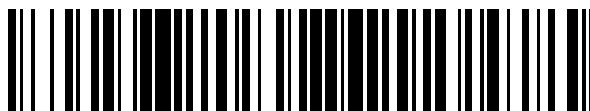


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 573 536**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.02.2005** **E 05723600 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016** **EP 1720820**

54 Título: **Método de control para un procedimiento de eliminación de compuestos reductores de permanganato en un procedimiento de carbonilación de metanol**

30 Prioridad:

02.03.2004 US 708422

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

08.06.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**TRUEBA, DAVID A. y
KULKARNI, SHRIKANT U.**

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Luis Alfonso

ES 2 573 536 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

Método de control para un procedimiento de eliminación de compuestos reductores de permanganato en un procedimiento de carbonilación de metanol

5

ANTECEDENTES DE LA INVENCION**1. Sector de la invención**

10 La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para eliminar los compuestos reductores de permanganato y los yoduros de alquilo formados por la carbonilación del metanol en presencia de un catalizador de carbonilación formado por un metal del grupo VIII. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para reducir y/o eliminar los precursores de los compuestos reductores de permanganato y los yoduros de alquilo en las corrientes intermedias durante la formación de ácido acético por dichos procedimientos de carbonilación.

15

2. Antecedentes técnicos

20 Entre los procedimientos utilizados actualmente para sintetizar ácido acético, uno de los más útiles desde el punto de vista comercial es la carbonilación catalizada de metanol con monóxido de carbono, tal como se da a conocer en la patente de Estados Unidos No. 3.769.329, concedida a Paulik y otros el 30 de octubre de 1973. El catalizador de carbonilación comprende rodio disuelto o disperso de otro modo en un medio de reacción líquido, o fijado sobre un sólido inerte, junto con un promotor de catalizador que contiene halógeno, tal como, por ejemplo, yoduro de metilo. El rodio puede introducirse en el sistema de reacción en cualquiera de entre muchas formas, y la naturaleza exacta del resto de rodio dentro del complejo catalizador activo es incierta. Análogamente, la naturaleza del promotor de haluro no es crítica. Los solicitantes de la presente invención dan a conocer un gran número de promotores adecuados, la mayoría de los cuales son yoduros orgánicos. Del modo más habitual y útil, la reacción se lleva a cabo burbujeando continuamente monóxido de carbono gaseoso a través de un medio de reacción líquido en el que está disuelto el catalizador.

25

30

Se da a conocer una mejora del procedimiento de la técnica anterior para la carbonilación de un alcohol a fin de producir el ácido carboxílico con un átomo de carbono más que el alcohol en presencia de un catalizador de rodio en las patentes de Estados Unidos de asignación común No. 5.001.259, expedida el 19 de marzo de 1991; 5.026.908, expedida el 25 de junio de 1991; y 5.144.068, expedida el 1 de septiembre de 1992; y en la patente europea EP 0 161 874 B2, publicada el 1 de julio de 1992. Tal como se da a conocer en las mismas, se produce ácido acético a partir de metanol en un medio de reacción que contiene acetato de metilo, haluro de metilo, especialmente yoduro de metilo, y rodio, presente en una concentración catalíticamente eficaz. Estas patentes dan a conocer el hecho de que la estabilidad del catalizador y la productividad del reactor de carbonilación se pueden mantener a niveles sorprendentemente altos, incluso para concentraciones muy bajas de agua, esto es, del 4 por ciento en peso o menos, en el medio de reacción (a pesar de la práctica industrial general de mantener aproximadamente el 14-15% en peso de agua) mediante el mantenimiento en el medio de reacción, junto con una cantidad catalíticamente eficaz de rodio y, como mínimo, una concentración finita de agua, una concentración especificada de iones yoduro claramente por encima del contenido de yoduro que está presente como yoduro de metilo u otro yoduro orgánico. El ión yoduro está presente como una sal simple, siendo preferente el yoduro de litio. Estas patentes dan a conocer el hecho de que la concentración de acetato de metilo y de sales de yoduro son parámetros significativos que afectan a la velocidad de carbonilación del metanol para producir ácido acético, especialmente para bajas concentraciones de agua en el reactor. Utilizando concentraciones relativamente altas de acetato de metilo y sal de yoduro, se obtiene un grado sorprendente de estabilidad del catalizador y de productividad del reactor, incluso cuando el medio de reacción líquido contiene agua en concentraciones de aproximadamente el 0,1% en peso, tan baja que, en términos generales, se puede definir simplemente como "una concentración finita" de agua. Además, el medio de reacción utilizado mejora la estabilidad del catalizador de rodio, es decir, la resistencia a la precipitación del catalizador, especialmente durante las etapas de recuperación del producto del procedimiento. En estas etapas, la destilación para recuperar el producto de ácido acético tiende a eliminar del catalizador el monóxido de carbono que, en el medio que se mantiene en el recipiente de reacción, es un ligando con un efecto estabilizante sobre el rodio.

35

40

45

50

55

Se ha descubierto que, aunque un procedimiento de carbonilación con bajo contenido de agua para producir ácido acético reduce los subproductos, tales como el dióxido de carbono, el hidrógeno y el ácido propiónico, también aumenta la cantidad de otras impurezas, generalmente presentes en cantidades de traza, y, a veces, la calidad del ácido acético se ve afectada cuando se intenta aumentar la tasa de producción mejorando los catalizadores o modificando las condiciones de reacción.

60

Estas impurezas en cantidad de trazas afectan a la calidad del ácido acético, especialmente cuando se recirculan a través del procedimiento de reacción. Entre las impurezas que disminuyen el tiempo de permanganato del ácido acético se incluyen los compuestos de carbonilo y los compuestos de carbonilo insaturados. Tal como se utiliza en el presente documento, el término "carbonilo" se refiere a compuestos que contienen grupos funcionales aldehído o

65

cetona, que pueden presentar o no insaturación. Véase *Catalysis of Organic Reaction*, 75, 369-380 (1998), para un análisis más detallado sobre las impurezas en un proceso de carbonilación.

5 La presente invención se refiere a la reducción y/o eliminación de los compuestos reductores de permanganato (PRC), tales como acetaldehído, acetona, metil etil cetona, butiraldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído y 2-etil butiraldehído y similares, y de los productos de condensación aldólica de los mismos. La presente invención también conduce a la reducción del ácido propiónico.

10 Las impurezas de carbonilo descritas anteriormente, tales como el acetaldehído, pueden reaccionar con los promotores de catalizador de yoduro y formar yoduros de alquilo con varios átomos de carbono, por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y similares. Resulta deseable eliminar los yoduros de alquilo del producto de reacción, ya que incluso pequeñas cantidades de estas impurezas en el producto de ácido acético tienden a envenenar el catalizador utilizado en la producción de acetato de vinilo, el producto más habitualmente producido a partir del ácido acético. De este modo, la presente invención también se refiere a la eliminación de yoduros de alquilo, particularmente los compuestos de yoduro de alquilo C₂₋₁₂. En consecuencia, dado que muchas impurezas tienen su origen en el acetaldehído, un objetivo principal consiste en eliminar o reducir el contenido de acetaldehído y yoduro de alquilo en el procedimiento.

20 Entre las técnicas convencionales para eliminar impurezas se incluyen el tratamiento del producto de ácido acético con oxidantes, ozono, agua, metanol, carbón activado, aminas y similares, combinándose o no dicho tratamiento con la destilación del ácido acético. El tratamiento de purificación más habitual comprende una serie de destilaciones del producto final. También se conoce, por ejemplo, por la patente de Estados Unidos No. 5.783.731, la eliminación de las impurezas de carbonilo de las corrientes orgánicas mediante el tratamiento de las mismas con un compuesto amínico, tal como hidroxilamina, que reacciona con los compuestos carbonilo formando oximas, seguido de
25 destilación para separar el producto orgánico purificado de los productos de reacción de tipo oxima. Sin embargo, el tratamiento adicional del producto final añade un coste al proceso y la destilación del producto de ácido acético tratado puede dar lugar a la formación de impurezas adicionales.

30 Si bien es posible obtener ácido acético con una pureza relativamente elevada, el producto de ácido acético formado por el procedimiento de carbonilación con bajo contenido de agua y el tratamiento de purificación, descritos anteriormente, a menudo sigue presentando cierta deficiencia en cuanto al tiempo de permanganato, a consecuencia de la presencia de pequeñas proporciones de impurezas residuales. Dado que un tiempo de permanganato suficiente es una importante prueba comercial que el producto de ácido debe satisfacer para ser adecuado para muchos usos, no resulta conveniente la presencia de impurezas que disminuyen dicho tiempo de
35 permanganato. Por otra parte, no es económica o comercialmente factible eliminar cantidades mínimas de dichas impurezas del ácido acético por destilación, ya que algunas impurezas tienen puntos de ebullición cercanos al del producto de ácido acético.

40 Por ello, ha cobrado importancia la identificación de métodos económicamente viables para la eliminación de impurezas en algún otro punto del procedimiento de carbonilación, sin contaminar el producto final ni añadir costes innecesarios. La patente de Estados Unidos No. 5.756.836 da a conocer un método para fabricar ácido acético de pureza elevada mediante el ajuste de la concentración de acetaldehído en la solución de reacción por debajo de 1.500 ppm. En dicha patente se afirma que, manteniendo la concentración de acetaldehído por debajo de dicho umbral, es posible eliminar la formación de impurezas, de modo que únicamente se necesita destilar el producto de
45 ácido acético impuro para obtener ácido acético de pureza elevada.

La patente europea EP 0 487 284 B1, publicada el 12 de abril de 1995, da a conocer el hecho de que, habitualmente, las impurezas de carbonilo presentes en el producto de ácido acético se concentran en el destilado de cabeza desde la columna de productos finales ligeros. En consecuencia, el destilado de cabeza de la columna de
50 productos finales ligeros se trata con un compuesto amínico (tal como hidroxilamina), que reacciona con los compuestos carbonilo para formar derivados de tipo oxima, que se pueden separar del destilado de cabeza restante por destilación, lo que da lugar a un producto de ácido acético con un tiempo de permanganato mejorado.

La solicitud de patente europea EP 0 687 662 A2 y la patente de Estados Unidos No. 5.625.095 dan a conocer un proceso para producir ácido acético de pureza elevada, en el que se mantiene una concentración de acetaldehído de 400 ppm o menor en el reactor utilizando un proceso de destilación de una o varias etapas para eliminar el acetaldehído. Entre las corrientes propuestas para el procesamiento de eliminación del acetaldehído se incluyen una fase ligera, que contiene principalmente agua, ácido acético y acetato de metilo; una fase pesada, que contiene principalmente yoduro de metilo, acetato de metilo y ácido acético; una corriente de destilado de cabeza, que
60 contiene principalmente yoduro de metilo y acetato de metilo; o una corriente de recirculación, formada combinando las fases ligera y pesada. Estas referencias no identifican cuál de estas corrientes posee la mayor concentración de acetaldehído.

Los documentos EP 0 687 662 A2 y la patente de Estados Unidos No. 5.625.095 también dan a conocer el ajuste de las condiciones de reacción para controlar la formación de acetaldehído en el reactor. Aunque se afirma que la formación de subproductos, tales como crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído y yoduros de alquilo se reduce

controlando la formación de acetaldehído, también se puntualiza que el ajuste de las condiciones de reacción propuesto aumenta la formación de ácido propiónico, un subproducto no deseado.

Más recientemente, se ha dado a conocer en las patentes de Estados Unidos de asignación común No. 6.143.930 y 6.339.171 que es posible reducir significativamente las impurezas no deseadas en el producto de ácido acético mediante una purificación multietapa en el destilado de cabeza de la columna de productos finales ligeros. Estas patentes dan a conocer un proceso de purificación en el que el destilado de cabeza de productos finales ligeros se destila dos veces, tomando cada vez el destilado de cabeza de acetaldehído y devolviendo un residuo rico en yoduro de metilo al reactor. El destilado rico en acetaldehído se extrae con agua a fin de extraer la mayoría del acetaldehído para su eliminación, obteniéndose una concentración de acetaldehído significativamente menor en el refinado, que se recicla hacia el reactor. Patentes de Estados Unidos No. 6.143.930 y 6.339.171.

Si bien los procedimientos descritos anteriormente han tenido éxito en la eliminación de las impurezas de carbonilo del sistema de carbonilación y, en gran medida, en el control de los niveles de acetaldehído y los problemas con el tiempo de permanganato en el producto de ácido acético final, todavía pueden llevarse a cabo más perfeccionamientos. En consecuencia, sigue existiendo una necesidad de soluciones alternativas a este problema para mejorar la eficiencia y la rentabilidad de la eliminación del acetaldehído. La presente invención da a conocer una solución alternativa de este tipo.

20 CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

La presente invención da a conocer un procedimiento para separar acetaldehído de yoduro de metilo por destilación, según las reivindicaciones 1 o 2. Dicho procedimiento comprende las etapas de destilar una mezcla que comprende yoduro de metilo y acetaldehído en un aparato de destilación para producir un destilado de cabeza y un residuo; medir la densidad del destilado de cabeza; determinar la concentración relativa de yoduro de metilo, acetaldehído o ambos en el destilado de cabeza a partir de la densidad medida; y ajustar, como mínimo, una variable del procedimiento asociada a dicho aparato de destilación como respuesta a la densidad medida o a una concentración relativa calculada a partir de la misma, seleccionándose dicha variable del procedimiento entre la velocidad de calentamiento, la presión de la columna, la composición de alimentación, la composición de reflujo y la razón de reflujo.

En otro aspecto, la presente invención da a conocer un procedimiento para separar el acetaldehído del yoduro de metilo. Dicho procedimiento comprende las etapas de destilar una mezcla que comprende yoduro de metilo y acetaldehído en un aparato de destilación para producir un destilado de cabeza y un residuo; extraer el destilado de cabeza con agua para obtener un extracto acuoso y un refinado; medir la densidad, como mínimo, de uno de entre el destilado de cabeza, el extracto y el refinado; y ajustar, como mínimo, una variable del procedimiento asociada al aparato de destilación o la etapa de extracción como respuesta a la densidad medida o a una concentración relativa calculada a partir de la misma. La variable del procedimiento ajustada se selecciona entre el grupo que comprende la velocidad de calentamiento de la columna, la presión de la columna, la composición de alimentación, la composición de reflujo y la razón de reflujo en el aparato de destilación, y la velocidad de alimentación de agua al extractor.

En otro aspecto más, la presente memoria da a conocer un procedimiento para producir ácido acético. Dicho procedimiento comprende las siguientes etapas: hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un medio de reacción que contiene agua y yoduro de metilo en presencia de un catalizador; separar el medio de reacción en una fase de vapor, que contiene ácido acético, yoduro de metilo, acetaldehído y agua, y una fase líquida; destilar la fase de vapor para producir un producto de ácido acético purificado y un primer destilado de cabeza, que contiene yoduro de metilo y acetaldehído; condensar el primer destilado de cabeza y extraerlo con agua para producir un extracto acuoso y un refinado que contiene yoduro de metilo; medir la densidad, como mínimo, de uno de entre el primer destilado de cabeza, el extracto acuoso y el refinado; y ajustar, como mínimo, un parámetro de control del procedimiento asociado a la destilación o la extracción del segundo destilado de cabeza a partir de la densidad medida o de una concentración relativa de acetaldehído o yoduro de metilo calculada a partir de la misma.

55 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 ilustra el procedimiento de la técnica anterior, tal como se da a conocer en la patente de Estados Unidos No. 6.339.171, para la eliminación de las impurezas de carbonilo en una corriente intermedia del proceso de carbonilación para la producción de ácido acético mediante una reacción de carbonilación.

60 Las figuras 2 a 4 ilustran realizaciones preferentes de la presente invención, en las que se dispone un densitómetro en una corriente que tiene la misma composición que el destilado de cabeza procedente de la segunda columna de destilación.

65 La figura 5 ilustra correlaciones entre la densidad medida para la corriente de destilado de cabeza -54- y las respectivas concentraciones de acetaldehído y yoduro de metilo en dicha corriente.

Aunque la presente invención es susceptible de sufrir diversas modificaciones y adoptar formas alternativas, en los dibujos se han mostrado a título ilustrativo realizaciones específicas, que se describen con detalle en el presente documento. Debe entenderse, sin embargo, que la presente invención no pretende limitarse a las formas particulares descritas. Bien al contrario, la presente invención pretende cubrir todas las modificaciones, equivalentes y alternativas que entren dentro del alcance de la presente invención, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas.

DESCRIPCIÓN DE REALIZACIONES ILUSTRATIVAS

A continuación, se describen realizaciones ilustrativas de la presente invención. Para una mayor claridad, en la presente memoria no se describen todas las características de una determinada implementación. Por supuesto, cabe entender que, en el desarrollo de cualquiera de dichas realizaciones, deben tomarse numerosas decisiones específicas de la implementación a fin de lograr los objetivos específicos de los desarrolladores, tales como el cumplimiento de las restricciones asociadas al sistema o al modelo de negocio, que varían de una implementación a otra. Además, cabe señalar que dicho esfuerzo de desarrollo puede resultar complejo y largo, aunque constituirá una tarea rutinaria para los expertos en la materia que tengan el beneficio de la presente divulgación.

El procedimiento de purificación de la presente invención es útil en cualquier procedimiento utilizado para la carbonilación de metanol a fin de obtener ácido acético en presencia de un catalizador formado por un metal del grupo VIII, tal como el rodio, y un promotor de yoduro. Un procedimiento particularmente útil es la carbonilación de metanol con bajo contenido de agua catalizada por rodio para obtener ácido acético, tal como se ilustra en la patente de Estados Unidos No. 5.001.259. Habitualmente, se cree que el componente de rodio del sistema catalizador está presente en forma de compuesto de coordinación de rodio con un componente halógeno, que proporciona, como mínimo, uno de los ligandos de dicho compuesto de coordinación. Además de la coordinación del rodio y el halógeno, se cree también que el monóxido de carbono se coordina con el rodio. El componente de rodio del sistema catalizador se puede proporcionar introduciendo en la zona de reacción rodio en forma de rodio metálico, sales de rodio, tales como óxidos, acetatos, yoduros, etcétera, u otros compuestos de coordinación de rodio, y similares.

El componente promotor de halógeno del sistema catalizador consiste en un compuesto de halógeno que comprende un haluro orgánico. De este modo, se pueden utilizar haluros de alquilo, arilo y alquilo o arilo sustituidos. Preferentemente, el promotor de haluro está presente en forma de haluro de alquilo, en el que el radical alquilo corresponde al radical alquilo del alcohol de alimentación que se carbonila. Así, en la carbonilación de metanol a ácido acético, el promotor de haluro comprende haluro de metilo, y más preferentemente yoduro de metilo.

El medio de reacción líquido utilizado puede incluir cualquier disolvente compatible con el sistema catalizador y puede incluir alcoholes puros o mezclas del alcohol de alimentación y/o el ácido carboxílico deseado y/o ésteres de estos dos compuestos. El disolvente y el medio de reacción líquido preferentes para el procedimiento de carbonilación con bajo contenido de agua comprende el producto de ácido carboxílico. De este modo, en la carbonilación de metanol a ácido acético, el disolvente preferente es el ácido acético.

El medio de reacción contiene agua, pero en concentraciones muy inferiores a lo que hasta ahora se había creído práctico para alcanzar velocidades de reacción suficientes. Anteriormente, se ha dado a conocer que, en reacciones de carbonilación catalizadas por rodio del tipo descrito en la presente invención, la adición de agua tiene un efecto beneficioso sobre la velocidad de reacción (patente de Estados Unidos No. 3.769.329). Así, la mayoría de los procesos comerciales funcionan con concentraciones de agua de, como mínimo, aproximadamente el 14% en peso. Por consiguiente, resulta bastante inesperado que, con concentraciones de agua menores del 14% en peso y de hasta aproximadamente el 0,1% en peso, se puedan alcanzar velocidades de reacción sustancialmente iguales o superiores a las obtenidas con dichos niveles elevados de concentración de agua.

De acuerdo con el procedimiento de carbonilación más útil para preparar ácido acético, se alcanzan las velocidades de reacción deseadas, incluso para concentraciones bajas de agua, incluyendo en el medio de reacción acetato de metilo y un ión yoduro adicional que está claramente por encima del yoduro que está presente como promotor del catalizador, tal como yoduro de metilo u otro yoduro orgánico. El promotor de yoduro adicional es una sal de yoduro, siendo preferente el yoduro de litio. Se ha descubierto que, con concentraciones bajas de agua, el acetato de metilo y el yoduro de litio actúan como promotores de la velocidad únicamente cuando están presentes concentraciones relativamente altas de cada uno de estos componentes, y que dicha promoción es mayor cuando ambos componentes están presentes simultáneamente (patente de Estados Unidos No. 5.001.259). Se cree que la concentración de yoduro de litio utilizada en el medio de reacción del sistema de reacción de carbonilación preferente es bastante alta en comparación con las pocas referencias de la técnica anterior que tratan de la utilización de sales de haluro en sistemas de reacción de este tipo. La concentración absoluta de ión yoduro no es una limitación para la utilidad de la presente invención.

La reacción de carbonilación de metanol a producto de ácido acético se puede llevar a cabo poniendo en contacto la alimentación de metanol, que se encuentra en la fase líquida, con monóxido de carbono gaseoso, que se burbujea a través de un medio de reacción líquido con ácido acético como disolvente, que contiene el catalizador de rodio,

promotor de yoduro de metilo, acetato de metilo y sal de yoduro soluble adicional, en condiciones de temperatura y presión adecuadas para formar el producto de carbonilación. Será ampliamente reconocido que la concentración de ión yoduro en el sistema catalizador es lo importante, y no el catión asociado con el yoduro, y que, para una concentración molar dada de yoduro, la naturaleza del catión no es tan significativa como el efecto de la concentración de yoduro. Se puede utilizar cualquier sal metálica de yoduro, o cualquier sal de yoduro de cualquier catión orgánico o catión cuaternario, tal como una amina o fosfina cuaternarias, o catión inorgánico, siempre que la sal sea suficientemente soluble en el medio de reacción para proporcionar el nivel deseado de yoduro. Si el yoduro se añade como sal metálica, es preferentemente una sal de yoduro de un miembro del grupo que comprende los metales del grupo IA y el grupo IIA de la tabla periódica, tal como se indica en el "Handbook of Chemistry and Physics", publicado por CRC Press, Cleveland, Ohio, 1975-76 (56ª edición). En particular, son útiles los yoduros de metales alcalinos, siendo preferente el yoduro de litio. En el procedimiento de carbonilación con bajo contenido de agua más útil en la presente memoria, el yoduro adicional claramente por encima del promotor de yoduro orgánico está presente en la solución de catalizador en cantidades comprendidas entre el 2% y el 20% en peso, el acetato de metilo está presente en cantidades comprendidas entre el 0,5% y el 30% en peso, y el yoduro de litio está presente en cantidades comprendidas entre el 5% y el 20% en peso. El catalizador de rodio está presente en cantidades comprendidas entre 200 y 2.000 partes por millón (ppm).

Las temperaturas de reacción típicas para la carbonilación están comprendidas aproximadamente entre 150°C y 250°C, siendo el intervalo preferente un intervalo de temperaturas comprendido entre 180°C y 220°C. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede variar ampliamente, pero habitualmente está comprendida entre 2 atmósferas y 30 atmósferas, y preferentemente entre 3 atmósferas y 10 atmósferas. Debido a la presión parcial de los subproductos y la presión de vapor de los líquidos contenidos, la presión total del reactor está comprendida entre 15 atmósferas y 40 atmósferas.

En la figura 1 se muestra un sistema típico de reacción y recuperación del ácido acético que se utiliza para la carbonilación de metanol catalizada por rodio y promovida por yoduro para obtener ácido acético, y el mismo comprende un reactor de carbonilación, una columna de evaporación instantánea y una columna de productos finales ligeros de yoduro de metilo/ácido acético -14-, que tiene una corriente lateral de ácido acético -17-, que prosigue hacia una purificación adicional. En la figura 1 no se muestran el reactor y la columna de evaporación instantánea. Los mismos se consideran equipos estándar bien conocidos ya en la técnica de los procedimientos de carbonilación. Habitualmente, el reactor de carbonilación es del tipo de recipiente agitado o columna de burbujas, y dentro del mismo el líquido de reacción o los contenidos de suspensión se mantienen automáticamente en un nivel constante. En este reactor se introducen continuamente metanol fresco, monóxido de carbono, tanta agua como sea necesaria para mantener, como mínimo, una concentración finita de agua en el medio de reacción, solución de catalizador reciclada procedente de la base de la columna de evaporación instantánea, una fase reciclada de yoduro de metilo y acetato de metilo y una fase de ácido acético acuoso reciclada procedente de un decantador receptor de destilado de cabeza de la columna de separación de productos finales ligeros de yoduro de metilo/ácido acético o columna "splitter" -14-. Se utilizan sistemas de destilación que proporcionan medios para recuperar el ácido acético impuro y reciclar la solución de catalizador, el yoduro de metilo y el acetato de metilo al reactor. En un procedimiento preferente, se introduce continuamente monóxido de carbono en el reactor de carbonilación justo por debajo del agitador, que se utiliza para agitar los contenidos. La alimentación gaseosa se dispersa completamente a través del líquido de reacción gracias a dicho medio de agitación. Se purga una corriente gaseosa del reactor para evitar la acumulación de subproductos gaseosos y para mantener una presión parcial de monóxido de carbono predeterminada a una determinada presión total del reactor. Se controla la temperatura del reactor, y la alimentación de monóxido de carbono se introduce a una velocidad suficiente para mantener la presión total deseada en el reactor.

El producto líquido se extrae del reactor de carbonilación a una velocidad suficiente para mantener un nivel constante en el mismo, y se introduce en la columna de evaporación instantánea. En la columna de evaporación instantánea, la solución de catalizador se extrae como corriente de base (mayoritariamente ácido acético que contiene el rodio y la sal de yoduro, junto con cantidades menores de acetato de metilo, yoduro de metilo y agua), mientras que la corriente de destilado de cabeza de vapor de la columna de evaporación instantánea comprende mayoritariamente el producto de ácido acético junto con yoduro de metilo, acetato de metilo y agua. Los gases disueltos que salen del reactor y entran en la columna de evaporación instantánea consisten en una parte del monóxido de carbono junto con subproductos gaseosos, tales como metano, hidrógeno y dióxido de carbono, y salen de la columna de evaporación instantánea como parte de la corriente de destilado de cabeza. La corriente de destilado de cabeza se dirige a la columna de productos finales ligeros o "splitter" -14- como corriente -26-.

En las patentes de Estados Unidos No. 6.143.930 y 6.339.171, se ha dado a conocer que hay una mayor concentración de los PRC y, en particular, de contenido de acetaldehído en la fase ligera, aproximadamente 3 veces mayor, que en la corriente de fase pesada que sale de la columna -14-. Por consiguiente, según la presente invención, la corriente -28-, que contiene PRC, se dirige a un decantador receptor de destilado de cabeza -16-, donde la fase de productos finales ligeros, o corriente -30-, se dirige a la columna de destilación -18-.

La presente invención se puede considerar en términos generales como un método de eliminación de PRC, principalmente aldehídos y yoduros de alquilo, en una corriente de ácido acético en fase de vapor. La corriente en

fase de vapor se destila y se extrae para eliminar los PRC. Un método ilustrativo de la eliminación de aldehídos y yoduros de alquilo, y de reducción de los niveles de ácido propiónico, a partir de una primera corriente de ácido acético en fase de vapor, incluye las siguientes etapas:

- 5 a) condensar la primera corriente de ácido acético en fase de vapor en un primer condensador y separarla bifásicamente para formar un primer producto pesado en fase líquida y un primer producto ligero en fase líquida;
- b) destilar el producto ligero en fase líquida en una primera columna de destilación para formar una segunda corriente de producto de ácido acético en fase de vapor, que está enriquecido con aldehídos y yoduros de alquilo
10 con respecto a la primera corriente de ácido acético en fase de vapor;
- c) condensar la segunda corriente en fase de vapor en un segundo condensador para formar un segundo producto en fase líquida;
- 15 d) destilar el segundo producto en fase líquida en una segunda columna de destilación para reducir y/o eliminar las impurezas de yoduro de alquilo, aldehído y ácido propiónico en la primera corriente de ácido acético en fase de vapor, obteniéndose una corriente de destilado de cabeza de aldehído y yoduro de alquilo; y
- 20 e) medir la densidad de la corriente de destilado de cabeza, opcionalmente calculando a partir de la misma las concentraciones relativas de acetaldehído y yoduro de metilo, y controlar el funcionamiento de la segunda columna de destilación a partir de la densidad medida o de las concentraciones calculadas a partir de la misma.

En la figura 1 se muestra una realización de la técnica anterior, tal como se da a conocer en la patente de Estados Unidos No. 6.339.171. En referencia a la figura 1, la primera corriente de ácido acético en fase de vapor (-28-) contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo. A continuación, esta corriente se condensa y se separa (en el recipiente -16-) a fin de separar el producto de fase pesada, que contiene la mayor proporción de componentes catalíticos y que se recircula al reactor (no mostrado en la figura 1), y una fase ligera (-30-), que contiene acetaldehído, agua y ácido acético.

A continuación, cualquier fase de destilado de cabeza de productos finales ligeros se puede destilar para eliminar los PRC, y principalmente el componente acetaldehído de la corriente, aunque resulta preferente eliminar los PRC de la fase ligera (-30-), ya que se ha descubierto que la concentración de acetaldehído es algo mayor en la misma. En la realización representada y descrita en el presente documento, la destilación se lleva a cabo en dos etapas; aun así, cabe puntualizar que la misma se puede llevar a cabo también en una sola columna. La fase ligera (-30-) se dirige a la columna -18-, que sirve para formar una segunda fase de vapor (-36-), enriquecida en aldehídos y yoduros de alquilo con respecto a la corriente -28-. El vapor -36- se condensa (recipiente -20-) para formar un segundo producto en fase líquida. La segunda fase líquida (40), que contiene acetaldehído, yoduro de metilo, metanol y acetato de metilo, se dirige a una segunda columna de destilación (-22-), en la que el acetaldehído se separa de los otros componentes. Se ha descubierto que este proceso reduce y/o elimina, como mínimo, el 50% de las impurezas de yoduro de alquilo que se encuentran en una corriente de ácido acético. También se ha demostrado que el acetaldehído y sus derivados se reducen y/o eliminan, como mínimo, en un 50%, más habitualmente en más del 60%. En consecuencia, es posible mantener la concentración de ácido propiónico en el producto de ácido acético por debajo de aproximadamente 400 partes por millón en peso, preferentemente por debajo de aproximadamente 250 partes por millón.

Desde la parte superior de la columna de productos finales ligeros o "splitter" -14-, los vapores se eliminan a través de la corriente -28-, se condensan y se dirigen al recipiente -16-. Los vapores se enfrían a una temperatura suficiente para condensar y separar el yoduro de metilo, el acetato de metilo, el acetaldehído y otros componentes de carbonilo condensables, así como el agua, en dos fases. Una parte de la corriente -28- comprende gases no condensables, tales como dióxido de carbono, hidrógeno y similares, y puede purgarse, tal como se muestra en la corriente -29- de la figura 1. Aunque no se ilustra en la figura 1, también sale del decantador receptor de destilado de cabeza -16- la fase pesada de la corriente -28-. Normalmente, esta fase pesada se recircula al reactor, pero una corriente de estela, habitualmente una cantidad pequeña, por ejemplo el 25% en volumen, preferentemente menos de aproximadamente el 20% en volumen, de la fase pesada, se puede dirigir también a un proceso de tratamiento de carbonilo, reciclándose el resto al reactor o sistema de reacción. Esta corriente de estela de la fase pesada se puede tratar individualmente o combinada con la fase ligera (corriente -30-) para su posterior destilación y extracción de las impurezas de carbonilo.

La fase ligera (corriente -30-) se dirige a la columna de destilación -18-. Una parte de la corriente -30- se dirige de nuevo a la columna de productos finales ligeros -14- como corriente de reflujo -34-. El resto de la corriente -30- entra en la columna -18- como corriente -32-, aproximadamente a la mitad de la columna. La columna -18- sirve para concentrar los componentes aldehído de la corriente -32- en la corriente de destilado de cabeza -36- separando el agua y el ácido acético de los componentes más ligeros. La corriente -32- se destila en la primera columna de destilación -18-, que preferentemente contiene aproximadamente 40 platos, y en ella la temperatura está comprendida entre aproximadamente 283°F (139,4°C) en la parte inferior y aproximadamente 191°F (88,3°C) en la parte superior de la columna. En la parte inferior de -18- sale la corriente -38-, que contiene aproximadamente el

70% de agua y el 30% de ácido acético. La corriente -38- se procesa, generalmente se enfría utilizando un intercambiador de calor, se recicla al decantador de destilado de cabeza de la columna de productos finales ligeros -16- a través de las corrientes -46-, -48-, y en última instancia al reactor o sistema de reacción. Se ha descubierto que reciclar una parte de la corriente -38- identificada como corriente -46- a través del decantador -16- aumenta la eficiencia del procedimiento de la invención y permite que esté presente más acetaldehído en la fase ligera, corriente -32-. Se ha descubierto que la corriente -36- tiene, aproximadamente, siete veces más contenido de aldehído cuando la corriente -38- se recicla de este modo a través del decantador -16-. De la parte superior de la columna -18- sale la corriente -36-, que contiene PRC y, en particular, acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y metanol, así como yoduros de alquilo. A continuación, la corriente -36- se dirige a un receptor de destilado de cabeza -20- después de haberse enfriado para condensar todos los gases condensables presentes.

Del receptor de destilado de cabeza -20- sale la corriente -40-, que contiene acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y metanol. Una parte de la corriente -40- se retorna a la columna -18- como corriente de reflujo -42-. El resto de la corriente -40- entra en la segunda columna de destilación -22- cerca de la base de la columna. La columna -22- sirve para separar la mayoría del acetaldehído del yoduro de metilo, el acetato de metilo y el metanol en la corriente -40-. En una realización, la columna -22- contiene aproximadamente 100 platos y se hace funcionar a una temperatura que varía entre aproximadamente 224°F (106,6°C) en la parte inferior y aproximadamente 175°F (79,4°C) en la parte superior. En una realización alternativa preferente, la columna -22- contiene un relleno estructurado en lugar de platos. El relleno preferente es un relleno estructurado con un área interfacial de aproximadamente 65 pies²/pies³, preferentemente constituido por una aleación metálica como 2205 u otro material de relleno similar, siempre que sea compatible con las composiciones que se deben purificar en la columna. Durante la experimentación, se observó que la carga uniforme de la columna, que es necesaria para una buena separación, era mejor con un relleno estructurado que con platos. Alternativamente, se puede utilizar un relleno cerámico. El residuo de la columna -22-, corriente -44-, sale por la base de la columna y se recicla al procedimiento de carbonilación. El experto en la materia reconocerá que las separaciones realizadas en las columnas de destilación -18- y -22- también se podrían llevar a cabo utilizando una única columna de destilación.

El acetaldehído polimeriza en presencia de yoduro de metilo y forma metaldehído y paraldehído. En general, estos polímeros tienen un peso molecular bajo, menor de aproximadamente 200. Se ha descubierto que el paraldehído es relativamente soluble en el líquido de reacción, y principalmente en ácido acético. El metaldehído, tras su precipitación, es un polímero arenoso, granular, que no es soluble en el líquido de reacción en una concentración mayor de aproximadamente el 3% en peso.

Sin embargo, tal como se da a conocer en la patente de Estados Unidos No. 6.339.171, se ha descubierto que, durante la reacción y con el calentamiento de la columna -22-, se forman polímeros de acetaldehído de mayor peso molecular. Se cree que estos polímeros de mayor peso molecular (peso molecular mayor de aproximadamente 1.000) se forman durante el procesamiento de la fase ligera, y son viscosos y tixotrópicos. Cuando se aplica calor al sistema, tienden a endurecerse y adherirse a las paredes de la torre, donde su eliminación resulta laboriosa. Una vez polimerizados, son muy poco solubles en disolventes orgánicos o acuosos y sólo pueden ser eliminados del sistema por medios mecánicos. En consecuencia, se necesita un inhibidor, preferentemente en la columna -22-, para reducir la formación de estas impurezas, esto es, el metaldehído y el paraldehído y polímeros de acetaldehído de mayor peso molecular (AcH). Generalmente, los inhibidores consisten en alcoholes C₁₋₁₀, preferentemente metanol; agua; ácido acético y similares, utilizados individualmente o combinados entre sí o con uno o más de entre otros inhibidores. La corriente -46-, que es una parte del residuo de la columna -18- y una corriente de estela de la corriente -38-, contiene agua y ácido acético y, por consiguiente, puede servir como inhibidor. Tal como se muestra en la figura 1, la corriente -46- se divide para formar las corrientes -48- y -50-. La corriente -50- se añade a la columna -22- para inhibir la formación de impurezas de metaldehído y paraldehído, así como de polímeros de mayor peso molecular. Dado que el residuo de la segunda columna -22- se recicla al reactor, cualquier inhibidor añadido debe ser compatible con la química de la reacción. Se ha descubierto que pequeñas cantidades de agua, metanol, ácido acético o una combinación de los mismos, no interfieren con la química de la reacción y prácticamente eliminan la formación de polímeros de acetaldehído. La corriente -50- también se utiliza, preferentemente, como un inhibidor, ya que este material no modifica el balance de agua del reactor. El agua no es particularmente preferente como inhibidor, pero se obtienen otras ventajas importantes mediante la adición de agua a la columna -22-.

En la parte superior de la columna -22- sale la corriente -52-, que contiene PRC. La corriente -52- se dirige a un condensador y, a continuación, al receptor de destilado de cabeza -24-. Tras la condensación, todos los materiales no condensables se purgan desde el receptor -24-; los materiales condensados salen del receptor -24- como corriente -54-. La corriente -56-, una corriente de estela de la corriente -54-, se utiliza como reflujo para la columna -22-. En la base de la columna -22- sale la corriente -44-, que contiene yoduro de metilo, metanol, acetato de metilo, metanol y agua. Esta corriente se combina con la corriente -66-, que se describe a continuación, y se dirige al reactor.

Es importante para el mecanismo de extracción que la corriente de destilado de cabeza de la columna -22- permanezca fría, generalmente a una temperatura de aproximadamente 13°C. Esta corriente se puede obtener o mantener a aproximadamente 13°C mediante técnicas convencionales conocidas por los expertos en la materia, o mediante cualquier mecanismo generalmente aceptado por la industria.

Al salir del receptor -24-, preferentemente, la corriente -58- se manda a través de un condensador/refrigerador (ahora, corriente -62-) y luego a un extractor -27- para eliminar y reciclar pequeñas cantidades de yoduro de metilo en la corriente acuosa de PRC. En el extractor -27-, los PRC y los yoduros de alquilo se extraen con agua, preferentemente agua procedente de una corriente interna, de modo que se mantiene el balance de agua dentro del sistema de reacción. A consecuencia de esta extracción, el yoduro de metilo se separa de la fase acuosa de PRC y yoduro de alquilo. En una realización preferente, se utiliza un mezclador-sedimentador con una relación agua/alimentación de aproximadamente 2.

La corriente de extracto acuoso -64- sale del extractor por su parte superior. La fase acuosa rica en PRC, y en particular rica en acetaldehído, se dirige al tratamiento de residuos. También sale del extractor la corriente de refinado -66-, que contiene yoduro de metilo, que normalmente se recicla al sistema de reacción y, finalmente, al reactor.

Ahora, los solicitantes de la presente invención han descubierto que resulta ventajoso analizar la composición del destilado de cabeza condensado -54- de la segunda columna -22- y utilizar este análisis para disponer de un control por retroalimentación del proceso de destilación. Si bien es extremadamente deseable eliminar la máxima cantidad posible de acetaldehído y otros PCR del proceso de ácido acético, es importante hacerlo sin sacrificar la rentabilidad. Es un aspecto principal del procedimiento descrito en el presente documento el hecho de que, debido a que el yoduro de metilo es un material especialmente caro, que además resulta muy caro de eliminar por cuestiones de manipulación segura, es especialmente deseable implementar mejoras en el procedimiento que puedan eliminar el acetaldehído para prevenir la formación de yoduros de alquilo y PRC, pero que al mismo tiempo conserven el yoduro de metilo en la mayor medida posible. Cabe señalar que el reto que supone cumplir estos objetivos al mismo tiempo no es banal, dado que el yoduro de metilo y el acetaldehído tienen puntos de ebullición similares, por lo que resulta hasta cierto punto difícil conseguir una separación óptima. Como apreciará el experto en la materia, el proceso de destilación para separar el yoduro de metilo del acetaldehído es muy sensible a las fluctuaciones relativamente pequeñas de temperatura, razón de reflujo y similares. En consecuencia, es deseable disponer de una información lo más precisa posible sobre el procedimiento que afecte a la calidad de la separación de yoduro de metilo/acetaldéhidido.

Los solicitantes de la presente invención han descubierto que el proceso de destilación descrito anteriormente se puede controlar con mayor precisión mediante la medición de las concentraciones relativas de yoduro de metilo y acetaldehído en el destilado condensado de la corriente -54-, -56-, -58- o -62-. Sorprendentemente, esto se puede conseguir simplemente midiendo la densidad del destilado. A diferencia del acetaldehído, que tiene una densidad de aproximadamente 0,78 g/cm³ a temperatura ambiente (similar a muchos compuestos orgánicos comunes), el yoduro de metilo tiene una densidad de aproximadamente 2,3 g/cm³, casi tres veces mayor. Esta diferencia de densidad es lo suficientemente grande para que las concentraciones relativas de yoduro de metilo y acetaldehído en una mezcla de los dos compuestos se puedan calcular directamente a partir de la densidad. La densidad se puede medir en las condiciones de proceso normales o tras enfriar una muestra a temperatura ambiente. Resulta preferente medir la densidad en las condiciones reales del proceso para eliminar el retraso innecesario en el bucle de control que introduciría un período de enfriamiento previo.

La densidad se puede medir en cualquiera de las corrientes -54-, -56-, -58- o -62- (todas ellas tienen la misma composición) utilizando un densitómetro en línea convencional, designado con la referencia -70- en las figuras 2 a 4. Por ejemplo, los solicitantes han llevado a cabo una serie de experimentos para correlacionar la densidad medida de la corriente de destilado de cabeza -54- con las concentraciones medidas de yoduro de metilo (MeI), acetaldehído (AcH) y éter de dimetilo (DME). Se obtuvieron los siguientes datos:

Muestra nº	1	2	3	4	5	6
DME (% en peso)	8,3	6,6	3,4	4,6	3,6	3,8
AcH (% en peso)	59,2	49,8	27,9	35,3	32,5	2,2
MeI (% en peso)	32,5	43,6	68,8	60,1	63,9	93,8
Densidad en línea (g/ml)	0,9793	1,0524	1,4082	1,3031	1,3166	1,6337
Densidad a 20°C (g/ml)	0,9925	1,0832	1,4464	1,3334	1,3577	1,688

La figura 5 representa la correlación de las concentraciones de yoduro de metilo y acetaldehído con las mediciones de densidad en línea. Se observaron tendencias razonablemente lineales tanto para la concentración de yoduro de metilo como para la de acetaldehído, lo que indica que, en las condiciones típicas del procedimiento, las dos concentraciones se pueden calcular a partir de una única medición de la densidad.

Estas mediciones de densidad, o las concentraciones relativas calculadas a partir de ellas, pueden servir como base para controlar el proceso de destilación en la columna -22-, a fin de optimizar la separación del yoduro de metilo y el acetaldehído. Esto se puede lograr, por ejemplo, aumentando o disminuyendo el caudal de calor dirigido a la columna de destilación como respuesta a los cambios en la relación entre yoduro de metilo y acetaldehído. Como alternativa, se puede ajustar el caudal de reflujo dentro de la columna (por ejemplo, variando la división entre las

5 corrientes -58- y -56-) como respuesta a dicha relación de concentraciones. En otra alternativa, la concentración del reflujo de la columna se puede ajustar como respuesta a las concentraciones medidas de acetaldehído y yoduro de metilo, aumentando o disminuyendo el caudal de la corriente -50-. Esto se puede lograr, por ejemplo, ajustando la división de la corriente de estela -46- entre las corrientes -48- y -50-. La presión de la columna también se puede controlar como respuesta a las concentraciones calculadas.

10 También se puede ajustar la composición de la alimentación de la columna. Se ha descubierto que, en determinadas circunstancias, resulta ventajoso separar y recircular una parte de la corriente -66- a la alimentación de columna -40- de la columna -22-. A su vez, modificar el caudal de esta corriente como respuesta a los cambios en las concentraciones relativas medidas de yoduro de metilo y acetaldehído altera la composición de la alimentación de la columna.

15 Las estrategias de control que permiten la modificación de más de uno de los parámetros del procedimiento asociados a la columna de destilación como respuesta a los cambios medidos en la composición del destilado entran también dentro del alcance de la presente invención. Por ejemplo, puede resultar adecuado controlar las composiciones de alimentación y de reflujo al mismo tiempo, ajustar la velocidad de calentamiento de la columna para responder a los cambios en las composiciones de alimentación, o ajustar el caudal de reflujo para compensar los cambios en la composición de reflujo. Son posibles muchas otras variaciones parecidas.

20 Además de medir la densidad de una o más de las corrientes mencionadas anteriormente a fin de controlar la columna de destilación, resulta asimismo deseable utilizar mediciones de densidad para monitorizar o controlar el funcionamiento del extractor -27-. Cabe entender que el extractor -27- funciona facilitando una separación de fases en el mismo entre una fase pesada de yoduro de metilo y una fase acuosa menos densa que contiene acetaldehído. En consecuencia, un cambio significativo en la densidad medida de la corriente de extracto acuoso -64- o de la corriente de refinado rica en yoduro de metilo -66- indica una pérdida de separación de fases en el extractor, que, a su vez, indica que el yoduro de metilo se está eliminando en la corriente de extracto. Tal como se ha explicitado en el presente documento y otros, es deseable conservar el yoduro de metilo y reutilizarlo en el proceso en la máxima medida posible dentro de los límites prácticos; además, la presencia de yoduro de metilo en el extracto acuoso puede afectar negativamente al proceso de tratamiento de aguas residuales al que normalmente se somete el extracto. Análogamente, medir la densidad de la corriente -66- permite monitorizar la concentración de acetaldehído residual en dicha corriente, lo que permite una acción correctiva (por ejemplo, aumentar el caudal de agua hacia el extractor -27-) como respuesta a una concentración de acetaldehído inaceptablemente alta. En otro refinamiento de la presente invención, un único densitómetro puede estar equipado para medir selectivamente la densidad de una cualquiera de entre múltiples corrientes dentro del procedimiento.

35 En particular, aunque la presente invención se ha descrito anteriormente en términos generales utilizando la fase de productos finales ligeros de la columna -14-, se puede tratar cualquier corriente del procedimiento de carbonilación con una concentración alta de PRC y yoduros de alquilo, según la presente invención. Del mismo modo, aunque el procedimiento se ha descrito anteriormente haciendo referencia a un sistema de eliminación de acetaldehído con una configuración particular, también se contemplan variaciones menores de la configuración dada a conocer, por ejemplo, la sustitución de las columnas de destilación -18- y -22- por una única columna.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para separar acetaldehído de yoduro de metilo por destilación, que comprende las siguientes etapas:
- Destilar una mezcla que comprende yoduro de metilo y acetaldehído en un aparato de destilación para producir un destilado de cabeza y un residuo;
- 10 Medir la densidad de dicho destilado de cabeza;
- Determinar la concentración relativa de yoduro de metilo, acetaldehído o ambos en el destilado de cabeza a partir de la densidad medida; y
- 15 Ajustar, como mínimo, una variable del procedimiento asociada a dicho aparato de destilación como respuesta a dicha concentración relativa, seleccionándose dicha variable del procedimiento entre el grupo que comprende la velocidad de calentamiento, la presión de la columna, la composición de alimentación, la composición de reflujo y la razón de reflujo.
- 20 2. Procedimiento para separar acetaldehído de yoduro de metilo, que comprende las siguientes etapas:
- Destilar una mezcla que comprende yoduro de metilo y acetaldehído en un aparato de destilación para producir un destilado de cabeza y un residuo;
- 25 Extraer el destilado de cabeza con agua para obtener un extracto acuoso y un refinado;
- Medir la densidad, como mínimo, de uno de entre dicho destilado de cabeza, dicho extracto y dicho refinado;
- 30 Determinar la concentración relativa de yoduro de metilo, acetaldehído o ambos en, como mínimo, uno de entre dicho destilado de cabeza, dicho extracto y dicho refinado, a partir de la densidad medida; y
- Ajustar, como mínimo, una variable del procedimiento asociada a dicho aparato de destilación o dicha etapa de extracción como respuesta a dicha concentración relativa, seleccionándose dicha variable del procedimiento entre el grupo que comprende la velocidad de calentamiento de dicho aparato de destilación, la presión de la columna en dicho aparato de destilación, la composición de la alimentación o el reflujo de dicho aparato de destilación, la razón de reflujo en dicho aparato de destilación, la velocidad de alimentación de agua hacia dicha etapa de extracción y combinaciones de las mismas.
- 35 3. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que se mide la densidad del destilado de cabeza y se ajustan la velocidad de calentamiento o la razón de reflujo como respuesta a dicha densidad o a una concentración calculada a partir de la misma.
- 40 4. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que se mide la densidad del destilado de cabeza y se ajusta la velocidad de calentamiento como respuesta a dicha densidad o a una concentración calculada a partir de la misma.
- 45 5. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que se mide la densidad del extracto y se ajusta la velocidad de alimentación de agua a dicha etapa de extracción como respuesta a dicha densidad o a una concentración calculada a partir de la misma.
- 50 6. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que se mide la densidad del refinado y se ajusta la velocidad de alimentación de agua a dicha etapa de extracción como respuesta a dicha densidad o a una concentración calculada a partir de la misma.

FIG.1 (TÉCNICA ANTERIOR)

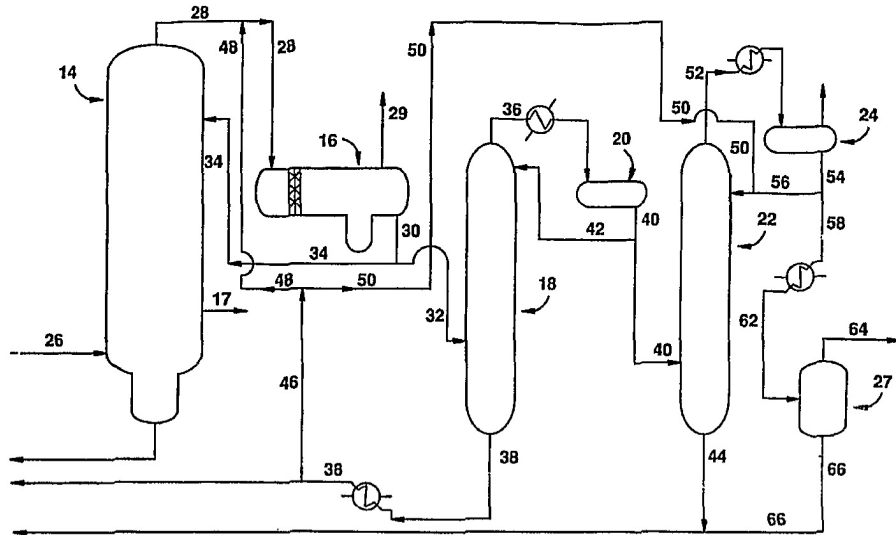


FIG. 2

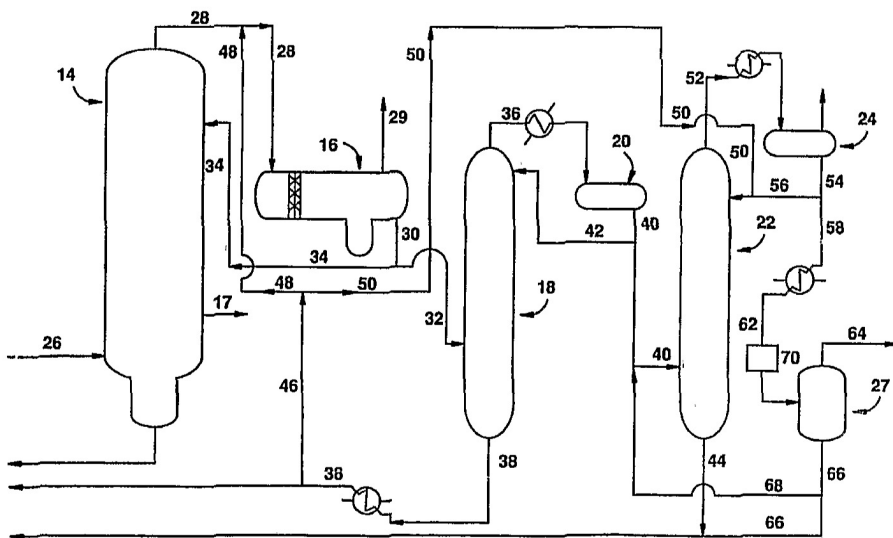


Fig. 5

Ach y Mel frente a peso específico en línea

