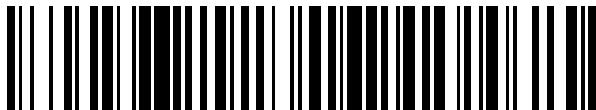


(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 461 173**

(51) Int. Cl.:

**C07C 51/12** (2006.01)

**C07C 53/08** (2006.01)

**C07C 51/44** (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.07.2010 E 10731837 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014 EP 2451766**

---

(54) Título: **Producción de ácido acético mediante carbonilación con una reacción y una vaporización instantánea mejoradas**

(30) Prioridad:

**07.07.2009 US 459725**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**19.05.2014**

(73) Titular/es:

**CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION (100.0%)  
1601 West LBJ Freeway Dallas, TX 75234-6034, US**

(72) Inventor/es:

**SCATES, MARK O.**

(74) Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

**ES 2 461 173 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**

Producción de ácido acético mediante carbonilación con una reacción y una vaporización instantánea mejoradas.

5    Sector técnico

La presente invención se refiere a la producción de ácido acético y, en particular, a un sistema de carbonilación de metanol que tiene un recipiente posterior al reactor y anterior a la vaporización instantánea a una presión media que extrae yoduro de metilo y consume acetato de metilo antes de la vaporación instantánea en un recipiente de vaporización instantánea a baja presión. Un absorbente a baja presión descongestiona la columna de fracciones ligeras del tren de purificación.

Antecedentes de la invención

15 Entre los procedimientos utilizados actualmente para sintetizar ácido acético, uno de los más utilizados comercialmente es la carbonilación catalizada de metanol con monóxido de carbono. Entre los procedimientos preferentes para poner en práctica esta tecnología se incluyen los denominados procedimientos "con bajo contenido en agua" catalizados con rodio o iridio de la clase observada en la patente de Estados Unidos No. 5.001.259, concedida el 19 de marzo d 1991; la patente de Estados Unidos No. 5.026.908, publicada el 25 de junio de 1991; y la patente de Estados Unidos No. 5.144.068, concedida el 1 de septiembre de 1992; la patente europea No. EP 0 161 874 B2, publicada el 1 de julio de 1992, así como la patente europea No. EP 0 685 446 A1, publicada el 6 de diciembre de 1995. Entre las características implicadas en la práctica del procedimiento de carbonilación con un contenido bajo de agua se pueden incluir el mantenimiento en el medio de reacción, junto con una cantidad catalíticamente eficaz de rodio y, como mínimo, una concentración determinada de agua, una concentración elevada de anión yoduro inorgánico además del ion yoduro que está presente debido al yoduro de hidrógeno en el sistema. Este ion yoduro puede ser una sal simple, siendo preferente el yoduro de litio en la mayoría de casos. Patentes de Estados Unidos Nos. 5.001.259, 5.026.908, 5.144.068 y la patente europea No. EP 0 161 874 B2.

30 En general, una línea de producción de metanol por carbonilación incluye una sección de reacción, una sección de purificación, recuperación de fracciones ligeras y un sistema de reserva del catalizador. En la sección de reacción, se ponen en contacto metanol y monóxido de carbono con un catalizador de rodio o iridio en un medio de reacción en fase líquida agitado de forma homogénea en un reactor para producir ácido acético. El metanol se bombea en el reactor desde un tanque de suministro de metanol. El procedimiento es muy eficaz con una conversión de metanol a ácido acético habitualmente superior al 99 por ciento. La sección de reacción también incluye, en general, un recipiente para la vaporización instantánea acoplado al reactor que vaporiza de manera instantánea una corriente de arrastre a efectos de extraer el crudo de producto de la sección de reacción. El crudo de producto se alimenta a una sección de purificación que incluye, en general, una columna de fracciones ligeras o de arrastre, una columna de secado, una purificación auxiliar y, de manera opcional, una columna de acabado. En el procedimiento, se generan varias corrientes de purga no condensables que contienen fracciones ligeras, de manera destacada, yoduro de metilo, monóxido de carbono y acetato de metilo, y se alimentan a la sección de recuperación de fracciones ligeras. Estas corrientes de purga se extraen con un disolvente para extraer las fracciones ligeras que se devuelven al sistema o se descartan.

45 A pesar de los avances en la técnica, la desactivación del catalizador y las pérdidas en la purga, en especial las pérdidas de monóxido de carbono, siguen siendo ineficiencias persistentes en los sistemas de carbonilación de metanol. Por lo tanto, además, existe siempre la necesidad de reducir el capital y los gastos operativos asociados con la extracción con purga y la purificación de productos.

50 En una planta de carbonilación de metanol tradicional, se incluyen absorbentes a alta y baja presión, en la que se utiliza ácido acético como disolvente extractor. Del disolvente ácido acético posteriormente se deben arrastrar las fracciones ligeras, normalmente en otra columna de purificación, de manera que no se pierda el ácido. Dichas columnas son caras, dado que deben fabricarse de un material muy resistente a la corrosión, tal como aleaciones de zirconio, y así sucesivamente. Además, el arrastre de fracciones ligeras del ácido requiere vapor y contribuye a costes operativos. Se ha sugerido también el metanol para utilizar como disolvente extractor en relación con un procedimiento de carbonilación de metanol. En este aspecto, véase la patente de Estados Unidos No. 5.416.237 de Aubigne y otros, titulada "Process for the Production of Acetic Acid" ("Procedimiento para la producción de ácido acético"). En la patente '237 se indica que los compuestos no condensables del vapor del cabezal superior del tanque de vaporización instantánea se pueden extraer a contracorriente con metanol enfriado. Se añade una corriente residual de disolvente extractor de metanol a metanol puro y, a continuación, se utiliza como alimento para el reactor. Véase la columna 9, líneas 30-42. La publicación de la solicitud de patente china No. 200410016120.7 da a conocer un método para recuperar fracciones ligeras en un gas de purga de la producción de ácido acético/anhídrido acético mediante la extracción con metanol y ácido acético. En la publicación industrial titulada "Process of 200ktpa Methanol Low Press Oxo Synthesis AA" (SWRDICI 2006) (China) (referida a continuación como SWRDICI) se observa otro sistema. En esta publicación de investigación, se muestra un sistema de tratamiento con un gas de purga que incluye un absorbente a alta presión, así como un absorbente a baja presión. Se describe que ambos absorbentes de este sistema operan utilizando metanol como fluido de extracción.

La patente europea No. EP 0 759 419 propone reducir las pérdidas de la purga mediante la inyección de metanol en la corriente de purga del reactor y la producción catalítica de más producto en un reactor secundario, que, de manera opcional, contiene un catalizador heterogéneo.

5 En general, se cree que la desactivación y pérdida de catalizador son debidas a medios agotados en monóxido de carbono o a baja presión en el sistema de carbonilación tal como se observa en el recipiente de vaporización instantánea. A medida que disminuyen los niveles de monóxido de carbono en la solución de catalizador, el rodio toma de manera creciente la forma de triyoduro de rodio, el cual precipita. En la técnica se han propuesto varias 10 modificaciones para tratar este aspecto de los procedimientos convencionales, siendo quizás el más exitoso la utilización de yoduro de litio para aumentar la estabilidad del catalizador y las velocidades de reacción en condiciones de bajo contenido bajo en agua. A continuación, se describen otras modificaciones propuestas.

15 La patente de Estados Unidos No. 5.770.768 de Denis y otros da a conocer sistemas de carbonilación, en los que la solución del catalizador de reciclaje del recipiente de vaporización instantánea se trata con monóxido de carbono adicional antes de volver al reactor para incrementar la estabilidad del catalizador.

20 Se propone un reactor "conversor" de alta presión en la patente china No. ZL92108244.4, así como en SWRDICI (indicada anteriormente). El reactor conversor mostrado en SWRDICI está acoplado a un extractor con purga a alta presión y se describe que permite que la reacción continúe en mayor grado antes de la vaporización instantánea.

25 Según la presente invención, se da a conocer un sistema de carbonilación mejorado con una reacción por etapas y una extracción previa a la vaporización instantánea de las fracciones ligeras para incrementar la productividad y las eficiencias operativas.

#### Características de la invención

30 Según la presente invención, se da a conocer un procedimiento de fabricación de ácido acético que comprende: (a) hacer reaccionar de forma catalítica metanol o un derivado reactivo del mismo con monóxido de carbono en presencia de un catalizador metálico del grupo VIII homogéneo y un promotor de yoduro de metilo en un recipiente de reacción que contiene una mezcla de reacción líquida que incluye ácido acético, agua, acetato de metilo, yoduro de metilo y catalizador homogéneo, trabajando el recipiente de reacción a la presión del reactor; (b) extraer la mezcla de reacción del recipiente de reacción y alimentar la mezcla de reacción extraída junto con monóxido de carbono adicional a un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor que trabaja a una presión reducida por debajo de la presión del recipiente de reacción; (c) purgar las fracciones ligeras en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea y consumir simultáneamente acetato de metilo en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor. Las condiciones de reacción, tiempo de residencia y la composición están controlados en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, de manera que la mezcla previa a la vaporización instantánea presenta una 35 concentración incrementada de ácido acético y una concentración disminuida de yoduro de metilo y acetato de metilo mientras está en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor en comparación con la mezcla de reacción. Existe (d) la extracción del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, teniendo la mezcla una concentración incrementada de ácido acético, el cual se alimenta a un recipiente de vaporización instantánea; desde el cual (e) se vaporiza de forma instantánea una 40 corriente de crudo de ácido acético de la mezcla de reacción. El recipiente de vaporización instantánea trabaja a una presión por debajo de la presión del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor. El procedimiento también incluye (f) reciclar el residuo del recipiente de vaporización instantánea al recipiente de reacción, y (g) purificar la corriente de crudo del producto.

45 50 Entre las ventajas del sistema de la presente invención se incluyen una productividad incrementada, una descongestión de la columna de fracciones ligeras y, de manera opcional, una creciente eficiencia del monóxido de carbono, así como una mayor estabilidad del catalizador.

55 55 El recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja de manera adecuada a una presión, como mínimo, 34,47 kPa o 68,95 kPa (10 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción, de manera preferente, como mínimo, 103,42 kPa (15 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción. En algunas realizaciones, el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, 137,90 kPa (20 psi), 172,37 kPa (25 psi) o 206,84 kPa (30 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción.

60 60 Es preferente el burbujeo complementario de monóxido de carbono para consumir acetato de metilo en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor.

65 Detalles y ventajas adicionales de la presente invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción.

Descripción breve de los dibujos

La presente invención se describe con detalle a continuación con referencia al dibujo que se acompaña, en el que números similares designan partes similares. En el dibujo:

5 La **figura 1** es un diagrama esquemático que muestra un sistema de carbonilación para fabricar ácido acético según la presente invención.

10 Descripción detallada de la invención

15 La presente invención se describe con detalle a continuación con referencia a numerosas realizaciones para fines únicamente de exemplificación e ilustración. Las modificaciones en realizaciones particulares en el espíritu y alcance de la presente invención, establecidos en las reivindicaciones que se acompañan, serán fácilmente evidentes para los expertos en la materia.

20 A menos que se defina de manera más específica a continuación, a la terminología, tal como se utiliza en el presente documento, se le da su significado habitual. El porcentaje, % y términos similares se refieren al porcentaje en peso, a menos que se indique lo contrario.

25 Un "estabilizador/copromotor de sal de yoduro" y terminología similar se refieren a componentes que generan y mantienen niveles levados de aniones yoduro, es decir, además de los niveles atribuibles al ácido yodhídrico. El estabilizador/copromotor de sal de yoduro puede ser una sal simple o cualquier compuesto o componente que genere y mantenga el anión yoduro en la mezcla de reacción tal como se describe adicionalmente en el presente documento.

30 "Fracciones ligeras" se refiere a componentes que tienen un punto de ebullición inferior al del ácido acético. De este modo, para los presentes objetivos, el yoduro de metilo, el acetato de metilo y el monóxido de carbono disuelto son "fracciones ligeras".

35 "Baja presión" y terminología similar se refieren a presiones por debajo de la presión mantenida en un reactor de carbonilación de la clase descrita en el presente documento. Una presión "reducida" es habitualmente, como mínimo, 34,47 kPa (5 psi) inferior a la presión de referencia, de manera preferente, como mínimo, 68,95 kPa (10 psi) o 103,42 kPa (20 psi) inferior a la presión de referencia. Un absorbente a "baja presión" se refiere a un absorbente que trabaja a una presión sustancialmente inferior a la presión del reactor, de manera preferente más de 172,37 kPa (25 psi) inferior a la presión mantenida en el reactor de carbonilación.

40 Cuando se hace referencia a la reducción en acetato de metilo debido al consumo del mismo en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor a niveles específicos, el porcentaje de reducción es relativo a la cantidad de acetato de metilo en la mezcla de reacción en el reactor. De este modo, una reducción del 25% de acetato de metilo en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor hasta un nivel 25% inferior en la corriente de salida del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor en comparación con el nivel mantenido en el recipiente de reacción. De este modo, cuando el nivel de acetato de metilo es del 4% en peso en el recipiente de reacción y el acetato de metilo se consume en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor hasta un nivel del 3%, se consigue una reducción del 25%. En algunos aspectos preferentes de la presente invención, el acetato de metilo se consume hasta un nivel inferior al 1,5% en peso o inferior al 1% en peso en la mezcla de reacción que sale del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor. En todavía otros casos, la concentración de acetato de metilo en la corriente que sale del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor puede ser inferior al 0,5% en peso o inferior al 0,25% en peso.

45 50 En un reactor de carbonilación convencional, el gas de purga que comprende hidrógeno, dióxido de carbono y monóxido de carbono se alimenta desde el reactor a un absorbente a alta presión que trabaja a presiones similares a las del reactor para recuperar reactivos y/o producto. El ácido acético se separa de una solución de catalizador en un recipiente de vaporización instantánea. Se extraen el yoduro de metilo y el acetato de metilo que acompañan al producto crudo del ácido acético en una columna de fracciones ligeras y se condensa o extraen del gas de purga con un absorbente.

55 60 En el procedimiento, según la presente invención, el gas de purga del reactor principal se puede alimentar directamente a un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, conservando de este modo el reactivo de monóxido de carbono a la vez que se reduce o elimina la necesidad de un absorbente a alta presión. El monóxido de carbono adicional proporcionado a la mezcla de reacción estabiliza el catalizador y reacciona con acetato de metilo para incrementar la productividad de ácido acético del sistema.

65 65 El recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión intermedia entre las presiones de trabajo del reactor principal y el recipiente de vaporización instantánea posterior, manteniendo de este modo la mayoría del producto ácido acético en solución, a la vez que se separa por vaporización instantánea

el yoduro de metilo y el acetato de metilo. El yoduro de metilo y el acetato de metilo separados por vaporización instantánea del recipiente de reacción previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor se pueden alimentar aun condensador o se pueden enviar directamente a un absorbente a baja presión, reduciendo de este modo la carga en una columna posterior de fracciones ligeras. La operación de un absorbente es, en general, más cara que la operación de una unidad de condensación. Por lo tanto, minimizar la necesidad de la absorción da lugar a una reducción de los costes operativos.

El líquido de reacción se extrae habitualmente del reactor y se vaporiza de forma instantánea en un procedimiento por fases o con múltiples etapas que utiliza un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, así como un recipiente de vaporización instantánea tradicional, tal como se describe en lo sucesivo en el presente documento. La corriente del procedimiento de vapor del crudo del recipiente de vaporización instantánea se envía a una sección de purificación que incluye, en general, como mínimo, una columna de fracciones ligeras y una columna de deshidratación tal como se conoce en la técnica.

La presente invención se entenderá adicionalmente mediante referencia a la **figura 1**, que es un diagrama esquemático que muestra un procedimiento y aparatos típicos de carbonilación según una realización de la presente invención.

En la **figura 1** se muestra un aparato de carbonilación -10- construido según la presente invención. El aparato -10- incluye, en general, un reactor de carbonilación -12-, un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14-, un recipiente de vaporización -16-, así como una purificación adicional, tal como una columna de arrastre de fracciones ligeras -18-, y así sucesivamente, tal como se entenderá por un experto en la materia.

En la operación, el metanol y el monóxido de carbono se alimentan a un recipiente de reacción -12- mediante los conductos -20-, -22-, respectivamente, para la reacción en el medio de reacción catalítico contenido en el reactor -12-. La reacción de carbonilación tiene lugar en un sistema de reacción catalítico homogéneo que comprende un disolvente de reacción (habitualmente, ácido acético), metanol y/o sus derivados reactivos, un catalizador de rodio soluble, yoduro de metilo, acetato de metilo y, como mínimo, una concentración determinada de agua. Las eficiencias del metanol y el monóxido de carbono son, en general, superiores a aproximadamente el 98 y el 90%, respectivamente, tal como se entiende a partir de las patentes de Estados Unidos Nos. 5.001.259; 5.026.908; y 5.144.068, todas de Smith y otros, las descripciones de las cuales se incorporan por referencia en el presente documento.

Del reactor -12-, una parte del medio de reacción se alimenta directamente mediante el conducto -24- a través de una válvula reductora de presión -24a- al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14-. También se suministra mediante el conducto -26- monóxido de carbono mediante purga desde el recipiente de reacción -12- al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea -14-, tal como se muestra. Una fuente preferente de CO es desde el purgador -26- a través de una válvula reductora de presión -26a- en la medida que reduzca la necesidad de suministrar monóxido de carbono fresco adicional al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14- que se puede realizar, por ejemplo, mediante el conducto -28-, tal como se muestra hacia la parte inferior del diagrama. Cabe indicar que el monóxido de carbono se burbujea en el recipiente -14- a una altura de desacoplamiento -H- por encima de la base del recipiente -14- y un conducto -34- a efectos de evitar la extracción del monóxido de carbono (o la reducción de su cantidad) en el conducto -34-. La altura -H- puede ser, como mínimo, 0,25 metros o más, de manera preferente, como mínimo, 0,5 metros, o, como mínimo, 1 metro.

En el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14- el medio de reacción se mantiene a una presión intermedia a la vez que el CO interacciona con la mezcla de reacción y consume acetato de etilo. En una realización preferente, se controlan la cantidad de monóxido de carbono añadida a un recipiente -14- y las condiciones de reacción, de manera que el acetato de metilo en la mezcla de reacción se consume de manera sustancial antes del procesado posterior. El recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14- se dispone con un purgador en -30- para extraer los gases del sistema, incluyendo compuestos no condensables, así como el yoduro de metilo y, de manera opcional, parte del acetato de metilo, al sistema de extracción a baja presión -32-, tal como se indica en el diagrama. Antes de alimentar el sistema de absorción a baja presión -32-, se disminuye la presión en la corriente del purgador -30- mediante el paso de la corriente a través de una válvula reductora de la presión indicada en -30a-.

De este modo, la mezcla de reacción se modifica y acondiciona previamente antes de la vaporización instantánea. En particular, se extrae de la mezcla de reacción una parte del yoduro de metilo y, de manera opcional, una parte del acetato de metilo y se suministra al sistema de extracción con purgador a baja presión antes de la vaporización instantánea a baja presión. De este modo, los requisitos de purificación del crudo del producto se reducirán tal como se entenderá a partir de la siguiente descripción. Despues de la reacción en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14-, la mezcla de reacción acondicionada, ahora agotada en las fracciones ligeras, se alimenta directamente mediante el conducto -34- a través de una válvula reductora de la presión -34a- al recipiente de vaporización instantánea -16-. En el recipiente de vaporización instantánea -16-, la

presión se reduce con respecto al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea -14-, la cual, a su vez, se reduce con respecto al reactor -12-. En el recipiente de vaporización instantánea -16-, el crudo de ácido acético se vaporiza de manera instantánea de la mezcla de reacción y sale como el sobreflujo indicado en -36- y se suministra a una columna de fracciones ligeras -18-, tal como se conoce en la técnica.

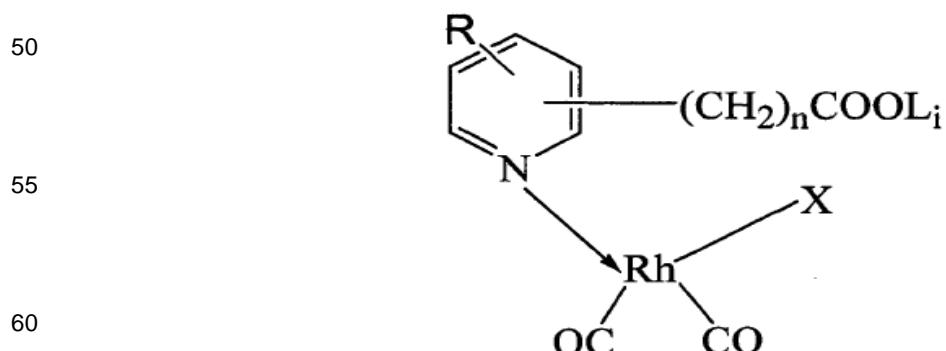
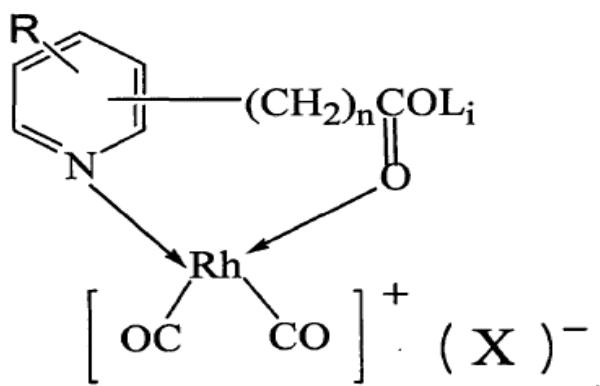
- 5 Desde el recipiente de vaporización instantánea -16-, el catalizador se recicla mediante los conductos -38-, -40- al reactor -12-, tal como se conoce en la técnica.
- 10 El crudo del producto alimentado a la columna de fracciones ligeras -18- mediante el conducto -36- presenta niveles muy reducidos de yoduro de metilo y acetato de metilo, en comparación con un sistema de carbonilación convencional, ya que el acetato de metilo se ha consumido en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14- y el yoduro de metilo y, de manera opcional, el acetato de metilo previamente se han vaporizado de manera instantánea al sistema de extracción con purgador a baja presión -32-, tal como se muestra en el diagrama. A partir de la columna de fracciones ligeras -18-, el producto se alimenta directamente en una corriente purificada -42- con la mayoría del yoduro de metilo y el acetato de metilo extraídos del producto. La corriente -42- se alimenta directamente a una columna de deshidratación para eliminar el agua de la corriente de producto y, de manera opcional, posteriormente se procesa para eliminar otras impurezas, tales como compuestos pesados, yoduros orgánicos, antes del almacenamiento y transporte. El residuo de la columna -18- se recicla mediante el conducto -38a- a los conductos -38- y -40- y, finalmente, al reactor -12-.
- 15
- 20 El sobreflujo de la columna -18- se condensa y sale mediante -44- al receptor -46- y se puede reciclar tal como se conoce en la técnica. Los compuestos no condensables, es decir, en -48-, se alimentan al sistema de extracción con purgador a baja presión, el cual puede utilizar el metanol y/o el ácido acético y/o el acetato de metilo, tal como se muestra en -50-. En este aspecto, se dispone de una torre de absorción -52-. Cuando se utiliza el metanol como fluido de extracción en el sistema de extracción a baja presión, el fluido de extracción utilizado se puede alimentar directamente al reactor -12- mediante el conducto -50a-, tal como se muestra en el diagrama. De manera preferente, se extrae más del 90% o 95% del yoduro de metilo del gas de purga mediante el fluido absorbente antes del procesado adicional. El fluido del sistema de extracción, en general, se enfria hasta una temperatura de aproximadamente 5°C a aproximadamente 25°C antes de utilizarse en la torre, con la condición de que cuando se utiliza ácido acético como disolvente de extracción, la temperatura del disolvente se mantiene a 17°C o más para evitar la congelación.
- 25
- 30
- 35 Los compuestos no condensables, que incluyen monóxido de carbono de la torre -52-, salen mediante el conducto -54- y se pueden purificar adicionalmente mediante adsorción por oscilación de presión o adsorción por oscilación al vacío, tal como se conoce en la técnica. En este aspecto, se da a conocer la descripción de estos procedimientos en la patente de Estados Unidos No. 5.529.970 de Peng y la patente de Estados Unidos No. 6.322.612 de Sircar y otros, las descripciones de las cuales se incorporan por referencia en el presente documento.
- 40 En la realización mostrada en la figura 1 no es necesario un absorbente a alta presión, ahorrándose así capital y costes operativos. En otras realizaciones, se puede minimizar la utilización de un absorbente a alta presión, reduciendo así los costes operativos.
- 45 A partir de lo anterior, se entenderá que la reducción de los niveles de yoduro de metilo y acetato de metilo en la corriente de crudo de producto vaporizado de forma instantánea resultante -36- descongestiona la columna de fracciones ligeras. Se pueden conseguir velocidades elevadas de burbujeo de gas sin perder monóxido de carbono debido al consumo de monóxido de carbono en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor -14-.
- 50 El sistema de carbonilación -10- utiliza, de manera opcional, sólo dos columnas de purificación principales y trabaja, de manera preferente, tal como se describe con más detalle en la patente de Estados Unidos No. 6.657.078 de Scates y otros, titulada "Low Energy Carbonylation Process" ("Procedimiento de carbonilación de baja energía"), la descripción de la cual se incorpora por referencia en el presente documento. Dependiendo del sistema, en general, se utilizan columnas adicionales, según se deseé.
- 55 El metal catalizador del grupo VII utilizado en relación con la presente invención puede ser un catalizador de rodio y/o iridio. La selección del catalizador no es crítica para la realización de la presente invención. En el caso que se seleccione un catalizador de base rodio, el catalizador metálico de rodio se puede añadir en cualquier forma adecuada, de manera que el rodio esté en la solución del catalizador como una mezcla en equilibrio que incluye el anión  $[Rh(CO)_2]_2^-$ , tal como se conoce en la técnica. Cuando la solución de rodio se encuentra en el medio rico en monóxido de carbono del reactor, en general, se mantiene la solubilidad del rodio porque las especies aniónicas de rodio/yoduro de carbonilo, en general, son solubles en agua y ácido acético. Sin embargo, cuando se transfiere a medios agotados en monóxido de carbono, tal como existen habitualmente en el recipiente de vaporización instantánea, la columna de fracciones ligeras y así sucesivamente, se reduce la estabilidad de la composición de catalizador/rodio, ya que hay menos monóxido de carbono disponible. Una cantidad significativa de rodio precipita como  $RhI_3$ , por ejemplo, y se pierde en los sistemas convencionales; los detalles en cuanto a la forma del rodio atrapado en el procedimiento posterior al reactor no son entendibles. Los estabilizadores/copromotores de sales de
- 60
- 65

yoduro ayudan a aliviar la precipitación en el recipiente de vaporización instantánea bajo las denominadas condiciones de "bajo contenido en agua", tal como entenderá un experto en la materia. El catalizador de rodio puede estar presente con una concentración en el intervalo desde 1 ppm hasta el rango de solubilidad, de manera preferente, en el intervalo desde 10 hasta 2000 ppm en peso de rodio.

5 Los estabilizadores/copromotores de sales de yoduro utilizados en relación con la presente invención pueden estar en forma de una sal soluble de un metal alcalino o un metal alcalinotérreo o una sal de amonio cuaternario o una sal de fosfonio. En ciertas realizaciones, el estabilizador/copromotor del catalizador es yoduro de litio, acetato de litio o mezclas de los mismos. La sal de yoduro se puede añadir como una mezcla de sales, tales como una mezcla de yoduro de litio y yoduro de sodio y/o yoduro de potasio. Véanse las patentes de Estados Unidos Nos. '259; '908; y '068, todas de Smith y otros, tal como hace referencia anteriormente. De manera alternativa, el estabilizador/copromotor de la sal de yoduro se puede añadir como un precursor de la sal que genera el anión yoduro *in situ* bajo las condiciones de trabajo del sistema de reacción. Entre una amplia gama de sales que no son de yoduro que son útiles como precursores se incluyen acetatos y carboxilatos de metal alcalino que reaccionarán con yoduro de metilo y/o HI para generar el correspondiente estabilizador de la sal de yoduro. Asimismo, las sales de yoduro adecuadas se pueden generar *in situ* a partir de precursores no iónicos, tales como óxidos de fosfina, arsinas, fosfinas, aminas, aminoácidos, sulfuros, sulfóxidos o cualquier ligando o ligandos orgánicos adecuados, si se desea. Los óxidos de fosfina, las fosfinas, las aminas, los aminoácidos u otros compuestos que contienen nitrógeno o fósforo y ligandos orgánicos adecuados experimentan, en general, una cuaternización en presencia de yoduro de metilo a temperaturas elevadas para producir sales que mantienen una concentración elevada del anión yoduro en la mezcla de reacción. Los estabilizadores/copromotores de sales de yoduro se definen de este modo por su capacidad de mantener niveles elevados de anión yoduro, más que por la forma en la que se añaden al sistema. Una manera de introducir copromotores de sales de yoduro es mediante la incorporación de grupos adecuados en un sistema de catalizador de rodio o formando complejos como cationes o ligandos (habitualmente, ligandos monodentados o bidentados) asociados con rodio añadido a la mezcla de reacción. En las condiciones de carbonilación en presencia de yoduro de metilo, estos complejos se descomponen y/o cuaternizan para proporcionar niveles elevados de aniones yoduro. En este aspecto, las siguientes referencias chinas son de particular interés: publicación de la patente china CN1345631; solicitud No. 00124639.9; publicación de la patente china No. CN1105603; solicitud No. 94100505.4; y publicación de la patente china No. CN1349855; solicitud No. 00130033.4.

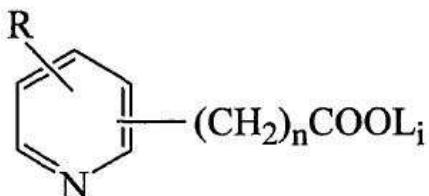
10 15 20 25 30

De este modo, entre los complejos de catalizadores de rodio adecuados que proporcionan un copromotor de sal de yoduro se incluyen complejos que presentan las siguientes estructuras:



65 en las que R es H, o un derivado de hidrocarburo que contiene carboxilo; (X<sup>-</sup>) es BPh<sub>4</sub><sup>-</sup>, BF<sub>4</sub><sup>-</sup>, o CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>; X es I, Cl, o Br; y n = 0,1 ó 2. Entre otros compuestos útiles como copromotores de sales de yoduro se incluyen derivados de piridina, tales como:

5



- 10 en los que R es H, o un derivado de hidrocarburo que contiene carboxilo, y n es 0,1 ó 2. De manera preferente, R es H, o, por ejemplo, piridin-2-formiato de litio, piridin-3-formiato de litio, piridin-4-formiato de litio, piridin-2-acetato de litio, piridin-3-acetato de litio, piridin-4-acetato de litio, o piridin-3-propionato de litio. Un experto en la materia entenderá que se pueden utilizar muchos otros componentes como copromotores de sales de yoduro.
- 15 Un catalizador de iridio en la composición líquida de la reacción de carbonilación puede comprender cualquier compuesto que contiene iridio que sea soluble en la composición de reacción líquida. El catalizador de iridio se puede añadir a la composición de reacción líquida para la reacción de carbonilación en cualquier forma adecuada que se disuelve en la composición de reacción líquida o es convertible en una forma soluble. Entre los ejemplos de compuestos que contienen iridio adecuados que se pueden añadir a la composición de reacción líquida se incluyen:
- 20 IrCl<sub>3</sub>, IrI<sub>3</sub>, IrBr<sub>3</sub>, [Ir(CO)<sub>2</sub>I]<sub>2</sub>, [Ir(CO)<sub>2</sub>Cl]<sub>2</sub>, [Ir(CO)<sub>2</sub>Br]<sub>2</sub>, [Ir(CO)<sub>2</sub>I<sub>2</sub>]<sup>H+</sup>, [Ir(CO)<sub>2</sub>Br<sub>2</sub>]<sup>H+</sup>, ClIr(CO)<sub>2</sub>I<sub>4</sub>]<sup>H+</sup>, [Ir(CH<sub>3</sub>)I<sub>3</sub>(CO<sub>2</sub>)]<sup>H+</sup>, Ir<sub>4</sub>(CO)<sub>12</sub>, IrCl<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O, IrBr<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O, Ir<sub>4</sub>(CO)<sub>12</sub>, metal iridio, Ir<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ir(acac)(CO)<sub>2</sub>, Ir(acac)<sub>3</sub>, acetato de iridio, [Ir<sub>3</sub>O(OAc)<sub>6</sub>CH<sub>2</sub>O<sub>3</sub>][OAc], y ácido hexaclorirídico [H<sub>2</sub>IrCl<sub>6</sub>]. Los complejos de iridio sin cloruro, tales como acetatos, oxalatos y acetoacetatos se utilizan habitualmente como materiales de partida. La concentración del catalizador de iridio en la composición de reacción líquida puede estar en el intervalo de 100 a 6000 ppm. La carbonilación del metanol utilizando un catalizador de iridio es conocida y se describe en general en las siguientes patentes de Estados Unidos: 5.942.460; 5.932.764; 5.883.295; 5.877.348; 5.877.347 y 5.696.284, las descripciones de las cuales se incorporan por referencia en la presente solicitud como si estuvieran en su totalidad.
- 25 El yoduro de metilo se utiliza como promotor, aunque la selección del promotor no es crítica para la realización de la presente invención. De manera preferente, la concentración de yoduro de metilo en la composición de reacción líquida se encuentra en el intervalo del 1 al 50% en peso, de manera preferente del 2 al 30% en peso.
- 30 El promotor se puede combinar con un compuesto estabilizador/copromotor de las sales, en especial en relación los sistemas catalizador con rodio. Entre estos promotores se pueden incluir sales de un metal del grupo IA o el grupo IIA, o una sal de amonio cuaternario o una sal de fosfonio o sus precursores descritos anteriormente. Son particularmente preferentes las sales de yoduro o acetato, por ejemplo, yoduro de litio o acetato de litio.
- 35 Se pueden utilizar otros promotores y copromotores como parte del sistema catalítico de la presente invención tal como se describe en la publicación de patente europea EP 0 849 248, la descripción de la cual se incorpora por referencia en el presente documento. Los promotores adecuados se seleccionan entre rutenio, osmio, tungsteno, renio, zinc, cadmio, indio, galio, mercurio, níquel, platino, vanadio, titanio, cobre, aluminio, estaño, antimonio, y, de manera más preferente, se seleccionan entre rutenio y osmio. En la patente de Estados Unidos No. 6.627.770, la totalidad de la cual se incorpora por referencia en el presente documento, se describen copromotores específicos.
- 40 45 Un promotor puede estar presente en una cantidad eficaz hasta el límite de su solubilidad en la composición de reacción líquida y/o cualquier corriente líquida del procedimiento reciclada al reactor de carbonilación desde la etapa de recuperación del ácido acético. Cuando se utiliza, el promotor está presente de forma adecuada en la composición de reacción líquida en una proporción molar de promotor con respecto al catalizador metálico de [0,5 a 15]:1, de manera preferente [2 a 10]:1, de manera más preferente [2 a 7.5]:1. Una concentración adecuada de promotor es de 400 a 5000 ppm.
- 50 55 El reactivo de monóxido de carbono puede ser esencialmente puro o puede contener impurezas inertes, tales como dióxido de carbono, metano, nitrógeno, gases nobles, agua e hidrocarburos parafínicos C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>. La presencia de hidrógeno en el monóxido de carbono y el generado *in situ* mediante la reacción de desplazamiento del vapor de agua se mantiene, de manera preferente, en un contenido bajo, por ejemplo, menos de una presión parcial de 1 bar, ya que su presencia puede dar lugar a la formación de productos de hidrogenación. La presión parcial de monóxido de carbono en la reacción está de manera adecuada en el intervalo de 1 a 70 bar, de manera preferente de 1 a 35 bar, y de la manera más preferente de 1 a 15 bar.
- 60 65 El ácido acético se incluye habitualmente en la mezcla de reacción como disolvente para la reacción. Entre los derivados de metanol reactivos adecuados se incluyen el acetato de metilo, el dimetil éter, el formiato de metilo y el yoduro de metilo. Se puede utilizar una mezcla de metanol y derivados reactivos del mismo como reactivos en el procedimiento de la presente invención. De manera preferente, se utilizan como reactivos metanol y/o acetato de metilo. Como mínimo, parte del metanol y/o del derivado reactivo del mismo se convertirá en acetato de etilo, y por tanto estará presente como tal, en la composición de reacción líquida mediante la reacción con el

producto o disolvente de ácido acético. La concentración en la composición de reacción líquida de acetato de metilo se encuentra de manera adecuada en el intervalo del 0,5 al 70% en peso, de manera preferente, del 0,5 al 50% en peso, de manera más preferente, del 1 al 35% en peso y, de la manera más preferente, del 1 al 20% en peso, en el caso de sistemas catalizados con rodio, del 1 al 10% en peso.

5 El procedimiento de carbonilación en el reactor principal y en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor puede trabajar en una base por lotes o semicontinua, pero, de manera preferente, en un modo continuo. La presión de la reacción de carbonilación en el reactor principal se encuentra, en general, en el intervalo de 10 a 200 bar (145 psi a 2900 psi), de manera preferente, de 10 a 100 bar (145 psi a 1450 psi), de la manera más preferente, de 15 a 50 bar (217 psi a 725 psi), por ejemplo, aproximadamente 28 bar (400 psi). La presión en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor se reduce en muchos casos del 10 al 40% de la presión del reactor principal, correspondiente a una reducción de presión de aproximadamente 275,79 kPa (40 psi). El recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja, en general, a una presión de aproximadamente 11 bar (160 psig) a aproximadamente 27,5 bar (400 psig). El recipiente de vaporización instantánea trabaja habitualmente a una presión en el intervalo de aproximadamente 96,52 kPa (14 psig) a aproximadamente 6,9 bar (100 psig). El recipiente del reactor principal y el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabajan a temperaturas comparables. La temperatura de la reacción de carbonilación se encuentra de manera adecuada en el intervalo de 100 a 300°C (212°F a 572°F), de manera preferente en el intervalo de 150 a 220°C (302°F a 428°F), por ejemplo, aproximadamente 188°C (370°F). En referencia a la figura 1, las presiones y composiciones adecuadas en las diversas partes del equipo y corrientes son las siguientes:

#### Equipo

25 -12- presión de la reacción de carbonilación = 20,7 - 34,4 bar (300 - 500 psig), de manera preferente, 24,2 - 31 bar (350 - 450 psig)  
 -14- presión previa al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor = 13,8 - 31 bar (200 - 450 psig), de manera preferente, 20,7 - 34,4 bar (300 - 400 psig) (la presión siempre es inferior a la del reactor -12-)  
 -16- presión del recipiente de vaporización instantánea = 0 - 6,9 bar (100 psig), de manera preferente, 103,42 - 310,26 kPa (15 - 45 psig)  
 -52- presión en el sistema de extracción con purgador = 34,47 kPa a 34,4 bar (5 a 500 psig), de manera preferente 34,47 kPa - 6,9 bar (5 - 100 psig), de manera más preferente, 68,95 kPa - 344,7 kPa (10 - 50 psig)

#### Corrientes

35 -30- que comprende MeI, MeAc, CO  
 -34- que comprende HAc, Rh, H<sub>2</sub>O, gases disueltos (CO/CO<sub>2</sub>) y concentraciones inferiores de MeAc y MeI que en las corrientes -24- y -26-, que comprenden CO, H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>  
 -48- que comprende gases no condensables y MeI  
 40 -54- que comprende principalmente gases no condensables con concentraciones inferiores de MeI que en la corriente -30-

45 Se puede formar agua *in situ* en la composición de reacción líquida, por ejemplo, mediante la reacción de esterificación entre el reactivo metanol y el producto de ácido acético. El agua se puede introducir al reactor de carbonilación de forma conjunta o separada de otros componentes de la composición de reacción líquida. El agua se puede separar de otros componentes de la composición de reacción extraídos del reactor y se puede reciclar en cantidades controladas para mantener la concentración requerida de agua en la composición de reacción líquida.

50 De este modo, se observa que el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, de 34,47, 68,95, 103,42, 137,90, 172,37, 206,84 kPa (5, 10, 15, 20, 25 ó 30 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción en varias realizaciones. Además, el catalizador metálico del grupo VIII es un catalizador de rodio homogéneo y está presente en la mezcla de reacción a una concentración de aproximadamente 300 ppm a aproximadamente 5.000 ppm en peso de la mezcla de reacción, mientras que la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,1% en peso al 10% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro. De manera alternativa, la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,5% en peso al 8% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro o la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,5% en peso al 5% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro. En algunos casos preferentes, la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,5% en peso al 3% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro, mientras que el estabilizador/copromotor de sal de yoduro está presente en una cantidad que genera y mantiene una concentración de anión yoduro de aproximadamente el 2% en peso a aproximadamente el 20% en peso de la mezcla de reacción en el recipiente de reacción, tal como en los que el estabilizador/copromotor de sal de yoduro está presente en una cantidad que genera y mantiene una concentración de anión yoduro de

aproximadamente el 5% en peso a aproximadamente el 17,5% en peso de la mezcla de reacción en el recipiente de reacción.

5 El estabilizador/copromotor de sal de yoduro a veces es una mezcla de sales de yoduro y/o el estabilizador/copromotor de sal de yoduro se suministra en la mezcla de reacción en forma no iónica.

10 El catalizador metálico del grupo VIII puede ser un catalizador de iridio homogéneo y la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se puede mantener a un nivel del 3% en peso al 8% en peso de la mezcla de reacción, mientras que la cantidad de yoduro de metilo en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 2% en peso al 8% en peso de la mezcla de reacción y la cantidad de acetato de metilo en la mezcla de reacción se mantiene en el recipiente de reacción a un nivel del 10% en peso al 20% en peso de la mezcla de reacción.

15 En un aspecto preferente, se burbujea monóxido de carbono al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor mediante una corriente con purgador desde el reactor. En otro aspecto preferente, las fracciones ligeras del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor se purgan a un sistema de extracción a baja presión.

20 Habitualmente, el acetato de metilo en la mezcla de reacción se consume en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor hasta un nivel, como mínimo, del 25% inferior a la concentración del acetato de metilo en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción; a veces, el acetato de metilo en la mezcla de reacción se consume en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor hasta un nivel, como mínimo, del 50% inferior a la concentración del acetato de metilo en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción.

25 En otro aspecto de la presente invención, se da a conocer una sistema de carbonilación para producir ácido acético, que comprende:

30 (a) un recipiente de reacción adaptado para la carbonilación del metanol o sus derivados reactivos con monóxido de carbono en presencia de un catalizador metálico del grupo VIII y un promotor de yoduro de metilo en una mezcla de reacción líquida que incluye ácido acético, agua, acetato de metilo y yoduro de metilo, trabajando el reactor a una presión de reacción de 21 bar a 34 bar (300 psig a 500 psig);

35 (b) un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor acoplado al reactor adaptado para recibir la mezcla de reacción líquida dirigida al mismo desde el reactor, trabajando el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor a una presión de 14 bar a 31 bar (200 psig a 450 psig), con la condición de que la presión en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor es, como mínimo, 5 psi inferior a la presión en el recipiente de reacción y en el que la composición y condiciones en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor son tales que se suministran fracciones ligeras al purgador del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y se forma una mezcla previa a la vaporización instantánea que tiene una concentración incrementada de ácido acético y una concentración reducida de yoduro de metilo y acetato de metilo en comparación con la mezcla de reacción;

40 (c) un sistema de extracción acoplado al purgador del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor adaptado para recuperar las fracciones ligeras del mismo;

45 (d) un recipiente de vaporización instantánea acoplado al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor adaptado para recibir la mezcla líquida previa a la vaporización instantánea dirigida al mismo desde el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, trabajando el recipiente de vaporización instantánea a una presión sustancialmente inferior a la presión del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor, estando el recipiente de vaporización adaptada adicionalmente para vaporizar de manera instantánea una corriente de crudo de producto de la mezcla previa a la vaporización instantánea y suministrar una mezcla de reacción reciclada al reactor; y

50 (e) una sección de purificación acoplada al recipiente de vaporización instantánea para purificar la corriente de crudo de producto. El reactor puede trabajar a una presión de 24,2 bar (350 psig) a 31 bar (450 psig), mientras que el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión de 21 a 27,5 bar (300 a 400 psig), por ejemplo. De manera adecuada, el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, 103,42 kPa (15 psi) inferior a la del recipiente de reacción, mientras que el recipiente de vaporización instantánea trabaja a una presión de 0 psig a 6,9 bar (100 psig), tal como en el caso en que el recipiente de vaporización instantánea trabaja a una presión de 103,42 kPa a 310,26 bar (15 psig a 45 psig). El sistema de extracción con purgador de gases trabaja a una presión de 34,47 kPa a 31 bar (5 psig a 450 psig) o más; de manera adecuada, el sistema de extracción con purgador trabaja a una presión de 34,47 kPa a 6,9 bar (5 psig a 100 psig), tal como en el caso en el que el sistema de extracción con purgador trabaja a una presión de 68,95 kPa a 344,74 kPa (10 psig a 50 psig).

65 En otro aspecto preferente de la presente invención, el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor está conectado a una fuente de monóxido de carbono, tal como, por ejemplo, en el que la fuente de monóxido de carbono comprende una corriente de purga desde el recipiente de reacción.

- Entre más mejoras adicionales se incluyen que el sistema comprenda además una válvula reductora de la presión que acople la corriente de purga del recipiente de reacción y el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y/o que comprenda además una válvula reductora de la presión que acople el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y el sistema de extracción y/o que comprenda además una válvula reductora de la presión que acople el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y el recipiente de vaporización instantánea. En algunos casos, el recipiente de reacción se purga de manera exclusiva al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y el sistema está dispuesto con un único sistema de extracción con purgador a baja presión.
- 5

10

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de ácido acético, que comprende:

- 5     (a) hacer reaccionar de forma catalítica metanol o un derivado reactivo del mismo con monóxido de carbono en presencia de un catalizador metálico del grupo VIII homogéneo y un promotor de yoduro de metilo en un recipiente de reacción que contiene una mezcla de reacción líquida que incluye ácido acético, agua, acetato de metilo, yoduro de metilo y el catalizador homogéneo, trabajando el recipiente de reacción a la presión del reactor;
- 10    (b) extraer la mezcla de reacción del recipiente de reacción y alimentar la mezcla de reacción extraída junto con monóxido de carbono adicional a un recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor que trabaja a una presión reducida, como mínimo, 34,47 kPa (5 psi) por debajo de la presión del recipiente de reacción;
- 15    (c) purgar las fracciones ligeras en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea y consumir simultáneamente acetato de metilo en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor para producir una mezcla previa a la vaporización instantánea que tiene una concentración incrementada de ácido acético y una concentración reducida de yoduro de metilo y acetato de metilo, en comparación con la mezcla de reacción;
- 20    (d) extraer la mezcla de reacción previa a la vaporización instantánea del recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor y alimentar la mezcla de reacción previa a la vaporización instantánea a un recipiente de vaporización instantánea;
- 25    (e) vaporizar de forma instantánea una corriente de crudo de ácido acético de la mezcla en un recipiente de vaporización instantánea que trabaja a una presión por debajo de la presión del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor;
- 30    (f) reciclar un residuo posterior a la vaporización instantánea desde el recipiente de vaporización instantánea al recipiente de reacción; y
- 35    (g) purificar la corriente de crudo del producto.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, 68,95 kPa (10 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción.

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, 137,90 kPa (20 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción.

35    4. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor trabaja a una presión, como mínimo, 206,84 kPa (30 psi) inferior a la presión del recipiente de reacción.

40    5. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 1, en el que el catalizador metálico del grupo VIII es un catalizador de rodio homogéneo y está presente en la mezcla de reacción a una concentración de aproximadamente 300 ppm a aproximadamente 5.000 ppm en peso de la mezcla de reacción.

45    6. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 5, en el que la cantidad de agua en la mezcla de reacción en recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,1% en peso al 10% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro.

50    7. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 6, en el que la cantidad de agua en la mezcla de reacción en recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 0,5% en peso al 3% en peso de la mezcla de reacción y la mezcla de reacción comprende además un estabilizador/copromotor de sal de yoduro.

55    8. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 6, en el que el estabilizador/copromotor de sal de yoduro está presente en una cantidad que genera y mantiene una concentración de anión yoduro de aproximadamente el 2% en peso a aproximadamente el 20% en peso de la mezcla de reacción en el recipiente de reacción.

56    9. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 6, en el que el estabilizador/copromotor de sal de yoduro se suministra a la mezcla de reacción en forma no iónica.

60    10. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 1, en el que el catalizador metálico del grupo VIII es un catalizador de iridio homogéneo.

65    11. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 10, en el que la cantidad de agua en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 3% en peso al 8% en peso de la mezcla de reacción.

66    12. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 10, en el que la cantidad de yoduro de metilo en la

mezcla de reacción en el recipiente de reacción se mantiene a un nivel del 2% en peso al 8% en peso de la mezcla de reacción.

- 5      13. Procedimiento de carbonilación, según la reivindicación 10, en el que la cantidad de acetato de metilo en la mezcla de reacción se mantiene en el recipiente de reacción a un nivel del 10% en peso al 20% en peso de la mezcla de reacción.
- 10     14. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el monóxido de carbono se burbujea al recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor mediante una corriente de purga desde el reactor.
- 15     15. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que las fracciones ligeras del recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor se purga a un sistema de extracción a baja presión.
16. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el acetato de metilo en la mezcla de reacción se consume en el recipiente previo al recipiente de vaporización instantánea/posterior al reactor hasta un nivel, como mínimo, 25% inferior a la concentración de acetato de metilo en la mezcla de reacción en el recipiente de reacción.

