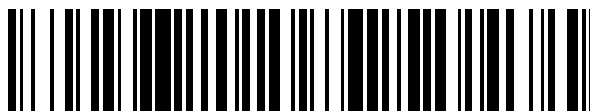


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 394**

51 Int. Cl.:

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2008 E 08837961 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.10.2015 EP 2220022**

54 Título: **Procedimiento y aparato para la fabricación de ácido acético, con productividad mejorada**

30 Prioridad:

11.10.2007 US 974106

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SHAVER, RONALD DAVID

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Luis Alfonso

ES 2 552 394 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 y aparato para la fabricación de ácido acético, con productividad mejorada

5 Sector técnico

La presente invención se refiere de manera general a un aparato y a un procedimiento para la fabricación de ácido acético, en el que el producto es recuperado de los residuos de una columna de destilación de fracciones ligeras, siendo procesado para incrementar la productividad del sistema.

10

Antecedentes técnicos

Los procedimientos de carbonilación son bien conocidos en la técnica. Son de especial significación comercial los procedimientos para la carbonilación de metanol para fabricar ácido acético y los procedimientos para la carbonilación del acetato de metilo para fabricar anhídrido acético. Ver Applied Homogeneous Catalyst With Organometallic Compounds, Cornils y otros, Ed. (Bench Edition) (Wylie, Weinheim, República Federal de Alemania 2000), Capítulo 2, partes 2.1.2 y siguientes, págs. 104-137. Ver, también, Patente de Estados Unidos nº 6.642.413 de Thiebaut.

15

20

25

30

35

Para fabricar ácido acético, un procedimiento preferido comporta la carbonilación de metanol en un medio de reacción homogéneo en el que se utiliza rodio como catalizador. De modo general, el medio de reacción incluye catalizador, agua, ácido acético, monóxido de carbono disuelto (CO), metanol, acetato de metilo (MeAc), ácido yodhídrico (HI), yoduro de metilo y opcionalmente uno o más promotores y/o estabilizantes. El metanol y el monóxido de carbono son alimentados a un reactor como materia prima. Una parte del medio de reacción es retirado de manera continua y suministrado a una caldera de vaporización rápida ("flash") en la que el producto es vaporizado y enviado (en forma de vapor) a una instalación de purificación. La instalación de purificación comprende una columna de fracciones ligeras que elimina los componentes "ligeros" o de bajo punto de ebullición como gases de la parte superior de la columna y proporciona una corriente de producto para su purificación posterior. Un procedimiento de carbonilación especialmente preferente es el de la Patente de Estados Unidos nº 5.144.068 de Smith y otros. En este procedimiento denominado de "agua baja" ("low water"), un alcohol tal como metanol es obligado a reaccionar con monóxido de carbono en un medio de reacción líquido que contiene un catalizador de rodio estabilizado con una sal de yoduro, esencialmente yoduro de litio, junto con yoduro de metilo y acetato de metilo en proporciones determinadas. Con una concentración finita de agua en el medio de reacción, el producto es el ácido carboxílico en vez de, por ejemplo, el anhídrido. El sistema de reacción de la Patente '068 no solamente proporciona un producto ácido con un contenido de agua extraordinariamente bajo y con rendimientos inesperadamente favorables, sino que muestra también una estabilidad del catalizador inesperadamente alta. Es decir, el catalizador es resistente a la precipitación del mismo fuera del medio de reacción.

40

45

Otro procedimiento preferente para la carbonilación de metanol comporta la utilización de un catalizador homogéneo de iridio en el reactor. Sé da a conocer como por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos nº 5.883.295 de Sunley y otros un procedimiento para la producción de ácido acético que comprende la carbonilación, con monóxido de carbono, de metanol y/o un derivado reactivo del mismo, con ausencia sustancial de promotor metálico y/o co-promotor de yoduro iónico en un reactor de carbonilación que contiene una composición de reacción líquida con un catalizador de carbonilación de iridio, o catalizador de yoduro de metilo, agua, ácido acético y acetato de metilo en el que se mantienen en la composición de reacción líquida: (a) agua con una concentración menor de 5% en peso; (b) yoduro de metilo con una concentración superior a 12% en peso; y (c) en el reactor de carbonilación una presión total menor de 50 bares. Ver, también, Patente de Estados Unidos nº 5.877.348 de Ditzel y otros y Patente de Estados Unidos nº 5.887.347 también de Ditzel y otros.

50

El documento WO 98/122420 describe un procedimiento para la producción de ácido acético por carbonilación de metanol y/o un derivado reactivo del mismo, en el que la concentración de agua en la composición de reacción líquida se mantiene en una concentración estable.

55

La Patente de Estados Unidos nº 4.039.395 que da a conocer un procedimiento para la purificación y secado de ácido acético que contiene agua, yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno como contaminantes. La Patente de Estados Unidos nº 3.337.619 se refiere a un procedimiento para la producción de ácido acético, que no utiliza materiales iniciales difíciles de conseguir, caros y poco seguros por lo que es un procedimiento simple, económico y práctico.

60

La Patente Europea 0.849.250 describe un procedimiento para la fabricación de una corriente de proceso de ácido acético que comprende menos de 400 ppm de ácido propiónico y menos 1500 ppm de agua.

65

Una frecuente limitación de producción en la sección de purificación de una unidad de fabricación de ácido acético es la columna de fracciones ligeras. Una unidad típica de carbonilación de ácido acético funciona de manera que el producto es retirado de la columna de fracciones ligeras como corriente secundaria y el residuo líquido de la columna de fracciones ligeras es reciclado hacia el reactor. El residuo contiene también Rh y Li que son barridos del

vapor alimentado a la columna de fracciones ligeras. En un sistema convencional, el residuo de fracciones ligeras es enfriado y a continuación es reciclado a la base de una caldera de evaporación rápida ("flasher") de la que se bombea en retorno al reactor por las bombas de reciclado de catalizador. El ácido acético de esta corriente de residuo representa por lo tanto un reciclado de ácido que añade carga hidráulica a la columna de fracciones ligeras.

Características de la invención

La presente invención comporta el tratamiento de la corriente de residuo de fracciones ligeras para separar una parte del ácido acético de la corriente de residuo y reducir la cantidad de ácido acético que es reciclada al sistema de reacción. Una unidad funciona preferentemente de manera que el flujo de residuo de la columna es principalmente ácido acético con pequeñas cantidades de MeI, MeAc y agua. Este tratamiento se puede realizar de varias maneras. En primer lugar, el residuo de la columna de fracciones ligeras puede ser sometido a evaporación rápida en un recipiente mantenido en vacío. Las simulaciones muestran que la evaporación rápida de la corriente de residuo a una presión de 34 kPa permitiría la recuperación de ~50% del ácido presente en la corriente de residuo, y la temperatura resultante del recipiente de evaporación puede ser, por ejemplo, de 85°C (185°F) aproximadamente. Un porcentaje elevado del ácido acético es eliminado de la corriente de residuo al trabajar a un vacío todavía más bajo. La corriente de vapor procedente del recipiente de evaporación rápida en vacío se podría condensar y alimentar a la columna de secado o de deshidratación junto con la corriente secundaria de la columna de fracciones ligeras o podría ser comprimida por un compresor (utilizado para conseguir vacío) y se podría alimentar a la columna de secado en forma de vapor caliente.

En otra realización, la corriente de residuo de la columna de fracciones ligeras es procesada en una pequeña columna de destilación que separa los vapores ligeros de la parte superior (MeI, MeAc, y agua), devuelve un residuo concentrado al sistema de reacción, y recupera ácido acético como producto secundario. El producto secundario es combinado a continuación con residuo de la columna de secado como producto de calidad especificada si está suficientemente purificado. De otro modo, el producto secundario es alimentado a la columna de secado.

Las ventajas de la presente invención se aprecian por referencia a la **figura 1** que es una representación gráfica que muestra la fracción de ácido recuperada de la corriente de residuo de fracciones ligeras y el impacto en la carga de la columna. En la **figura 1** se aprecia que más del 40% del ácido acético de la corriente de residuo de la columna de fracciones ligeras se puede recuperar simplemente por evaporación rápida de la corriente y que la carga hidráulica de la columna de fracciones ligeras se reduce sustancialmente para una tasa de producción determinada

Otras características y ventajas de la presente invención se explicarán a continuación.

Breve descripción de los dibujos

La invención se describirá en detalle a continuación haciendo referencia a los siguientes dibujos en los que iguales numerales indican partes similares y en los que:

La **figura 1** es un gráfico que muestra el efecto de utilizar un recipiente de evaporación rápida en la corriente de residuo de fracciones ligeras en la recuperación de ácido y la carga hidráulica de la columna de fracciones ligeras.

La **figura 2** es una representación esquemática que muestra un aparato según la invención en el que está dispuesto un recipiente de vaporización rápida en la corriente de residuo de una columna de fracciones ligeras de una unidad de ácido acético.

La **figura 3** es una representación esquemática de un aparato según la invención en el que se ha dispuesto una columna de destilación en la corriente de residuo de una columna de fracciones ligeras de una unidad de ácido acético y

La **figura 4** es una representación esquemática de una columna de tipo de destilación primaria ("stripper") que se puede utilizar en la corriente de residuo de una columna de fracciones ligeras de una unidad de ácido acético de acuerdo con la invención.

Descripción de realizaciones preferentes

La invención se describirá en detalle a continuación haciendo referencia a numerosas realizaciones a efectos de ejemplos e ilustración solamente. Las modificaciones en realizaciones específicas dentro del espíritu y ámbito de la presente invención, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas, quedarán fácilmente evidentes a los técnicos en la materia.

Si no se define más adelante de forma específica, la terminología utilizada se entiende con su significado ordinario. Términos tales como %, ppb y otros similares se refieren en porcentaje en peso, partes por billón en peso y similares, si no se indica lo contrario.

“Columna de destilación” y terminología similar se refiere a equipos de purificación que vaporizan líquido (o por lo menos una parte del mismo), como mínimo en parte, por aplicación de calor al líquido.

5 “Destilación” y terminología similar se refiere a una purificación como mínimo parcial de un líquido utilizando una columna de destilación.

10 “Recipiente de vaporización rápida” (“flasher vessel”) y terminología similar se refiere a un recipiente adaptado para la vaporización de líquido, por lo menos parcialmente, por la reducción de presión, en oposición a la aplicación de calor. Un equipo que vaporiza por lo menos una parte de un líquido mediante la combinación de aplicación de calor y reducción de presión se considera una columna de destilación para los objetivos de la descripción.

“Vaporización rápida” (“flash”, “flashing”) y similares se refiere a la vaporización de líquido por reducción de presión.

15 Un “separador” (“stripper”) o “columna separadora” (“stripper column”) o terminología similar se refiere a un recipiente que recibe una corriente de líquido en la parte superior del recipiente o cerca de la misma procedente de un elemento separado de la instalación en oposición a una columna con reflujo de su propio destilado condensado.

20 El catalizador de Grupo VIII puede ser un catalizador de rodio y/o iridio. El catalizador de metal de rodio se puede añadir en cualquier forma adecuada de manera que el rodio se encuentra en la solución de catalizador como mezcla de equilibrio incluyendo el anión $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]^-$ tal como es bien conocido en la técnica. Las sales de yoduro mantenidas opcionalmente en las mezclas de reacción de los procedimientos que se describen pueden encontrarse en forma de sal soluble de un metal alcalino o un metal alcalinotérreo o una sal de amonio cuaternario o de fosfónio. En algunas realizaciones, el co-promotor catalizador es yoduro de litio, acetato de litio o mezclas de los mismos. El co-promotor en forma de sal puede ser añadido como sal no yoduro que generará una sal de yoduro. El estabilizante del catalizador de yoduro se puede introducir directamente en el sistema de reacción. De manera alternativa, la sal de yoduro se puede generar in situ dado que en las condiciones de funcionamiento del sistema de reacción, un amplio rango de precursores de sal no yoduro reaccionarán con yoduro de metilo para generar el estabilizante correspondiente de la sal de yoduro co-promotor. Para detalles adicionales al respecto a la generación de catalizadores de rodio y de sal de yoduro, ver las Patentes de Estados Unidos 5.001.259 de Smith y otros; 5.026.908 de Smith y otros; y 5.144.068 también de Smith y otros.

35 De manera similar, un catalizador de iridio en una composición de reacción de carbonilación líquida puede comprender cualquier compuesto que contiene iridio que es 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 de cualquier forma apropiada que se disuelve en la composición de reacción líquida o que es convertible en una forma soluble. Se incluyen entre los ejemplos de compuestos adecuados que contienen iridio, que se pueden añadir a la composición de reacción líquida: IrCl_3 , IrI_3 , IrBr_3 , $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}]_2$, $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Cl}]_2$, $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Br}]_2$, $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}_2]^- \text{H}^+$, $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Br}_2]^- \text{H}^+$, $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}_4]^- \text{H}^+$, $[\text{Ir}(\text{CH}_3)_3(\text{CO})_2]^- \text{H}^+$, $\text{Ir}_4(\text{CO})_{12}$, $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{IrBr}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ir}_4(\text{CO})_{12}$, iridio metal, Ir_2O_3 , $\text{Ir}(\text{acac})(\text{CO})_2$, $\text{Ir}(\text{acac})_3$, acetato de iridio, $[\text{Ir}_3\text{O}(\text{OAc})_6(\text{H}_2\text{O})_3][\text{OAc}]$, y ácido hexaclorohirídrico $[\text{H}_2\text{IrCl}_6]$. Se utilizan como materiales de partida de manera habitual complejos libres de cloro de iridio tales como acetatos, oxalatos, y acetocetatos. La concentración de catalizador de iridio en la composición de reacción líquida puede encontrarse en un rango de 100 a 6000 ppm. La carbonilación de metanol utilizando catalizador de iridio es bien 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.

45 Un co-catalizador/promotor de haluro de alquilo es utilizado en general en combinación con el componente catalizador de metal del Grupo VIII. El yoduro de metilo es preferible como promotor de haluro de alquilo. Preferentemente, la concentración de haluro de alquilo en la composición de reacción líquida se encuentra en un rango de 1 a 50% en peso, preferentemente de 2 a 30% en peso.

50 El promotor de haluro de alquilo puede ser combinado con un compuesto de sal estabilizante/co-promotor, que puede incluir sales de un metal de Grupo IA o Grupo IIA, o una sal de amonio cuaternario o de fosfónio. Son especialmente preferentes las sales de yoduro o acetato, por ejemplo, yoduro de litio o acetato de litio.

55 Se pueden utilizar otros promotores y co-promotores como parte del sistema catalítico de la presente invención, tal como se describe en la publicación de Patente Europea EP 0 849 248. Se seleccionan promotores adecuados entre el rutenio, osmio, tungsteno, renio, zinc, cadmio, indio, galio, mercurio, níquel, platino, vanadio, titanio, cobre, aluminio, estaño, antimonio, y más preferentemente se seleccionan entre rutenio y osmio. Se describen co-promotores específicos en la Patente de Estados Unidos nº 6.627.770.

60 Se puede encontrar presente un promotor en una cantidad efectiva hasta el límite de su solubilidad en la composición de reacción líquida y/o cualesquiera corrientes de proceso líquido recicladas al reactor de carbonilación desde la etapa de recuperación de ácido acético. Cuando se utiliza, el promotor se encuentra presente de manera adecuada en la composición de reacción líquida con una proporción molar del promotor con respecto al catalizador metálico de $[0,5 \text{ a } 15]:1$, preferentemente $[2 \text{ a } 10]:1$, y de modo más preferentemente $[2 \text{ a } 7,5]:1$. Una concentración adecuada del promotor es de 400 a 5000 ppm.

El aparato o procedimiento de carbonilación objeto de la invención incluye de manera general como mínimo una sección reactiva, y una sección de purificación. La presente invención puede ser evaluada en relación, por ejemplo, con la carbonilación de metanol con monóxido de carbono en un sistema de reacción catalítico homogéneo que comprende un disolvente de reacción (típicamente ácido acético), metanol y/o sus derivados reactivos, un catalizador soluble de rodio, como mínimo una concentración finita de agua, y opcionalmente una sal de yoduro. La reacción de carbonilación tiene lugar mientras el metanol y el monóxido de carbono son alimentados de manera continuada al reactor. El reactante 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 C₁ a C₄. La presencia de hidrógeno en el monóxido de carbono, generado in situ por la reacción de desplazamiento de gas de agua, se mantiene preferentemente baja, por ejemplo, menos de 1 Bar de presión parcial, dado que su presencia puede resultar en la formación de productos de hidrogenación. La presión parcial de monóxido de carbono en la reacción se encuentra de manera apropiada entre 1 y 70 Bar, preferentemente de 1 a 35 Bar, y más preferentemente de 1 a 15 Bar.

La presión de la reacción de carbonilación se encuentra de manera adecuada en un rango de 10 a 200 Bar, preferentemente 10 a 100 Bar, más preferentemente de 15 a 50 Bar. La temperatura de la reacción de carbonilación se encuentra de manera adecuada en un rango de 100 a 300°C, preferentemente en un rango de 150 a 220°C. El ácido acético es fabricado de manera típica en una reacción de fase líquida a una temperatura aproximada de 150 - 200°C y una presión total de 20 a 50 Bar aproximadamente.

El ácido acético se incluye de manera típica en la mezcla de reacción como disolvente para la reacción.

Se incluyen entre los derivados reactivos adecuados del metanol el acetato de metilo, dimetil éter, metil formato y yoduro de metilo. Una mezcla de metanol y derivados reactivos del mismo se pueden utilizar como reactantes en el procedimiento de la presente invención. Preferentemente, se utilizan como reactantes metanol y/o acetato de metilo. Como mínimo una parte del metanol y/o derivado reactivo del mismo se convertirán, y por lo tanto se encontrarán presentes, en acetato de metilo en la composición de reacción líquida por reacción con producto de ácido acético o disolvente. La concentración en la composición de reacción líquida de acetato de metilo se encuentra de manera apropiada en un rango de 0,5 a 70% en peso, preferentemente 0,5 a 50% en peso, más preferentemente 1 a 35% en peso y de modo más preferente 1-20% en peso.

Se puede formar agua *in situ* en la composición de reacción líquida, como por ejemplo, por reacción de esterificación entre el reactante de metanol y el producto de ácido acético. Se puede introducir agua en el reactor de carbonilación junto con otros componentes de la composición de reacción líquida o separadamente de los mismo. Se puede separar agua de los otros componentes de la composición de reacción retirados del reactor y se puede reciclar en cantidades controladas para mantener la concentración requerida de agua en la composición de reacción líquida. Preferentemente, la concentración de agua mantenida en la composición de reacción líquida se encuentra en un rango de 0,1 a 16% en peso, más preferentemente 1 a 14% en peso, de manera más preferente 1 a 10% en peso.

El líquido de reacción es retirado de manera típica del reactor y sometido a evaporación rápida. La corriente de producto en forma de vapor en bruto procedente de la evaporación rápida es enviado a un sistema de purificación que incluye de manera general como mínimo una columna de fracciones ligeras y una columna de deshidratación. El sistema de carbonilación puede utilizar solamente 2 columnas de purificación y funciona preferentemente tal como se describe de manera más detallada en la Patente de Estados Unidos nº 6.657.078 de Scates y otros, titulada "Procedimiento de Carbonilación de Baja Energía".

Haciendo referencia a la **figura 2**, se ha mostrado una unidad de carbonilación -18- según la presente invención. La unidad -10- comprende un reactor -12-, un evaporador rápido -14-, una columna de fracciones ligeras -16-, una columna de secado o deshidratación -18- así como una columna de fracciones pesadas -20-. El reactor -12- comprende el medio de reacción y se alimentan al mismo metanol y monóxido de carbono. Una parte del medio de reacción es suministrada de manera continua a un evaporador rápido -14- mediante la conducción -22- efectuándose la evaporación rápida del producto en bruto y siendo enviado a la columna de fracciones ligeras -16- mediante la conducción -24- en forma de un producto de alimentación de vapor caliente.

Una corriente de purga gaseosa es eliminada típicamente desde la parte superior del reactor para impedir la acumulación de productos gaseosos tales como metano, dióxido de carbono e hidrógeno, y para mantener una presión parcial de monóxido de carbono determinada con respecto a una presión total determinada del reactor. Opcionalmente (tal como se ha mostrado en la Patente China nº ZL92108244.4), se puede utilizar un reactor llamado "convertidor" que está situado entre el reactor y el recipiente de vaporización rápida ("flash") (-14-, -114-) mostrado en las **figuras 2 y 3**. El "convertidor" produce una corriente de salida que comprende componentes gaseosos que son barridos típicamente con un disolvente compatible para recuperar componentes tales como yoduro de metilo y acetato de metilo. Las corrientes gaseosas de purga procedentes del reactor y el convertidor pueden ser combinadas o pueden ser barridas separadamente y son barridas típicamente con ácido acético, o bien con metanol o mezclas de ácido acético y metanol para impedir pérdidas de componentes de bajo punto de ebullición, tales como yoduro de metilo, en el proceso. Si se utiliza metanol como disolvente líquido para la depuración de los gases de eliminación, el metanol enriquecido procedente del sistema de depuración es devuelto

- típicamente al proceso por combinación con la alimentación de metanol fresco al reactor de carbonilación, si bien puede ser también devuelto a cualquiera de las corrientes que se reciclan en retorno al reactor, tal como el residuo del evaporador rápido o fracciones ligeras o corrientes de la parte superior de la columna de deshidratación. Si se utiliza ácido acético como disolvente líquido, para el depurado de los gases de eliminación, el ácido acético enriquecido procedente del sistema de depuración es sometido típicamente a la eliminación de fracciones ligeras absorbidas y el ácido acético diluido resultante es reciclado en retorno a la fase de absorción. Los componentes de fracciones ligeras extraídos del disolvente de depuración del ácido acético enriquecido pueden ser devueltos al proceso principal directamente o indirectamente en varias localizaciones distintas incluyendo el reactor, el evaporador rápido, o las columnas de purificación. Opcionalmente, las corrientes de purga gaseosa pueden ser eliminadas a través del líquido base del evaporador rápido o la parte inferior de la columna de fracciones ligeras para favorecer la estabilidad del rodio y/o se pueden combinar con otras eliminaciones gaseosas del proceso (tales como las eliminaciones de la parte superior receptora de la columna de purificación) antes del barrido. Estas variantes se encuentran dentro del alcance de la presente invención, tal como se apreciará por las reivindicaciones adjuntas y la descripción siguiente.
- En la columna -16-, el producto es purificado eliminando componentes ligeros que salen de la columna mediante la conducción -26-, son condensados en un decantador -28- y sometidos a reflujo mediante la conducción -32- o devueltos al reactor mediante las conducciones -30-, -34-. También se han previsto, pero no se han mostrado, absorbedores y separadores utilizados para reciclar material al sistema.
- Una corriente -40- de producto purificado es retirada como corriente secundaria (preferentemente líquida) desde la columna -16- y es alimentada a la columna de secado -18- en la que se elimina agua del producto parcialmente purificado. Posteriormente, el producto seco es enviado a la columna de fracciones pesadas -20- mediante la conducción -42-, mientras que los productos de la parte superior ("overhead") y el mismo ácido acético se utilizan como reflujo para la columna -18- mediante la conducción -44- o se reciclan hacia el reactor mediante las conducciones -34-, -36-. El producto de ácido acético es recogido en la parte superior de la columna en la columna -20- de fracciones pesadas mediante la conducción -48-, mientras que los desperdicios pesados son eliminados mediante la conducción -50-.
- La columna -16- genera una corriente -60- de residuo líquido que es reciclada convencionalmente con residuo del evaporador rápido; no obstante, de acuerdo con la invención, la corriente -60- es facilitada a una unidad de evaporación rápida -62- mediante la conducción -64- en la que la corriente encuentra una presión reducida, de manera que la corriente -60- es vaporizada por lo menos parcialmente de manera que la unidad de evaporación rápida -62- proporciona una segunda corriente -66- de producto de vapor que es alimentada a un condensador -68- mediante la conducción -70-. La corriente -66- es condensada en -68- y a continuación en combinada con la corriente -40- mediante la conducción -72-. La corriente combinada es alimentada a continuación a la columna -18- tal como se ha mostrado y se purifica adicionalmente, tal como se ha descrito anteriormente. En vez de la corriente de condensación -66-, la corriente podría ser comprimida y alimentada como vapor caliente.
- Una corriente -74- de residuo líquido sale de la unidad de evaporación rápida -62- y es reciclada en retorno al reactor con el residuo procedente del evaporador rápido -14- mediante las conducciones -76-, -78-.
- Una parte del ácido acético de la corriente -60- es recuperada por lo tanto por la unidad de evaporación rápida -62- y es alimentada en avance en el sistema, reduciendo la carga hidráulica en la columna -16- e incrementando la productividad. De manera típica, la corriente -60- comprende aproximadamente entre 90% y 99% en peso de ácido acético y preferentemente un mínimo de 90% en peso o como mínimo 95% en peso. Dependiendo de la presión de funcionamiento de la unidad de evaporación rápida -62-, por lo menos 10%, por lo menos 20%, por lo menos 30% o por lo menos 40% del ácido acético de la corriente -60- puede ser recuperado.
- El sistema de la **figura 1** fue simulado por un modelo empírico de ordenador para determinar los efectos de la presión en la unidad de evaporación rápida -62- sobre la recuperación de ácido y la carga de la columna utilizando un cuerpo envolvente de base completamente cargado (inundación incipiente) sin unidad de evaporación rápida. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1 - Recuperación de ácido acético del residuo de una columna de fracciones ligeras (LE) por simple evaporación rápida.

Presión del recipiente de evaporación rápida de tratamiento de residuos de fracciones ligeras (kPa) (psia)	Fracción de ácido acético recuperada del residuo de LE	Factor máximo de inundación de la bandeja con respecto al funcionamiento sin unidad de evaporación rápida en columna de fracciones ligeras
Sin evaporador rápido	0	1
138 (20)	0,194	0,990
103 (15)	0,244	0,987
69 (10)	0,308	0,984
34 (5)	0,404	0,979
21 (3)	0,466	0,976

5 Se aprecia en la Tabla 1 que más del 40% del ácido acético de la corriente de residuo de la columna de fracciones ligeras es recuperado y que se reduce sustancialmente la carga hidráulica de la columna de fracciones ligeras. Estos resultados se muestran gráficamente en la **figura 1**, explicada anteriormente.

10 Haciendo referencia a las **figuras 3 y 4**, se ha mostrado otra unidad de carbonilación -100- de la invención que comprende un reactor -112-, un evaporador rápido -114-, una columna de fracciones ligeras -116-, una columna -118- de secado o deshidratación, y una columna de fracciones pesadas -120-. Las diferentes partes funcionan tal como se han descrito anteriormente en relación con iguales componentes para producir ácido acético y están conectadas mediante las conducciones -122-, -124-, -140- y -142- y otras tal como se han mostrado en la **figura 3**.

15 En vez de una unidad de evaporación rápida, se ha dispuesto una columna de destilación adicional -162- alimentada por la corriente -160- de residuo líquido desde la columna de fracciones ligeras -116-.

20 La columna -162- genera una corriente -164- de la parte superior que puede ser condensada en -165- y utilizada como reflujo en la columna o devuelta al reactor -112-, y también como producto de corriente secundaria -166- que puede ser condensada o comprimida y alimentada mediante la conducción -168- ó -170- y combinada con una primera corriente de producto antes de la columna de secado o combinada con la primera corriente de producto antes de la columna de fracciones pesadas. La corriente facilitada -166- es de suficiente calidad, siendo preferible alimentar la corriente directamente a la columna de fracciones pesadas (es decir, alimentar la corriente sin otra eliminación de agua), dado que esto reducirá también la carga hidráulica en la columna de deshidratación -118-. En caso deseado, se puede añadir metanol a la columna -162- para reducir los yoduros inorgánicos en la corriente de producto, tal como es conocido en esta técnica. De manera similar, la columna -162- puede funcionar sin corriente de reflujo condensada de manera que funciona como columna de destilación de tipo separador ("stripper") en caso deseado.

30 Utilizando un modelo de ordenador empírico, se simuló la columna de destilación -162- para determinar su capacidad para recuperar ácido acético de la corriente de residuo de la columna de fracciones ligeras. Se destiló también una muestra de residuo de columna de fracciones ligeras en una unidad de laboratorio que tenía la configuración de la columna -162-. Los resultados se comparan en la Tabla 2.

Tabla 2 - Comparación de modelo de ordenador y resultado de laboratorio.

	Resultados modelo ordenador	Resultados destilación laboratorio
Flujo secundario como fracción de flujo de residuo LE	0,477	0,424
Flujo parte superior como fracción de flujo de residuo LE	0,332	0,289
Flujo de residuo como fracción del flujo de residuo LE	0,191	0,132
Carga de la columna de fracciones ligeras con respecto al funcionamiento corriente	0,984	
Carga de la columna de secado con respecto al funcionamiento corriente	0,968	

5 Se aprecia en la Tabla 2 que el modelo empírico se adaptaba bien con los datos de laboratorio y que la recuperación de la corriente de residuo líquido era superior a 40%. La carga hidráulica en la columna de fracciones ligeras se reduce sustancialmente y, en el caso mostrado en el que se alimenta ácido recuperado más abajo de la columna de deshidratación, la carga hidráulica en la columna de deshidratación se reduce también sustancialmente.

10 La invención se ha descrito e ilustrado en detalle, en relación con numerosas realizaciones. Modificaciones en realizaciones específicas dentro del espíritu y alcance de la presente invención quedarán fácilmente evidentes a los técnicos en la materia.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de carbonilación para producir ácido acético que comprende:

- 5 a) carbonilación de metanol o sus derivados reactivos en presencia de agua, un catalizador seleccionado entre catalizadores de rodio, catalizadores de iridio y mezclas de los mismos, y un promotor de yoduro de metilo para formar una mezcla de reacción de ácido acético en un reactor;
- 10 b) separar la corriente de mezcla de reacción de ácido acético en una corriente de reciclado líquido y una primera corriente de producto en bruto;
- c) alimentar la primera corriente de producto en bruto a una columna de fracciones ligeras;
- 15 d) destilar la corriente de producto en bruto para eliminar componentes de bajo punto de ebullición y generar una primera corriente de producto purificado y una corriente de residuo líquido, de manera que la corriente de residuo líquido consiste predominantemente en ácido acético;
- e) vaporizar como mínimo una parte de la corriente de residuo líquido para proporcionar una segunda corriente de producto; y
- 20 f) alimentar la segunda corriente de producto.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de condensar o comprimir la segunda corriente de producto.

25 3. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la primera y segunda corrientes de producto son combinadas y tratadas posteriormente en una columna de secado.

30 4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además las etapas de purificación adicional de la primera y segunda corrientes de producto.

5. Procedimiento, según la reivindicación 4, en el que la primera y segunda corrientes de producto son alimentadas a una única columna de deshidratación.

35 6. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que como mínimo 10% del ácido acético presente es vaporizado de la corriente de residuo líquido.

7. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la corriente de residuo líquido comprende como mínimo 90% en peso de ácido acético.

40 8. Procedimiento de carbonilación para la producción de ácido acético que comprende:

- 45 a) carbonilación de metanol o sus derivados reactivos en presencia de agua, un catalizador seleccionado entre catalizadores de rodio, catalizadores de iridio y mezclas de los mismos, y un promotor de yoduro de metilo para formar una mezcla de reacción de ácido acético en un reactor;
- b) separar la corriente de mezcla de reacción de ácido acético en una primera corriente de reciclado líquido y una primera corriente de producto en bruto;
- 50 c) alimentar la primera corriente del primer producto en bruto a una columna de fracciones ligeras;
- d) destilar la corriente de producto en bruto para eliminar componentes de bajo punto de ebullición y generar una primera corriente de producto purificado y una corriente de residuo líquido, de manera que la corriente de residuo líquido consiste predominantemente en ácido acético; y
- 55 e) destilar la corriente de residuo líquido para generar una segunda corriente de producto purificado.

9. Procedimiento, según la reivindicación 8, que comprende además la eliminación del yoduro de la segunda corriente de producto purificado.

60 10. Procedimiento, según la reivindicación 9, en el que la eliminación del yoduro de la segunda corriente de producto purificado comprende la adición de metanol a la segunda corriente de producto purificado.

65 11. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que la segunda corriente de producto purificado es alimentada sin eliminación adicional de agua de la misma.

12. Aparato para la fabricación de ácido acético, cuyo aparato comprende:

- 5 a) un reactor para la carbonilación de metanol o sus derivados reactivos en presencia de agua, un catalizador seleccionado entre catalizadores de rodio, catalizadores de iridio y mezclas de los mismos, y un promotor de yoduro de metilo para formar una mezcla de reacción de ácido acético en el reactor;
- 10 b) un aparato de evaporación rápida acoplado al reactor y adaptado para recibir una corriente de la mezcla de reacción y separarla en (i) una corriente líquida de reciclado, y (ii) una primera corriente de producto en bruto que contiene ácido acético;
- 15 c) una columna de fracciones ligeras acoplada a la unidad de evaporación rápida, estando configurada para separar componentes de bajo punto de ebullición de la primera corriente de producto, y generar una primera corriente de producto purificado, así como una corriente de residuo líquido;
- 20 d) una columna de deshidratación acoplada a la columna de fracciones ligeras para recibir y purificar la primera corriente de producto purificado; y
- e) un recipiente de vaporización acoplado también a la columna de fracciones ligeras para vaporizar como mínimo una parte de la corriente líquida de residuos y configurado para alimentar una segunda corriente de producto.

13. Aparato, según la reivindicación 12, en el que el recipiente de evaporación es una columna de destilación o un recipiente de evaporación rápida.

25 14. Aparato, según la reivindicación 12 ó 13, que comprende además una columna de fracciones pesadas acoplada a la columna de deshidratación.

30 15. Aparato, según la reivindicación 14, en el que el recipiente de evaporación está acoplado directamente a la columna de fracciones pesadas.

FIG. 1

IMPACTO DE LA PRESIÓN DEL RECIPIENTE DE EVAPORACIÓN RÁPIDA DE RESIDUO SOBRE EL ÁCIDO RECUPERADO Y LA CARGA DE LA COLUMNA

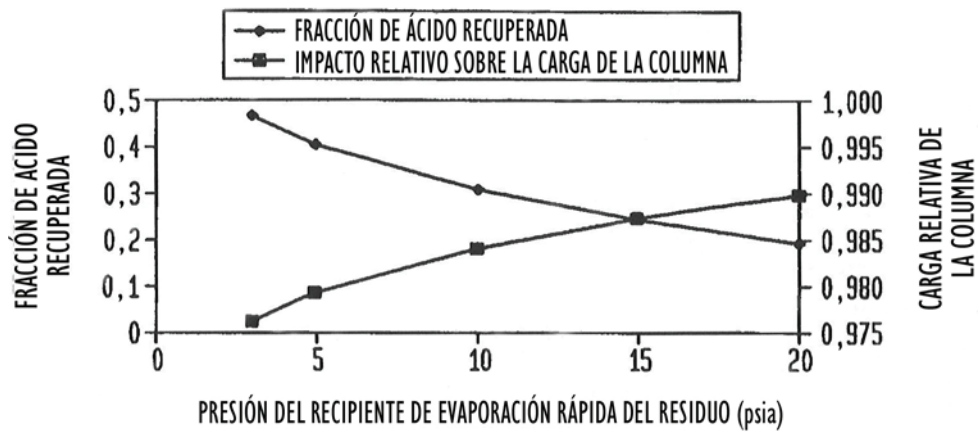


FIG. 2

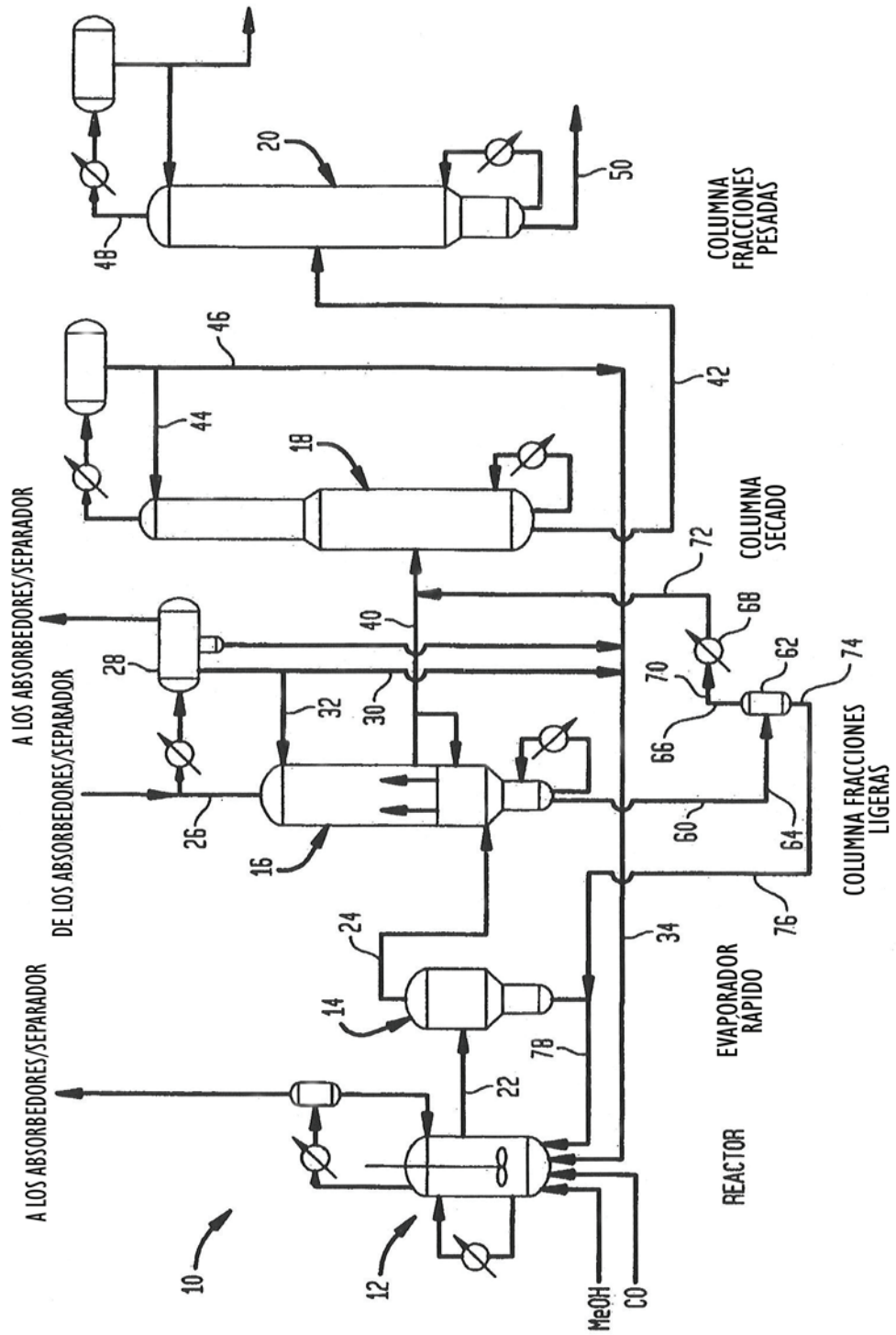


FIG. 3

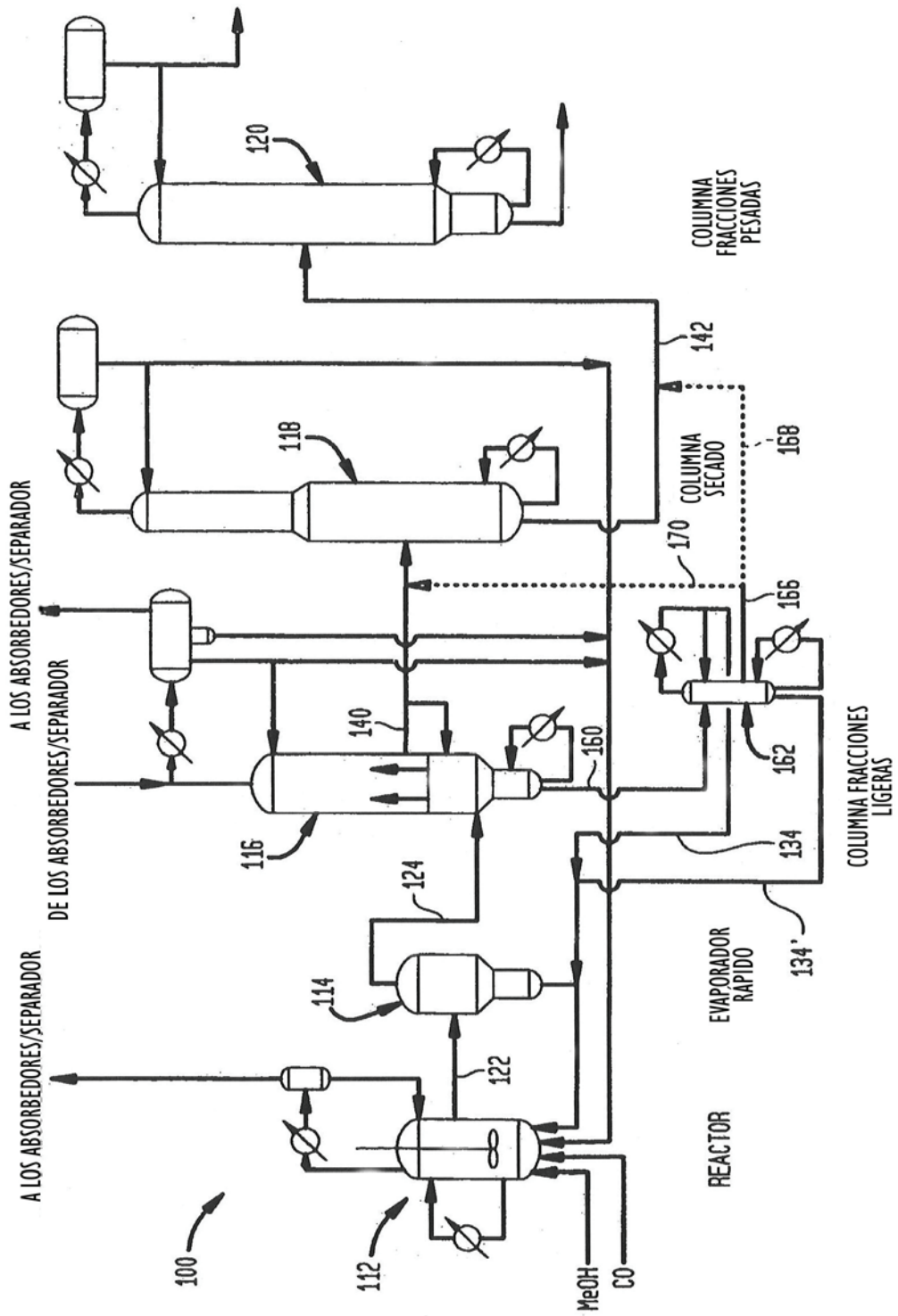


FIG. 4

