la columna de productos de fracciones volátiles. De manera ordinaria, el reflujo del yoduro de metilo se evita separando la mayor parte del yoduro de metilo del destilado de cabeza de fracciones volátiles en forma de una fase distinta, pero en ciertas

condiciones el destilado de cabeza de fracciones volátiles puede formar una sola fase líquida que incluya yoduro de metilo. La presente invención proporciona un procedimiento para evitar esta condición de fase individual en la columna de fracciones volátiles.

5 RESUMEN DE LA INVENCION

Un aspecto de la presente invención es un procedimiento para producir ácido acético, que incluye las siguientes etapas:

10 hacer reaccionar monóxido de carbono con un material apto para la carbonilación, tal como metanol, acetato de metilo, formiato de metilo, dimetil éter, o mezclas de los mismos, en un medio de reacción que contiene agua, yoduro de metilo, y un catalizador para producir un producto de reacción que contiene ácido acético, realizar una separación vapor-líquido en el producto de reacción para proporcionar una fase volátil que contiene ácido acético, agua y yoduro de metilo y una fase menos volátil que contiene el catalizador; destilar la fase volátil para producir un
15 producto de ácido acético purificado y un primer destilado de cabeza que contiene agua y yoduro de metilo; separar las fases del primer destilado de cabeza para proporcionar una primera fase líquida que contiene agua, y una segunda fase líquida que contiene yoduro de metilo; y añadir dimetil éter a al menos uno del producto de reacción, la fase volátil, el primer destilado de cabeza, o una corriente relacionada con la destilación para mejorar la separación del primer destilado de cabeza con el fin de formar la primera y segunda fases líquidas.

20 Otro aspecto de la invención es un procedimiento mejorado para destilar una mezcla que contiene ácido acético, yoduro de metilo y agua, para proporcionar un producto de ácido acético purificado, una primera fase líquida que contiene agua, y una segunda fase líquida que contiene yoduro de metilo. En este procedimiento, una fracción de destilado de cabeza en la destilación se separa para formar la primera y segunda fases líquidas, y una porción de la primera fase líquida se somete a reflujo en la destilación. La mejora implica añadir dimetil éter a la mezcla, a la fracción de destilado de cabeza o a la porción a reflujo de la primera fase líquida en una cantidad eficaz para mejorar la separación de fases de la primera y segunda fases líquidas.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

30 La figura 1 es un diagrama de flujo de proceso para un procedimiento de acuerdo con la presente invención.

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES ILUSTRATIVAS

35 A continuación se describe una realización ilustrativa de la invención. Con fines de claridad, no todas las características de una puesta en práctica real se describen en esta memoria descriptiva. Por supuesto, se apreciará que en el desarrollo de cualquiera de tal realización real, deben hacerse numerosas decisiones específicas de implementación para conseguir los fines específicos de los desarrolladores, tales como el cumplimiento de las obligaciones relacionadas con el sistema y las de relevancia empresarial, que variarán de una implementación a otra. Además, se apreciará que un esfuerzo de desarrollo de este tipo puede ser complejo y lento, pero sin embargo será una tarea de rutina para los expertos en la técnica que tengan el beneficio de esta divulgación.

45 La presente invención es útil en cualquier procedimiento usado para la carbonilación de metal a ácido acético en presencia de un catalizador metálico del Grupo VIII, tal como rodio y un promotor de yoduro. Un proceso particularmente útil es la carbonilación catalizada con rodio baja en agua de metanol para dar ácido acético como se ha ilustrado en la patente de Estados Unidos N° 5.001.259 que se ha mencionado anteriormente. El componente de rodio del sistema de catalizador puede proporcionarse introduciendo rodio en la zona reacción en forma de metal de rodio, sales de rodio, tales como óxidos, acetatos, yoduros, etc., u otros componentes de coordinación de rodio.

50 El componente promotor de halógeno del sistema de catalizador incluye yoduro de metilo.

El medio de reacción líquido empleado puede incluir cualquier disolvente compatible con el sistema de catalizador y puede incluir alcoholes puros, o mezclas de la materia prima de alcohol y/o el ácido carboxílico deseado y/o ésteres de estos dos compuestos. El disolvente y el medio de reacción líquido preferidos para el proceso de carbonilación bajo en agua es el propio producto de ácido carboxílico. Por lo tanto, en la carbonilación de metanol para dar ácido acético, el disolvente preferido es ácido acético.

60 El agua está presente en el medio de reacción a concentraciones muy por debajo de las que se mostraron prácticas en su origen para conseguir velocidades de reacción suficientes. Se mostró previamente que en las reacciones de carbonilación catalizadas con rodio del tipo descrito en esta invención, la adición de agua ejerce un efecto beneficioso sobre la velocidad de reacción (patente de Estados Unidos N° 3.769.329). Por lo tanto, la mayor parte de las operaciones comerciales se realizaron a concentraciones en agua de al menos aproximadamente el 14% en peso. Por consiguiente, fue bastante inesperado que las velocidades de reacción sustancialmente iguales hasta y por encima de las velocidades de reacción obtenidas con tales altos niveles de concentración de agua pudieran

conseguirse con concentraciones en agua por debajo del 14% en peso y tan bajas como aproximadamente el 0,1% en peso.

5 De acuerdo con el procedimiento de carbonilación más útil para fabricar ácido acético de acuerdo con la presente invención, las velocidades de reacción deseadas se obtienen incluso a bajas concentraciones de agua incluyendo en el medio de reacción acetato de metilo y un ión de yoduro adicional que está por encima del yoduro que está presente como un promotor catalizador, tal como yoduro de metilo u otro yoduro orgánico. El promotor de yoduro adicional se una sal yoduro, siendo preferida yoduro de litio. Se ha descubierto que a bajas concentraciones de agua, el acetato de metilo y el yoduro de litio actúan como promotores de la velocidad únicamente cuando están presentes concentraciones relativamente altas de cada uno de estos componentes y que la promoción es mayor cuando ambos de estos componentes están presentes simultáneamente (pat. de Estados Unidos N° 5.001.259).

15 La reacción de carbonilación de metanol para dar el producto de ácido acético puede realizarse poniendo en contacto el suministro de metanol, que está típicamente en la fase líquida, con el monóxido de carbono gaseoso burbujeado a través de un medio de reacción de disolvente de ácido acético líquido que contiene el catalizador de rodio, el promotor de yoduro de metilo, acetato de metilo, y una sal yoduro soluble adicional, a una temperatura y presión adecuadas para formar el producto de carbonilación. Se reconocerá generalmente que es la concentración de ión de yoduro en el sistema de catalizador la que es importante, y no el catión asociado con el yoduro, y que a una concentración molar determinada de yoduro la naturaleza del catión no es tan significativa como el efecto de la concentración de yoduro. En consecuencia, puede usarse cualquier sal yoduro metálica, o cualquier sal yoduro de cualquier catión orgánico, o catión cuaternario, tal como una amina o fosfina cuaternaria o un catión inorgánico, con la condición de que la sal sea suficientemente soluble en el medio de reacción para proporcionar el nivel deseado del yoduro. Cuando el yoduro se añade como una sal metálica, preferiblemente es una sal yoduro de un miembro del grupo que consiste en los metales del Grupo IA y el Grupo IIA de la tabla periódica como se describe en el Handbook of Chemistry and Physics publicado por CRC Press, Cleveland, Ohio, 2002-03 (83ª edición). En particular, son útiles yoduros de metales alcalinos, siendo preferido yoduro de litio. En el proceso de carbonilación bajo en agua más útil en esta invención, el yoduro adicional más allá del promotor yoduro orgánico está presente en la solución de catalizador de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 20% en peso, el acetato de metilo está presente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente el 30% en peso, y el yoduro de litio está presente de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 20% en peso. El catalizador de rodio está presente de aproximadamente 200 a aproximadamente 2000 partes por millón en peso (ppm).

35 Las temperaturas de reacción típicas para la carbonilación son de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 250 °C, preferiblemente de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 220 °C. La presión parcial del monóxido de carbono en el reactor puede variar ampliamente pero es típicamente de aproximadamente 2 a aproximadamente 30 atmósferas, y preferiblemente de aproximadamente 3 a aproximadamente 10 atmósferas. Debido a la presión parcial de los subproductos y la presión del vapor de los líquidos contenidos, la presión total del reactor variará de aproximadamente 15 a aproximadamente 40 atmósferas.

40 En la figura 1 se muestra un sistema de reacción típica y de recuperación de ácido acético usados para la carbonilación catalizada con rodio promovida con yoduro de metanol para dar ácido acético. El sistema de reacción incluye un reactor de carbonilación 10, un evaporador 12 y una columna de fracciones volátiles de yoduro de metilo/ácido acético 14 que tiene una corriente lateral de ácido acético 17 que procede a la purificación adicional. Como se desvela en la patente de Estados Unidos N° 5.416.237, la columna de fracciones volátiles 14 también puede incorporar fases adicionales que faciliten la separación del ácido acético y el agua, obviando de esta manera la necesidad de una columna de secado por separado para realizar esta separación. El reactor de carbonilación 10 es típicamente un recipiente agitado o un tipo de columna de burbujeo en el que el contenido líquido de reacción se mantiene automáticamente a un nivel constante. En este reactor se introduce continuamente metanol recientemente preparado a través de la corriente 6, monóxido de carbono a través de la corriente 8, el agua suficiente que sea necesaria para mantener al menos una concentración finita de agua en el medio de reacción, una solución de catalizador reciclado a través de la corriente 13 de la base del evaporador 12, una fase reciclada de yoduro de metilo y acetato de metilo 21, y una fase reciclada acuosa de ácido acético 36 de un decantador receptor situado en la parte superior de la columna de fracciones volátiles de yoduro de metilo y ácido acético o separadora 14. Se emplean sistemas de destilación que proporcionan la recuperación del ácido acético en bruto y el reciclado de una solución de catalizador, yoduro de metilo y acetato de metilo al reactor. En un procedimiento preferido, se introduce continuamente monóxido de carbono en un reactor de carbonilación agitado justo por debajo del agitador, dispersando así en su totalidad el monóxido de carbono a través del líquido de reacción. Una corriente de purga gaseosa se purga del reactor para evitar la acumulación de subproductos gaseosos y controlar la presión parcial del monóxido de carbono a una presión total determinada del reactor. La temperatura del reactor se controla y el suministro de monóxido de carbono se introduce a una velocidad suficiente para mantener la presión total deseada del reactor.

El producto líquido se extrae del reactor de carbonilación 10 a una velocidad suficiente para mantener un nivel constante en el mismo y se introduce al evaporador 12. En el evaporador, la solución de catalizador se retira como

una corriente base (predominantemente ácido acético que contiene el catalizador de rodio y la sal yoduro junto con cantidades menores de acetato de metilo, yoduro de metilo y agua), mientras que la corriente de salida de vapor del evaporador contiene el producto de ácido acético en bruto junto con algo de yoduro de metilo, acetato de metilo y agua. La corriente 11 que sale del reactor y que entra en el evaporador también contiene gases disueltos, incluyendo una porción del monóxido de carbono junto con subproductos gaseosos, tales como metano, hidrógeno y dióxido de carbono. Estos salen del evaporador como parte de la corriente de salida de vapor 26 que se dirige a la columna de fracciones volátiles o separadora 14.

Desde la parte superior de la columna de fracciones volátiles o separadora 14, se eliminan los vapores a través de la corriente 28, se condensan y se dirigen al decantador 16. La corriente 28 contiene agua, yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo condensables, así como gases no condensables, tales como dióxido de carbono, hidrógeno, y similares que pueden purgarse como se muestra en la corriente 29 de la figura 1. Los vapores condensables se enfrían preferiblemente a una temperatura suficiente para condensar y separar el yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo condensables, y el agua en dos fases líquidas. Al menos una porción de la corriente 30 se dirige de vuelta a la columna de fracciones volátiles 14 en forma de una corriente de reflujo 34; en una realización preferida de la invención, otra porción de corriente 30 se desvía como una corriente lateral 32 y se trata para eliminar el acetaldehído y otros compuestos reductores de permanganato antes de que regresen al sistema de reacción o a la columna de fracciones volátiles. Se conocen varios procedimientos de tratamiento en la técnica para eliminar el acetaldehído y otros PRC; se desvelan ejemplos de dichos procedimientos en las patentes de Estados Unidos N° 5.625.095; 5.783.731; 6.143.930; y 6.339.171. Para ayudar a mantener el balance de agua en el procedimiento, puede purgarse otra porción más 41 de la fase líquida 30 del sistema o puede tratarse para eliminar el exceso de agua antes de que regrese al sistema de reacción.

La fase pesada 21 de la corriente 28 que deja el decantador receptor de la parte superior 16 se hace circular de nuevo normalmente al reactor, pero una corriente retrógrada, generalmente una pequeña cantidad, por ejemplo, el 25% en volumen, preferiblemente menos de aproximadamente el 20% en volumen de la fase pesada también puede dirigirse a un proceso de eliminación de PRC y el resto reciclado al reactor o al sistema de reacción. Esta corriente retrógrada de la fase pesada puede tratarse individualmente, o combinarse con la fase ligera, la corriente 30 para una destilación adicional y la extracción de impurezas de carbonilo.

Como se ha explicado previamente, es altamente deseable mantener una baja concentración de agua, por ejemplo, por debajo del 8 por ciento, y preferiblemente mucho menor, en el medio de reacción de carbonilación durante al menos dos reacciones: en primer lugar, mantener una baja concentración de agua ayuda a controlar la cantidad de dióxido de carbono formado en forma de subproducto en el reactor por la reacción de desplazamiento de agua-gas. En segundo lugar, y más significativamente, las bajas concentraciones de agua también ayudan a controlar la cantidad de ácido propiónico formado en forma de subproducto. Sin embargo, como la concentración de agua en el medio de reacción se reduce, la carga de vapor en la columna 14 aumenta. Este aumento de carga de vapor da como resultado un arrastre inaceptablemente alto de ácido acético al decantador 16 en la parte superior de la columna de fracciones volátiles 14. La solubilidad del ácido acético tanto en el yoduro de metilo como en las fases acuosas hace que la separación de fases se deteriore, dando como resultado eventualmente una sola fase líquida en el decantador. Cuando esta condición sucede, el reflujo para la columna 14 incluye una alta concentración de yoduro de metilo. La presencia de este yoduro de metilo adicional interfiere significativamente en la capacidad de la columna 14 para separar limpiamente los materiales de las fracciones volátiles, tales como acetato de metilo del producto de ácido acético 17. Esto requiere con frecuencia que todo el sistema de reacción se suspenda hasta que el problema pueda corregirse. (Por este motivo, únicamente la fase ligera 30, que tiene relativamente poco yoduro de metilo, se usa típicamente como reflujo en la columna 14.)

En vista de este potencial problema, es extremadamente importante mantener la separación de fases en el decantador 16, a pesar de que esto se hace más difícil por las condiciones de reacción bajas en agua y por la tendencia a altas concentraciones de acetato de metilo para crear altas cargas de vapor en la columna de fracciones volátiles, que promueve la formación de una sola fase, como se ha mencionado anteriormente. Aunque este problema se ha reconocido en cierta medida en la patente de Estados Unidos N° 5.723.660, las soluciones propuestas en la misma implican etapas costosas, tales como destilar los destilados de cabeza de las fracciones volátiles para eliminar el acetato de metilo o reducir significativamente la temperatura a la que el destilado de cabeza de las fracciones volátiles se enfría antes de su introducción en el decantador. La tercera solución propuesta, suministrar agua por lotes a la columna de fracciones volátiles para asegurar que la concentración de acetato de metilo permanece por debajo del 40 por ciento en peso, es probable que altere de forma significativa el balance de agua en todo el proceso que cada vez que se añade agua.

Los presentes Solicitantes han descubierto otro procedimiento eficaz para garantizar la separación de fases en el decantador de cabeza de las fracciones volátiles 16 sin ninguna de las complicadas etapas propuestas en la patente de Estados Unidos N° 5.723.660, y sin alterar de forma significativa el balance de agua en el proceso. En términos simples, los Solicitantes han descubierto que la separación de fases apropiada en el decantador puede asegurarse

añadiendo un componente que (a) sea inmisible en agua; (b) sea compatible con la química del proceso y (c) contrarreste el efecto del ácido acético al promover una sola fase. Específicamente, los Solicitantes han descubierto que añadiendo dimetil éter (DME) al destilado de cabeza de las fracciones volátiles, el suministro de la columna de fracciones volátiles, u otra corriente relacionada con la columna de fracciones volátiles 14, puede evitarse que el contenido líquido del decantador 16 forme una sola fase.

Además de ser casi inmisible en agua, el DME es compatible con la química del proceso. Como se ha explicado anteriormente, la fase pesada orgánica (rica en yoduro de metilo) formada en el decantador 16 se devuelve al reactor de carbonilación 10. El DME reacciona con agua y monóxido de carbono en condiciones de reacción de carbonilación para producir ácido acético. Además, como se ha desvelado en la patente de Estados Unidos N° 5.831.120, ya que la carbonilación de DME consume agua, el DME también es útil para controlar la acumulación de agua en el proceso. Por ejemplo, el agua adicional consumido en la carbonilación de DME puede hacer que sea innecesario purgar o tratar la porción 36 de la fase ligera 30 que regresa al reactor para eliminar el exceso de agua. Finalmente, la presencia de DME en la corriente lateral 32 de la fase ligera 30, que se trata adicionalmente para eliminar el acetaldehído, tiene ciertos efectos beneficiosos. Más en particular, como se desvela en más detalle en las solicitudes de patente de Estados Unidos cedidas en común N° 10/708.420 y 10/708.421 (números de publicación: US 2005/0 197 508 y US 2005/0197509), presentadas simultáneamente con la presente, cuando está presente suficiente DME en la corriente lateral de fase ligera 32 o se forma *in situ* en el sistema de eliminación de acetaldehído, se reducen significativamente las pérdidas no deseadas de yoduro de metilo durante el proceso de eliminación de acetaldehído.

Se apreciará que en los procesos de ácido acético, tales como el proceso que se ha descrito anteriormente, se reciclan varias corrientes de proceso en el área de purificación o del área de purificación al sistema de reacción. En consecuencia, el DME puede añadirse en cualquier parte en el proceso, con la condición de que se acumule una cantidad suficiente de DME en el decantador de fracciones volátiles 16 para conseguir el efecto deseado de mejorar la separación de fases en el mismo. Por ejemplo, el DME puede inyectarse (a través de la corriente 37) en el destilado de cabeza del evaporador 26 que se suministra a la columna de fracciones volátiles 14 o puede suministrarse por separado a la columna (a través de la corriente 38). Como alternativa, el DME puede inyectarse en la columna de fracciones volátiles a través de una corriente de reflujo 34. Sin embargo, actualmente se cree que el suministro adicional de DME a través de la columna de fracciones volátiles 14 puede contribuir excesivamente a la carga de vapor en la columna. Por consiguiente, es preferible añadir DME directa o indirectamente al decantador de fracciones volátiles 16 a través de una corriente o serie de corrientes que no pasen a través de la columna de fracciones volátiles 14. Por ejemplo, el DME puede añadirse directamente a la corriente de destilado de cabeza de las fracciones finales 28 (como la corriente 35). Como alternativa, en ciertas realizaciones de la tecnología de eliminación de acetaldehído desveladas en la patente de Estados Unidos N° 6.143.930 y en las solicitudes de patente de Estados Unidos pendientes junto con la presente N° 10/708.420 y 10/708.421, presentadas comúnmente con la presente, todas o una porción de la corriente de retorno del sistema de eliminación de acetaldehído regresa al decantador 16 o a la columna de fracciones volátiles 14. También puede añadirse DME a dicha corriente de retorno (por ejemplo, la corriente 46 en la figura 1 de la patente de Estados Unidos N° 6.143.930) o a una corriente en otra parte dentro del sistema de eliminación de acetaldehído de tal forma que la corriente de retorno contenga suficiente DME para mejorar la separación de fases en el decantador 16.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir ácido acético, que comprende las etapas de:
- 5 (a) hacer reaccionar monóxido de carbono con al menos un reactante seleccionado entre el grupo que consiste en metanol, acetato de metilo, formiato de metilo, dimetil éter y mezclas de los mismos en un medio de reacción que comprende agua, yoduro de metilo y un catalizador para producir un producto de reacción que comprende ácido acético;
- 10 (b) realizar una separación vapor-líquido en dicho producto de reacción para proporcionar una fase volátil que comprende ácido acético, agua y yoduro de metilo, y una fase menor volátil que comprende dicho catalizador;
- (c) destilar dicha fase volátil para producir un producto de ácido acético purificado y un primer destilado de cabeza que comprende agua, acetato de metilo y yoduro de metilo;
- 15 (d) separar por fases dicho primer destilado de cabeza para proporcionar una primera fase líquida que comprenda agua, y una segunda fase líquida que comprenda yoduro de metilo; y
- (e) añadir dimetil éter al procedimiento en una cantidad eficaz para mejorar la separación del primer destilado de cabeza para formar la primera y la segunda fases líquidas.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se añade dimetil éter a al menos uno de dicho producto de reacción, dicha fase volátil, dicho primer destilado de cabeza, o una corriente o columna relacionada con dicha destilación.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el dimetil éter se añade a dicho primer destilado de cabeza.
- 25 4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende adicionalmente la etapa de eliminar acetaldehído de al menos una de dicha primera y segunda fase líquida, en el que una porción de la primera fase líquida se somete a reflujo para dar la destilación, y se añade dimetil éter a dicha corriente de reflujo.
- 30 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la etapa de eliminar acetaldehído comprende extraer el acetaldehído de una mezcla que comprende yoduro de metilo, y en el que una porción del dimetil éter es eficaz para reducir la cantidad de yoduro de metilo extraído de dicha mezcla con el acetaldehído.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se emplea al menos una porción de la primera fase líquida como una corriente de reflujo en la destilación de la fase volátil.
- 35 7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la segunda fase líquida se recicla para proporcionar una porción del medio de reacción.
8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que una mayor parte del dimetil éter añadido se recicla en el medio de reacción en la segunda fase líquida.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, en el que al menos una parte del dimetil éter reciclado se convierte en ácido acético en el medio de reacción.
- 45 10. Un procedimiento para separar una mezcla obtenida en un procedimiento para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 1, y en el que la mezcla se proporciona en forma de una fase volátil de un producto de reacción de un reactor de carbonilación y comprende ácido acético, yoduro de metilo y agua para proporcionar un producto de ácido acético purificado, una primera fase líquida que comprende agua, y una segunda fase líquida que comprende yoduro de metilo, que comprende las etapas de:
- 50 destilar la mezcla para proporcionar una fracción de destilado de cabeza y dicho producto de ácido acético purificado;
- separar en fases la fracción de destilado de cabeza para proporcionar dicha primera y segunda fases líquidas;
- 55 calentar a reflujo una porción de la primera fase líquida en la destilación; y
- añadir dimetil éter a la mezcla, a la fracción de destilado de cabeza o a la porción de reflujo de la primera fase líquida en una cantidad eficaz para mejorar la separación de fases de la primera y segunda fases líquidas.
- 60 11. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que se añade el dimetil éter a la fracción de destilado de cabeza.

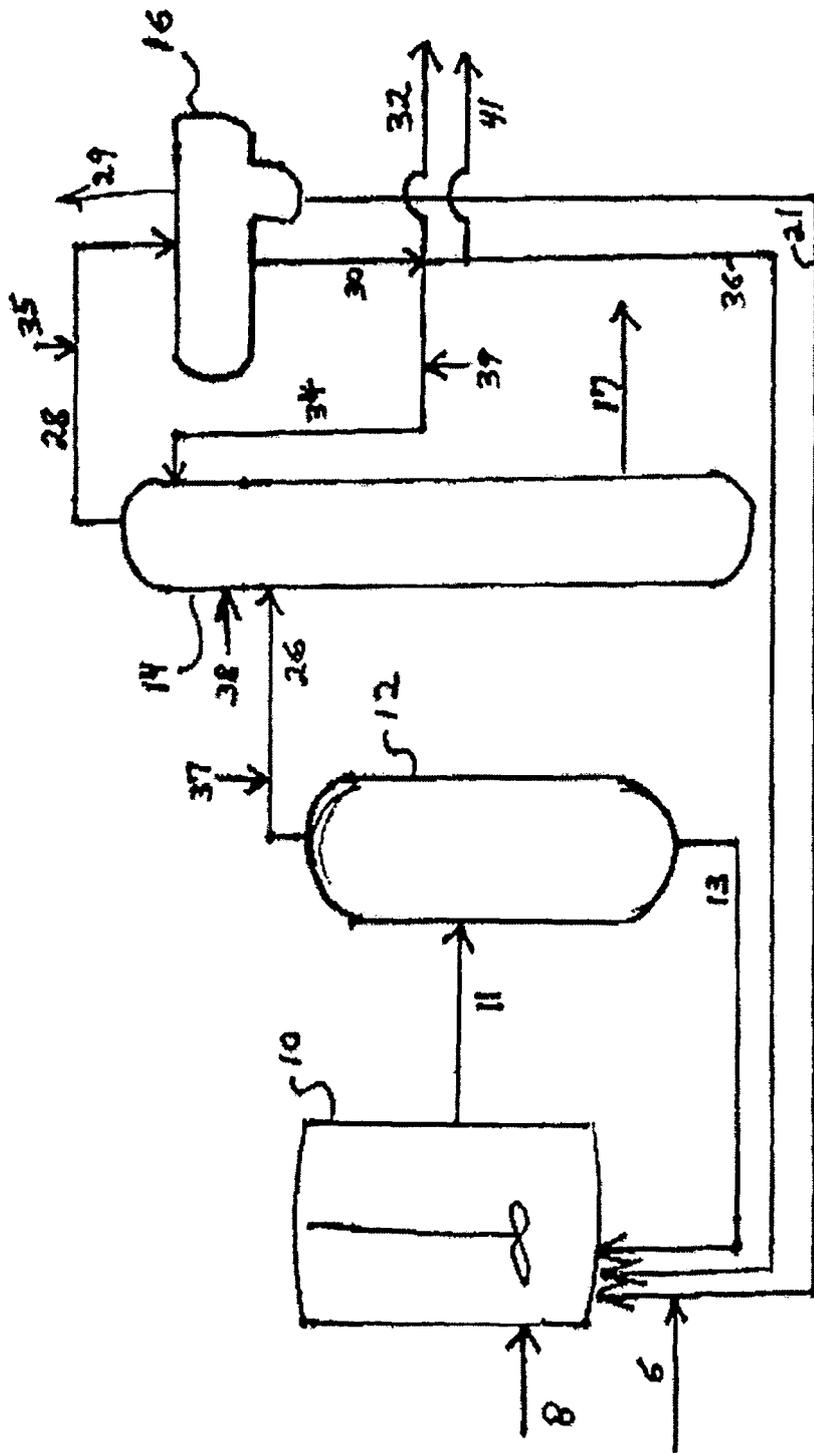


Fig. 1