

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 595 628**

51 Int. Cl.:

C07C 51/50 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2011 PCT/JP2011/077847**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.06.2012 WO12086386**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2011 E 11851479 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.08.2016 EP 2657220**

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

30 Prioridad:

24.12.2010 JP 2010288523

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.01.2017

73 Titular/es:

**DAICEL CORPORATION (100.0%)
3-1, Ofuka-cho, Kita-ku
Osaka-shi, Osaka 530-0011, JP**

72 Inventor/es:

**SHIMIZU, MASAHIKO;
SAITO, RYUJI;
MIURA, HIROYUKI y
UENO, TAKASHI**

74 Agente/Representante:

MILTENYI, Peter

ES 2 595 628 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 producción de ácido acético

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir ácido acético a la vez que se inhibe eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (o condensación de yoduro de hidrógeno) en una columna de destilación (segunda columna de destilación) para purificar ácido acético en bruto mediante destilación adicional.

Técnica anterior

10 Se conocen diversos procedimientos de producción industrial de ácido acético. Entre otros, un procedimiento industrialmente excelente incluye un procedimiento que comprende permitir de manera continua que reaccione metanol con monóxido de carbono con el uso de un catalizador de metal (tal como un catalizador de rodio), un yoduro iónico (por ejemplo, yoduro de litio) y yoduro de metilo en presencia de agua para dar ácido acético. Además, se ha investigado recientemente la mejora en las condiciones de reacción y los catalizadores, y se ha desarrollado un procedimiento industrial para producir ácido acético con una producción altamente eficaz mediante la adición de un estabilizador de catalizador (tal como una sal de yoduro) y la reacción en una condición de bajo contenido en agua en comparación con la condición convencional.

15 Los ejemplos del procedimiento de producción de ácido acético incluyen un procedimiento para producir ácido acético purificado, que comprende permitir que reaccione metanol con monóxido de carbono, someter la mezcla de reacción resultante que contiene ácido acético a destilación (destilación instantánea) en un evaporador instantáneo, someter un componente vaporizado por la destilación a una primera columna de destilación para separar una corriente de líquido que contiene ácido acético como componente principal y agua, etc., someter la corriente que contiene ácido acético a una segunda corriente de destilación para retirar agua, etc. y separar una corriente de ácido acético como corriente de líquido. En este procedimiento, la condensación de yoduro de hidrógeno en la primera columna de destilación o la segunda columna de destilación puede precipitar la corrosión de la columna de destilación. Puesto que es preferible inhibir el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación, está intentándose la disminución en la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación.

20 Por ejemplo, la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2006-160645 (JP-2006-160645A, documento de patente 1) da a conocer un procedimiento para destilar una mezcla que contiene yoduro de hidrógeno y agua, que comprende destilar la mezcla que tiene un contenido en agua de no más del 5% en peso en un sistema de destilación para impedir la condensación de yoduro de hidrógeno en el sistema de destilación. Con respecto a una mezcla en la que se aplica el procedimiento, el documento da a conocer que el procedimiento puede aplicarse a un componente ligero que se separa de la mezcla de reacción mediante una primera destilación (destilación mediante un evaporador instantáneo o similar) y es rica en un componente de punto de ebullición bajo (por ejemplo, agua, un alcohol, un yoduro de alquilo, un ácido carboxílico o un anhídrido de ácido del mismo, un éster de carboxilato y yoduro de hidrógeno). Sin embargo, en el procedimiento descrito en el documento, la concentración de yoduro de hidrógeno se reduce ajustando la concentración de agua basándose en la teoría de equilibrio y hay limitaciones a la disminución en la concentración de yoduro de hidrógeno. Por tanto, es difícil disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en un alto nivel. Además, puesto que el procedimiento descrito en el documento se aplica a un componente ligero obtenido a través de una destilación instantánea, no puede inhibirse la condensación de yoduro de hidrógeno en una columna de destilación para purificar adicionalmente ácido acético separado del componente ligero.

25 Además, la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2009-501129 (JP-2009-501129A, documento de patente 2) da a conocer un procedimiento para producir ácido acético purificado, que comprende alimentar una corriente de ácido acético que contiene ácido acético, un haluro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición menor y un componente de punto de ebullición mayor a una primera columna de destilación, separar una corriente de punto de ebullición menor que contiene parte del componente de punto de ebullición menor y una corriente de punto de ebullición mayor que contiene parte del componente de punto de ebullición mayor en la primera columna de destilación, retirar una corriente lateral que contiene al menos ácido acético mediante corte lateral, alimentar la corriente lateral a una segunda corriente de destilación, separar una corriente de punto de ebullición menor que contiene parte del componente de punto de ebullición menor y una corriente de punto de ebullición mayor que contiene parte del componente de punto de ebullición mayor en la segunda columna de destilación, y retirar una corriente lateral que contiene ácido acético mediante corte lateral para recoger (o recuperar) ácido acético; que comprende además alimentar (i) la primera columna de destilación con agua, o agua y al menos un primer componente (A) seleccionado del grupo que consiste en un alcohol correspondiente al ácido carboxílico y que tiene "n" átomo(s) de carbono, y un éster del alcohol con el ácido carboxílico o (ii) la primera columna de destilación con el primer componente (A) desde un nivel de altura (posición) inferior que un orificio de corriente lateral para realizar el corte lateral de la corriente lateral que contiene el ácido carboxílico que tiene "n+1" átomos de carbono.

Este documento da a conocer que al menos puede alimentarse habitualmente un segundo componente (B) seleccionado del grupo que consiste en (b-1) metanol, (b-2) acetato de metilo, (b-3) un hidróxido de metal alcalino (por ejemplo, hidróxido de potasio), (b-4) un acetato de metal alcalino (por ejemplo, acetato de potasio) y (b-5) un ácido hipofosforoso a la segunda columna de destilación desde al menos una posición superior o inferior que un orificio de corte lateral (orificio de corriente lateral) para realizar el corte lateral de la corriente de ácido acético con el fin de reducir la concentración de yoduro de hidrógeno contenido en la corriente de ácido acético retirada mediante corte lateral e impedir la condensación de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación. En los ejemplos del documento, se alimenta hidróxido de potasio a la segunda columna de destilación en un nivel de altura (o plato) inferior que el orificio de corriente lateral o en un nivel de altura (o plato) que es superior que el orificio de corriente lateral e inferior que un orificio de alimentación para alimentar la corriente de ácido acético a la segunda columna de destilación.

El procedimiento descrito en el documento logra la condensación de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación en cierto grado. Sin embargo, hay yoduro de hidrógeno contenido en la corriente de ácido acético que va a alimentarse a la segunda columna de destilación y se mueve junto con hacia una parte superior (o parte de arriba) de la segunda columna de destilación mediante la destilación, mientras que el hidróxido de potasio o similar se mueve hacia abajo. Por tanto, cuando se alimenta hidróxido de potasio a la segunda columna de destilación en un nivel de altura inferior que un orificio para alimentar la corriente de ácido acético a la segunda columna de destilación tal como se describe en el documento, es difícil inhibir eficazmente la condensación de yoduro de hidrógeno en la parte superior (o parte de arriba) de la segunda columna de destilación. Además, en el procedimiento descrito en el documento, aunque el segundo componente (B) se alimenta con el fin de disminuir el yoduro de hidrógeno contenido en la corriente de corte lateral alimentada desde la primera columna de destilación, en un sistema real no sólo el yoduro de hidrógeno contenido en la corriente de corte lateral sino también el yoduro de hidrógeno producido nuevo por una reacción de yoduro de metilo con agua, y otras reacciones en la parte superior de la segunda columna de destilación, se encuentra en la segunda columna de destilación. La condensación de yoduro de hidrógeno que se encuentra en la parte superior de la columna de destilación no puede inhibirse usando hidróxido de potasio o similar de manera eficaz. Según el procedimiento descrito en el documento, aun cuando la calidad del ácido acético puede mejorarse reduciendo la concentración del yoduro de hidrógeno (HI) contenido en la corriente de corte lateral, es difícil reducir la concentración de yoduro de hidrógeno en un alto nivel en toda la segunda columna de destilación. Además, la concentración de yoduro de hidrógeno en toda la segunda columna de destilación puede reducirse alimentando un hidróxido de metal alcalino (por ejemplo, hidróxido de potasio) en un nivel de altura inferior que el orificio de alimentación de la segunda columna de destilación y alimentando un alcohol (por ejemplo, metanol) al mismo tiempo (o en la misma posición) que el hidróxido de metal alcalino o en una posición inferior que la posición de alimentación del hidróxido de metal alcalino. En este caso, sin embargo, es necesaria una columna de destilación que tenga un gran diámetro de columna, y el procedimiento es ineficaz.

Por otro lado, la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 48-61414 (JP-48-61414A, documento de patente 3) da a conocer un método para retirar (o separar) yodo de ácido acético, que comprende introducir una corriente de ácido acético que contiene yodo como impureza en la parte media de ambos extremos de una primera columna de destilación, introducir un compuesto de metal alcalino o metal alcalinotérreo (un óxido, un hidróxido, un carbonato, un bicarbonato o una sal de ácido orgánico débil de un metal alcalino o metal alcalinotérreo) en la parte media de ambos extremos de la primera columna de destilación, retirar la corriente producto de cabeza de la primera columna de destilación, introducir la corriente producto en la parte media de ambos extremos de una segunda columna de destilación, y retirar una corriente de ácido acético sustancialmente libre de yodo de la parte inferior de la segunda columna de destilación y retirar una fracción de cabeza que contiene yodo de la segunda columna de destilación.

Según el método descrito en el documento, el compuesto de metal alcalino o metal alcalinotérreo se alimenta a la corriente producto de la primera columna de destilación o la segunda columna de destilación. Sin embargo, las corrientes producto son productos de cabeza en las columnas de destilación primera y segunda, y este método es bastante diferente en el procedimiento de producción de ácido acético del procedimiento mencionado anteriormente para separar la corriente de ácido acético como componente líquido. Por ejemplo, el método descrito en el documento pretende disminuir el yoduro de hidrógeno contenido en una corriente producto purificada, y el método es bastante diferente en el líquido que va a tratarse con respecto al procedimiento mencionado anteriormente.

Documentos de la técnica relacionada

Documentos de patente

Documento de patente 1: JP-2006-160645A (reivindicaciones, párrafo n.º [0027] y ejemplos)

Documento de patente 2: JP-2009-501129A (reivindicaciones, párrafos n.ºs [0047] y [0142] a [0147])

Documento de patente 3: JP-48-61414A (reivindicaciones y dibujos)

Sumario de la invención

Problemas que van a resolverse mediante la invención

Es por tanto un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir ácido acético a la vez que se inhibe (o se impide) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (o condensación de yoduro de hidrógeno) en una columna de destilación (segunda columna de destilación) para purificar ácido acético en bruto, de la que se ha retirado mediante destilación un componente de punto de ebullición menor, mediante destilación adicional.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético, impidiendo el procedimiento la corrosión de una segunda columna de destilación.

Medios para resolver los problemas

Los inventores de la presente invención realizaron estudios exhaustivos para lograr los objetos anteriores y finalmente encontraron que, en un procedimiento para producir ácido acético que comprende separar un componente de punto de ebullición menor de un componente volátil que contiene al menos ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno mediante destilación, alimentar una segunda columna de destilación (columna de deshidratación) con el ácido acético en bruto resultante, y separar agua, etc. para obtener ácido acético purificado, puede inhibirse (o impedirse) la condensación de yoduro de hidrógeno en toda la segunda columna de destilación en un alto nivel añadiendo un componente alcalino al ácido acético en bruto en una realización específica y someter la mezcla a destilación; y que la inhibición de la condensación puede inhibir la corrosión de toda la segunda columna de destilación. La presente invención se llevó a cabo basándose en los hallazgos anteriores.

Es decir, el procedimiento de la presente invención incluye un procedimiento para producir ácido acético, que comprende una etapa de recogida de ácido acético para alimentar una primera columna de destilación con un componente volátil que contiene al menos ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno, separar un primer componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza (componente volátil o componente vaporizado), y recoger una primera corriente de líquido (corriente de ácido acético líquido en bruto, primer componente líquido) que contiene principalmente ácido acético, y una etapa de purificación de ácido acético para alimentar una segunda columna de destilación con la primera corriente de líquido, separar adicionalmente un segundo componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza, y recoger una segunda corriente de líquido (corriente de ácido acético líquido purificado, segundo componente líquido) que contiene ácido acético; en el que se añade o se mezcla un componente alcalino de las siguientes maneras (1) y/o (2) para destilar un objeto líquido que va a tratarse (o un objeto líquido) que contiene la primera corriente de líquido y el componente alcalino en la segunda columna de destilación (o la primera corriente de líquido se somete a destilación en presencia del componente alcalino):

(1) el componente alcalino se añade a o se mezcla con la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación,

(2) en la segunda columna de destilación, el componente alcalino se añade o se mezcla en el mismo nivel de altura (o posición) que el nivel de altura (o posición) en el que se alimenta la primera corriente de líquido o en un nivel de altura (o posición) superior que el nivel de altura (o posición) en el que se alimenta la primera corriente de líquido.

Por otro lado, en la manera (2), la posición de alimentación del primer componente líquido está situada habitualmente en una posición superior que una posición en la que el segundo componente líquido se recoge (se retira como fracción de fondo o como una fracción de corte lateral) de la segunda columna de destilación.

Para la manera, probablemente debido a que se permite fácilmente que el yoduro de hidrógeno en el primer componente líquido entre en contacto o reaccione con el componente alcalino (neutralización) en la segunda columna de destilación antes de que el componente alcalino se mueva hacia la parte inferior de la segunda columna de destilación, puede inhibirse eficazmente la condensación de yoduro de hidrógeno en toda la segunda columna de destilación.

Según el procedimiento de la presente invención, el componente de punto de ebullición menor se separa mediante la primera columna de destilación. Por ejemplo, en el primer componente líquido, la concentración de yoduro de metilo puede ser de 10 ppm al 8% en peso [por ejemplo, menos del 4% en peso (por ejemplo, de 10 ppm al 3,5% en peso)], la concentración de acetato de metilo puede ser del 0,1 al 8% en peso, la concentración de agua puede ser del 0,2 al 20% en peso (particularmente, no más del 3% en peso) y la concentración de yoduro de hidrógeno puede ser de no más de 1000 ppm partiendo de una base en peso (por ejemplo, no más de 100 ppm, preferiblemente de 1 a 30 ppm). Además, la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino puede ser, por ejemplo, de 1 a 2000 equivalentes molares en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido, y el componente alcalino puede añadirse con el fin de que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido pueda ser de no más de 100000 ppm partiendo de una base en peso.

En la manera (1), la temperatura de contacto de la primera corriente de líquido (o componente) y el componente alcalino puede ser de aproximadamente 100 a 170°C, y el tiempo desde cuando se mezclan la primera corriente de líquido (o componente) y el componente alcalino hasta cuando se alimenta la mezcla a la segunda columna de destilación puede ser de no más de 5 minutos.

Según la presente invención, puesto que el componente alcalino se añade de manera específica, el componente alcalino puede usarse ciertamente para la neutralización de yoduro de hidrógeno, de modo que puede reducirse la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino. Por tanto, puede inhibirse eficazmente la condensación o acumulación de una cantidad excesiva del componente alcalino en la segunda columna de destilación (por ejemplo, una parte inferior de la columna de destilación). Por ejemplo, en el procedimiento, la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino puede ser de no más de 85 equivalentes molares (por ejemplo, no más de 80 equivalentes molares) en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido, y el componente alcalino puede añadirse con el fin de que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido pueda ser de no más de 1000 ppm (por ejemplo, no más de 800 ppm) partiendo de una base en peso.

Según la presente invención, puede realizarse una segunda destilación en presencia del componente alcalino añadido y al menos un componente (A) que tiene un punto de ebullición menor que el punto de ebullición del ácido acético y que se selecciona del grupo que consiste en un alcohol, un éter y un éster de acetato. Puesto que el componente (A) tiende a encontrarse en una parte superior de la columna de destilación, la tendencia y la neutralización con el componente alcalino se combinan para inhibir eficazmente la producción de yoduro de hidrógeno debido a una reacción de yoduro de metilo con agua en la parte superior de la segunda columna de destilación. En la manera, por ejemplo, el objeto líquido en el que el componente (A) se encuentra a una concentración de no menos del 0,2% en peso (por ejemplo, no menos del 1% en peso) puede destilarse en la segunda columna de destilación.

De manera representativa, el componente (A) puede ser un componente que contiene al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo.

El componente (A) puede estar contenido en la primera corriente de líquido (por ejemplo, cuando acetato de metilo se contiene a una concentración suficiente en la primera corriente de líquido), o puede añadirse nuevo (o por separado). Es decir, puede permitirse que el componente (A) se encuentre en el objeto líquido añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido. De manera representativa, puede permitirse que el componente (A) se encuentre en el objeto líquido (i) añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación y/o (ii), en la segunda columna de destilación, añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido en el mismo nivel de altura (o posición) que el nivel de altura (o posición) en el que se alimenta la primera corriente de líquido (por ejemplo, un plato que va a alimentarse o suministrarse) o en un nivel de altura (o posición) superior que el nivel de altura en el que se alimenta la primera corriente de líquido [por ejemplo, un plato superior que (por ejemplo, el primer plato por encima) un plato en el que se alimenta la primera corriente de líquido].

En el procedimiento de la presente invención, el material de (o para formar) la segunda columna de destilación puede comprender una aleación (por ejemplo, una aleación a base de níquel). La presente invención logra la inhibición de la corrosión, e incluso puede usarse preferiblemente una segunda columna de destilación compuesta por un material relativamente corrosivo de este tipo.

El procedimiento de la presente invención habitualmente comprende además una etapa de reacción para permitir de manera continua que reaccione metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que comprende un catalizador de metal, un yoduro iónico (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino tal como yoduro de litio) y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación, y una etapa de destilación instantánea para alimentar de manera continua un aparato de evaporación instantánea (evaporador instantáneo) con una mezcla de reacción desde el reactor y evaporar un componente volátil que contiene al menos ácido acético producto, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno mediante destilación instantánea, y el componente volátil obtenido a través de estas etapas se alimenta a la primera columna de destilación.

Para el procedimiento que comprende la etapa de destilación instantánea, en la etapa de destilación instantánea, la mezcla de reacción puede separarse en el componente volátil y una mezcla de catalizador líquida que contiene al menos el catalizador de metal y el yoduro iónico, pudiendo realizarse la destilación instantánea en la condición de que la concentración de acetato de metilo no sea menos del 0,6% en peso. Probablemente debido a que la destilación instantánea en la condición puede inhibir un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo y adicionalmente puede aumentar eficazmente la concentración de acetato de metilo en la segunda columna de destilación, el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación puede inhibirse además eficazmente.

La concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no menos del 1% en peso (en particular, no menos del 1,5% en peso). Además, la concentración de agua en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no más del 15% en peso. La concentración del catalizador de metal en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no menos de 300 ppm partiendo de una base en peso. Además, la concentración de ácido acético en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no menos del 40% en peso.

De manera representativa, con respecto a la concentración de cada componente en la mezcla de catalizador líquida, la concentración del yoduro iónico puede ser de no más del 50% en peso, la concentración de yoduro de metilo puede ser de no más del 5% en peso, la concentración de ácido acético puede ser del 45 al 90% en peso y la

concentración de agua puede ser de no más del 10% en peso. En particular, con respecto a la concentración de cada componente en la mezcla de catalizador líquida, la concentración del yoduro iónico puede ser de no más del 40% en peso, la concentración de yoduro de metilo puede ser del 0,01 al 4% en peso, la concentración de ácido acético puede ser del 50 al 85% en peso, la concentración de acetato de metilo puede ser del 0,7 al 5% en peso y la concentración de agua puede ser del 0,8 al 8% en peso.

En la etapa de destilación instantánea, la destilación instantánea puede realizarse a una presión absoluta de 0,1 a 0,5 MPa y la temperatura de la mezcla de catalizador líquida (o la temperatura de destilación instantánea) puede ser de 100 a 170°C.

En el procedimiento de la presente invención, la concentración de cada componente en el evaporador instantáneo puede ajustarse añadiendo cada componente o componente(s) para producir cada componente. Por ejemplo, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede ajustarse (por ejemplo, ajustarse a no menos del 0,6% en peso) añadiendo o mezclando acetato de metilo y/o un componente que produce acetato de metilo a la mezcla de reacción y/o el evaporador instantáneo.

A lo largo de la descripción, el total de la(s) proporción(proporciones) de cualquier componente que sale en el mismo sistema de mezcla (tal como la primera fracción de fracción líquida) es de no más del 100% en peso; y las proporciones de todos los componentes son del 100% en peso en total.

Efectos de la invención

Según el procedimiento de la presente invención, puede producirse ácido acético a la vez que se inhibe (o se impide) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en una columna de destilación (segunda columna de destilación) para purificar ácido acético en bruto, de la que se ha retirado mediante destilación un componente de punto de ebullición menor, mediante destilación adicional. Además, según la presente invención, puede inhibirse la corrosión de la segunda columna de destilación. Por tanto, puede llevarse a cabo eficazmente la destilación sin formar la segunda columna de destilación con un material de alta calidad que tiene una alta resistencia a la corrosión. Por tanto, según la presente invención, la segunda columna de destilación puede realizarse de un material económico o de bajo grado, de modo que puede reducirse eficazmente el coste del procedimiento de producción de ácido acético.

Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 es un diagrama para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según una realización de la presente invención.

Descripción de realizaciones

A continuación en el presente documento, se explicará la presente invención en detalle con referencia a los dibujos. La figura 1 es un diagrama (un diagrama de flujo, un dibujo de procedimiento esquemático o un dibujo de disposición en planta esquemático) para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según una realización de la presente invención.

La realización de la figura 1 muestra un procedimiento (o aparato) continuo para producir ácido acético a partir de un medio de reacción (o mezcla de reacción) líquido generado mediante una reacción de carbonilación continua de metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que comprende un catalizador de rodio como catalizador de metal y un cocatalizador [yoduro de litio como yoduro iónico (o sal de yoduro) y yoduro de metilo], así como ácido acético, acetato de metilo y una cantidad finita de agua.

El procedimiento (o aparato de producción) comprende un reactor (sistema de reacción) 1 para llevar a cabo la reacción de carbonilación de metanol mencionada anteriormente; un aparato de evaporación instantánea o evaporador (evaporador instantáneo) 2 para separar un componente volátil o una corriente de ácido acético (una fracción de punto de ebullición menor) que contiene al menos ácido acético producto, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, y yoduro de hidrógeno subproducto, y una mezcla de catalizador líquida (un componente poco volátil o una fracción de punto de ebullición mayor) que contiene principalmente un componente de catalizador (un componente de punto de ebullición mayor) (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) de un medio de reacción líquido (o un mezcla de reacción o una disolución de reacción) que se introduce desde el reactor 1 a través de una conducción de alimentación 14 y contiene ácido acético generado mediante la reacción; una primera columna de destilación (columna de separación) 3 para separar o retirar al menos parte de una fracción de punto de ebullición menor (primera fracción de punto de ebullición menor) que contiene un componente de punto de ebullición menor (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y acetaldehído) del componente volátil introducido desde el aparato de evaporación instantánea 2 a través de una conducción de alimentación 15 como producto de cabeza desde la parte de arriba de una columna de la misma y retirar y o descargar una primera corriente de líquido que contiene ácido acético (una corriente de ácido acético, corriente de ácido acético en bruto) como corriente lateral mediante corte lateral; una segunda columna de destilación 4 para retirar al menos parte de una fracción de punto de ebullición menor (segunda fracción de punto de ebullición menor) que contiene un componente de punto de ebullición menor (tal como agua) como producto de cabeza desde la parte de arriba de una columna de la misma de

la corriente de ácido acético introducida desde la primera columna de destilación 3 a través de una conducción de alimentación 23 mediante corte lateral, separar al menos parte de un componente de punto de ebullición mayor (impurezas de punto de ebullición mayor) (que contiene, por ejemplo, agua y ácido propiónico) de la parte de fondo de la columna, y obtener una segunda corriente de líquido que contiene ácido acético (una corriente de ácido acético, corriente de ácido acético purificado) a través de una conducción de alimentación 29 como corriente lateral mediante corte lateral.

Este procedimiento está dotado de un condensador o un intercambiador de calor para condensar un componente alimentado a través de cada conducción. Específicamente, el reactor 1 está equipado con un condensador 5 para condensar un componente condensable en un gas de descarga (vapor) descargado a través de una conducción de descarga 11; una conducción de recirculación 12 para recircular un componente líquido condensado mediante el condensador 5 al reactor 1; y una conducción de descarga 13 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensado en el condensador 5.

Además, el aparato de evaporación instantánea 2 está equipado con un intercambiador de calor 6 para enfriar una mezcla de catalizador líquida (o fracción de fondo) separada mediante el aparato de evaporación instantánea 2 y descargada de la parte de fondo del aparato de evaporación instantánea 2 a través de una conducción de descarga 18; una conducción de recirculación 19 para recircular la mezcla de catalizador líquida enfriada mediante el intercambiador de calor 6 al reactor 1; un intercambiador de calor 7 para condensar un componente condensable en parte del componente volátil (o fase volátil) descargado como producto de cabeza del aparato de evaporación instantánea 2 e introducido a través de una conducción de alimentación 15a; una conducción de descarga 16 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensable en el intercambiador de calor 7; y una conducción de recirculación 17 para recircular un componente líquido (o licuado) que contiene ácido acético condensado mediante el intercambiador de calor 7 al reactor 1.

Además, la primera columna de destilación 3 está equipada con un condensador 8 para condensar un componente condensable en la fracción de punto de ebullición menor o producto de cabeza descargado a través de una conducción de descarga 20; una conducción de recirculación 22 para recircular un componente líquido condensado mediante el condensador 8 al reactor 1; una conducción de recirculación 22a para recircular (o someter a reflujo) parte del componente líquido condensado mediante el condensador 8 a la primera columna de destilación 3; una conducción de descarga 21 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensable en el condensador 8; y una conducción 24 para descargar una fracción de punto de ebullición mayor en la primera columna de destilación 3 y recircular la fracción de punto de ebullición mayor al reactor 1. Por otro lado, el componente líquido recirculado a la primera columna de destilación 3 se usa para someter a reflujo en la primera columna de destilación 3.

La segunda columna de destilación 4 está equipada con un condensador 9 para condensar un componente condensable en la fracción de punto de ebullición menor o producto de cabeza descargado a través de una conducción de descarga 25; una conducción de recirculación 27 para recircular (o someter a reflujo) un componente líquido o fracción de punto de ebullición menor condensado mediante el condensador 9 a la segunda columna de destilación 4; una conducción de descarga (conducción de recirculación) 26 para separar parte o todo el componente líquido o fracción de punto de ebullición menor condensado mediante el condensador 9 de la conducción 27 y recircular la fracción o componente separado al reactor 1; y una conducción 28 para alimentar un gas separado en el condensador 9 a un lavador químico 10 a través de una conducción 13.

Este procedimiento mostrado en la figura 1 comprende además un lavador químico o sistema de lavador químico 10 para recuperar los componentes gaseosos (o componentes no condensados), etc. descargados del condensador 5, el intercambiador de calor 7 y el condensador 8 y abandonar los componentes y/o recircular los componentes al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor 1). Por otro lado, en la figura 1 se omite una conducción para recircular el componente gaseoso, etc. desde el sistema de lavador químico 10 al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor 1).

A continuación en el presente documento, se explicará en más detalle el procedimiento mostrado en la figura 1.

Pueden alimentarse de manera continua al reactor 1 metanol como componente líquido y monóxido de carbono como reactivo gaseoso a una velocidad predeterminada, y puede alimentarse de manera continua al reactor 1 una mezcla de catalizador (una mezcla de catalizador líquida) que contiene un sistema de catalizador de carbonilación [un sistema de catalizador que comprende un componente de catalizador principal (por ejemplo, un catalizador de rodio) y un cocatalizador (por ejemplo, yoduro de litio y yoduro de metilo)] y agua. Además, también pueden alimentarse al reactor 1 la(s) fracción(es) (por ejemplo, en forma de líquido) que contiene(n) fracción(es) de punto de ebullición menor y/o fracción(es) de punto de ebullición mayor procedentes de la(s) etapa(s) subsiguiente(s) (por ejemplo, el aparato de evaporación instantánea 2, las columnas de destilación primera y segunda 3 y 4, el intercambiador de calor 7 y el sistema de lavador químico 10). Entonces, dentro del reactor 1, un sistema de reacción en fase líquida que contiene el reactivo y el componente de punto de ebullición mayor tal como el componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio) y el yoduro iónico (por ejemplo, yoduro de litio) está en equilibrio con un sistema en fase de vapor que comprende monóxido de carbono, subproductos mediante la reacción (hidrógeno, metano, dióxido de carbono), y un componente vaporizado de punto

de ebullición menor (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético como producto y acetato de metilo), y una reacción de carbonilación de metanol avanza con agitación mediante un agitador u otros medios.

La presión interna del reactor 1 (por ejemplo, presión de reacción, presión parcial de monóxido de carbono, presión parcial de hidrógeno, presión parcial de metano y presión parcial de nitrógeno) puede mantenerse a presión constante retirando vapor de la parte de arriba de la columna e introduciendo el vapor retirado en el condensador 5. El vapor retirado se enfría mediante el condensador 5 para dar un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, etc.) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, etc.). El componente líquido resultante se recircula al reactor 1, y el componente gaseoso resultante (gas residual) se descarga al sistema de lavador químico 10, y si es necesario, se recircula al reactor 1. En particular, el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que acompaña a la generación de calor, y parte de la cantidad del calor generado en el reactor puede eliminarse enfriando parte del calor de reacción transferido desde la disolución de reacción al vapor con el condensador 5.

Si es necesario, puede alimentarse hidrógeno al reactor 1 con el fin de aumentar la actividad catalítica. Además, puesto que el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que acompaña a la generación de calor, el reactor 1 puede estar equipado con una unidad de eliminación de calor (o eliminación térmica) o de enfriamiento (por ejemplo, una camisa) para controlar una temperatura de reacción. Por otro lado, tal como se describe más adelante, el procedimiento de la figura 1 está equipado con un intercambiador de calor 7 para eliminar calor de parte de un componente volátil del evaporador instantáneo 2. Por tanto, aun cuando el reactor no esté equipado con la unidad de eliminación de calor o enfriamiento, puede eliminarse el calor.

Los componentes contenidos en la mezcla de reacción (disolución de reacción en bruto) generados en el reactor 1 pueden incluir ácido acético, yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición menor o impureza de punto de ebullición menor que tiene un punto de ebullición menor que el del ácido acético (por ejemplo, yoduro de metilo como cocatalizador, acetato de metilo como producto de reacción de ácido acético con metanol, y acetaldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído, y un yoduro superior (tal como yoduro de hexilo o yoduro de decilo) como subproductos), y un componente de punto de ebullición mayor o impureza de punto de ebullición mayor que tiene un punto de ebullición mayor que el del ácido acético [un componente de catalizador de metal (un catalizador de rodio y yoduro de litio como cocatalizador), ácido propiónico y agua].

Con el fin de separar principalmente el componente de punto de ebullición mayor (tal como el componente de catalizador de metal) de la mezcla de reacción, la mezcla de reacción (o parte de la mezcla de reacción) se retira de manera continua del reactor 1 y se introduce o se alimenta en el aparato de evaporación instantánea (evaporador) 2. En el aparato de evaporación instantánea 2, se evapora un componente volátil o una fracción de punto de ebullición menor (que contiene principalmente ácido acético que es un producto y también funciona como disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, yoduro de hidrógeno, etc.) mediante destilación instantánea para separar una mezcla de catalizador líquida o una fracción de punto de ebullición mayor (que contiene principalmente un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de rodio, yoduro de litio, etc.) de la mezcla de reacción. Por otro lado, en la mezcla de catalizador líquida, también se contienen el componente de catalizador de metal, y además, componentes que quedan sin evaporarse (por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, agua y acetato de metilo).

Dentro del aparato de evaporación instantánea 2, la destilación instantánea puede llevarse a cabo de modo que al menos puede mantenerse acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida a una concentración predeterminada (por ejemplo, no menos del 0,1% en peso, particularmente, no menos del 0,6% en peso). La destilación instantánea en esta condición impide que aumente la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo. Por tanto, se impide notablemente la corrosión del evaporador instantáneo. Además, el ajuste de la concentración de acetato de metilo permite reducir eficazmente la concentración de yoduro de hidrógeno a la vez que se aumenta la concentración de acetato de metilo en la primera corriente de líquido. Como resultado, se logra una reducción más eficaz de la concentración de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación. Por otro lado, la concentración de acetato de metilo puede ajustarse, por ejemplo, aumentando la concentración de metanol en la mezcla de reacción y permitiendo que la reacción de metanol con ácido acético avance predominantemente, etc. Si es necesario, la concentración de acetato de metilo puede ajustarse alimentando acetato de metilo y/o un componente para producir acetato de metilo (por ejemplo, metanol y dimetil éter) al evaporador instantáneo 2. En la realización de la figura, está prevista una conducción 30 que se une a la conducción 14. Si es necesario, la concentración de acetato de metilo en el evaporador instantáneo también puede ajustarse mezclando acetato de metilo y/o un componente que produce acetato de metilo a través de la conducción 30 con la mezcla de reacción desde el reactor 1.

La mezcla de catalizador líquida se descarga de manera continua de la parte de fondo de la columna. La mezcla de catalizador líquida descargada puede recircularse directamente al reactor 1. En la realización mostrada en la figura, se retira calor (se enfría) de la mezcla de catalizador líquida descargada en el intercambiador de calor 6 y entonces se recircula al reactor 1.

Por otra parte, el componente volátil o fracción de punto de ebullición menor (corriente de ácido acético) se retira de la parte de arriba de la columna o parte superior del aparato de evaporación instantánea 2 y se alimenta o se

introduce en la primera columna de destilación 3, y parte del componente volátil se introduce en el intercambiador de calor 7 en el que va a condensarse. El componente volátil enfriado mediante el intercambiador de calor 7 produce un componente líquido (que contiene ácido acético, metanol, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido propiónico, acetaldehído, etc.) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, etc.). El componente líquido resultante se recircula al reactor 1. El componente gaseoso resultante (gas residual) se alimenta al sistema de lavador químico 10, y si es necesario, se obtiene monóxido de carbono sin purificación del componente gaseoso o con purificación del mismo mediante el método de PSA (adsorción por cambio de presión) y se recircula al reactor 1. La fracción de punto de ebullición menor se retira del aparato de evaporación instantánea para introducirse en el intercambiador de calor, y parte del calor de reacción transferido desde la disolución de disolución de reacción al vapor instantáneo se enfría mediante el intercambiador de calor. Por consiguiente, el calor puede eliminarse eficazmente. Por tanto, puesto que la columna de destilación o el condensador subsiguiente puede reducirse en tamaño (o miniaturizarse) incluso para una planta de gran tamaño, puede producirse ácido acético con una alta pureza a un alto rendimiento en un equipo de ahorro de recursos y ahorro de energía. Además, el calor puede eliminarse sin instalar una unidad de enfriamiento de circulación externa en el reactor, lo que conduce a impedir la pérdida de monóxido de carbono y a la mejora de la eficacia de la reacción o a la reducción de costes del equipo.

Por otro lado, al hacer (mantener) que la temperatura y/o presión interna del aparato de evaporación instantánea 2 sean menores que las del reactor 1, puede inhibirse la generación adicional de subproductos o el deterioro de la actividad catalítica.

En la primera columna de destilación 3, habitualmente, el componente (o fracción) de punto de ebullición menor que contiene el componente de punto de ebullición menor (que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, etc.) se separa como producto de cabeza de la parte de arriba o parte superior de la columna y se alimenta al condensador 8, y una fracción de punto de ebullición mayor (un primer componente de punto de ebullición mayor) que contiene el componente de punto de ebullición mayor (por ejemplo, ácido propiónico, un catalizador arrastrado y yoduro de litio) se separa de la parte de fondo o parte inferior de la columna a través de una conducción de fondo 24 y se recircula al reactor 1.

El primer componente de punto de ebullición menor (fracción de punto de ebullición menor o producto de cabeza) retirado de la parte de arriba o parte superior de la primera columna de destilación 3 contiene ácido acético, etc., y se alimenta al condensador 8. La fracción de punto de ebullición menor retirada de la primera columna de destilación 3 puede condensarse mediante el condensador 8 para enfriar parte del calor de reacción transferido desde la disolución de reacción a la fracción de punto de ebullición menor a través del vapor instantáneo con el condensador 8, y por tanto puede eliminarse parte del calor de reacción. En el condensador 8, la fracción de punto de ebullición menor se condensa para separar un componente gaseoso que contiene principalmente monóxido de carbono, hidrógeno, etc., y un componente líquido que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, acetaldehído, etc. El componente gaseoso separado en el condensador 8 se alimenta al sistema de lavador químico 10, y si es necesario, se obtiene monóxido de carbono sin purificación del componente gaseoso o con purificación del mismo mediante el método de PSA (adsorción por cambio de presión) y el componente gaseoso se recircula al sistema de reacción (por ejemplo, al reactor 1) (no mostrado). El componente líquido separado en el condensador 8 puede recircularse a la primera columna de destilación 3 a través de la conducción 22a. Por otro lado, el componente líquido puede ser un sistema de disolución uniforme o de disolución separada (por ejemplo, una disolución bifásica). Por ejemplo, para el componente líquido que contiene una cantidad predeterminada de agua, el componente líquido puede separarse en dos fases compuestas por una fase acuosa (capa acuosa o fase de agua) y una fase oleosa (capa orgánica o fase orgánica), donde la fase acuosa contiene ácido acético, acetaldehído, etc., y la fase oleosa contiene yoduro de metilo, etc. Además, la fase oleosa puede recircularse al reactor 1 y/o la primera columna de destilación 3, y la fase acuosa (fase de agua) puede recircularse al reactor 1 y/o la primera columna de destilación 3.

Además, la primera fracción (o componente) de punto de ebullición mayor contiene el componente de punto de ebullición mayor, así como el componente de punto de ebullición menor que queda sin evaporarse, ácido acético, etc. Parte de la fracción de punto de ebullición mayor descargada a través de la conducción 24 puede recircularse al aparato de evaporación instantánea 2 a través de una conducción 24a, si es necesario.

Además, la primera corriente de líquido (corriente lateral, corriente de ácido acético) que contiene principalmente ácido acético se retira de la primera columna de destilación 3 y se alimenta o se introduce en la segunda columna de destilación 4. De la corriente de ácido acético (primera corriente de líquido) que se obtiene mediante corte lateral de la primera columna de destilación 3 y se alimenta a la segunda columna de destilación 4, se separa adicionalmente un componente de punto de ebullición menor (por ejemplo, agua) que queda en la corriente de ácido acético en la segunda columna de destilación 4, y se retira una corriente de ácido acético que tienen pureza superior (corriente de ácido acético purificado) como corriente lateral.

La primera corriente de líquido habitualmente contiene ácido acético, y además, componentes (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y yoduro de hidrógeno) que quedan sin separarse en la primera columna de destilación. Cuando la primera corriente de líquido que contiene estos componentes se somete a destilación, se condensa yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación. El yoduro de hidrógeno está contenido en el

5 primer componente líquido y también se produce mediante una reacción de yoduro de metilo con agua, y se condensa en la segunda columna de destilación. En particular, el yoduro de hidrógeno se mueve fácilmente junto con agua hacia la parte superior (o parte de arriba) de la segunda columna de destilación y se condensa. Además, la reacción de yoduro de metilo con agua tiende a producirse en la parte superior de la segunda columna de destilación.

10 Por tanto, en la segunda columna de destilación, la primera corriente de líquido se somete a destilación en presencia del componente alcalino (por ejemplo, un hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido de potasio). Es decir, el componente alcalino se añade a o se mezcla con el primer componente líquido a través de una conducción 40 y/o una conducción 41, y el objeto líquido que contiene el primer componente líquido y el componente alcalino se somete a destilación en la segunda columna de destilación. Específicamente, el componente alcalino se añade al primer componente líquido antes de que el primer componente líquido se alimente a la segunda columna de destilación a través de la conducción 40, que se une a la conducción 23, y/o el componente alcalino se añade al primer componente líquido en la segunda columna de destilación 4 de manera que el componente alcalino se alimenta en un nivel de altura (o un plato) superior o más alto que la conducción de alimentación 23. La adición del componente alcalino de esta manera permite la neutralización de yoduro de hidrógeno antes de que el yoduro de hidrógeno se mueva a la parte superior de la segunda columna de destilación, aun cuando se use un componente alcalino que se mueve fácilmente hacia la parte inferior de la columna de destilación. Por tanto, la condensación de yoduro de hidrógeno en toda la columna de destilación, incluyendo no sólo la parte inferior de la columna de destilación sino también la parte superior de la misma, puede inhibirse eficazmente.

20 Además, en la segunda columna de destilación, el primer componente líquido puede someterse a destilación en presencia del componente alcalino y al menos un componente (A) que tiene un punto de ebullición menor que el punto de ebullición del ácido acético y que se selecciona del grupo que consiste en un alcohol (por ejemplo, metanol), un éter (por ejemplo, dimetil éter) y un éster de acetato (por ejemplo, acetato de metilo). Por otro lado, el componente (A) puede estar contenido en el primer componente líquido o puede añadirse en la conducción 40 y/o la conducción 41. Con el fin de permitir que el componente (A) se encuentre a una concentración suficiente en el primer componente líquido, es preferible que el componente (A) se añada en la conducción 40 y/o la conducción 41. Tal como se describió anteriormente, el componente alcalino se mueve fácilmente hacia la parte inferior de la columna de destilación, y la reacción de yoduro de metilo con agua tiende a producirse en la parte superior de la columna de destilación. Por consiguiente, el componente alcalino que se encuentra en la parte superior de la columna de destilación a veces disminuye dependiendo de la posición de adición (o el nivel de altura). El componente (A) tiene un punto de ebullición bajo, se mueve fácilmente hacia la parte superior de la columna de destilación, y puede consumir yoduro de hidrógeno (o puede inhibir la producción de yoduro de hidrógeno) mediante la reacción, y la adición del componente (A) en combinación con el componente alcalino permite que se inhiba ciertamente de manera adicional la condensación de yoduro de hidrógeno en la parte superior de la columna de destilación.

40 En la segunda columna de destilación 4, se alimenta un segundo componente de punto de ebullición menor (fracción de punto de ebullición menor) que contiene el componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza desde la parte de arriba o parte superior de la columna al condensador (tanque de contención) 9, y se destila una segunda corriente de líquido (corriente lateral, corriente de ácido acético) rica en ácido acético mediante corte lateral. Si es necesario, la fracción de punto de ebullición menor descargada de la parte de arriba o parte superior de la columna puede recircularse a la segunda columna de destilación 4 y/o el sistema de reacción 1. Puede separarse el agua como componente de punto de ebullición menor en la segunda columna de destilación 4, o puede separarse principalmente en la primera columna de destilación 3 y separarse adicionalmente en la segunda columna de destilación 4 para purificación. Por otro lado, puede descargarse una fracción de punto de ebullición mayor (un segundo componente de punto de ebullición mayor) tal como un componente de punto de ebullición mayor (por ejemplo, ácido propiónico) de la parte de fondo o parte inferior de la columna, y si es necesario, puede recircularse al reactor 1 o puede desecharse del sistema (no mostrado). Además, la segunda corriente de líquido puede someterse adicionalmente a destilación para purificación.

50 La fracción de punto de ebullición menor retirada de la parte de arriba o parte superior de la segunda columna de destilación 4 contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, acetaldehído, etc., y se condensa mediante el condensador 9. Entonces, la fracción de punto de ebullición menor condensada en el condensador 9 puede recircularse al reactor 1 a través de la conducción 26 o puede recircularse a la segunda columna de destilación 4 a través de la conducción 27. Además, el gas separado en el condensador 9 puede alimentarse al lavador químico 10 a través de la conducción 13. Además, para el componente líquido que contiene una cantidad predeterminada de agua, de igual manera que antes, el componente líquido puede separarse para dar una fase acuosa y una fase oleosa, y estas fases pueden recircularse. La fracción de punto de ebullición menor retirada de la segunda columna de destilación 4 se condensa mediante el condensador 9 para enfriar parte del calor de reacción transferido desde la disolución de reacción a la fracción de punto de ebullición menor a través del vapor instantáneo con el condensador 9.

60 (Etapa de reacción)

En la etapa de reacción (etapa de reacción de carbonilación), se carbonila metanol con monóxido de carbono en

presencia del sistema de catalizador. Por otro lado, puede alimentarse metanol nuevo al sistema de reacción de manera directa o indirecta, o puede retirarse metanol y/o un derivado del mismo de diversas etapas de destilación y alimentarse al sistema de reacción.

5 El sistema de catalizador puede comprender habitualmente un catalizador de metal, un cocatalizador y un acelerador. Los ejemplos del catalizador de metal pueden incluir un catalizador de metal de transición, en particular, un catalizador de metal que contiene un metal del grupo 8 de la Tabla Periódica (por ejemplo, un catalizador de cobalto, un catalizador de rodio y un catalizador de iridio). El catalizador puede ser un metal como sustancia simple o puede usarse en forma de un óxido (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido, un haluro (por ejemplo, un cloruro, un bromuro y un yoduro), un carboxilato (por ejemplo, un acetato), una sal de un ácido inorgánico (por ejemplo, un sulfato, un nitrato y un fosfato), un complejo, etc. Estos catalizadores de metal pueden usarse solos o en combinación. El catalizador de metal preferido incluye un catalizador de rodio y un catalizador de iridio (particularmente, un catalizador de rodio).

15 Además, se prefiere usar el catalizador de metal en forma que puede disolverse en una disolución de reacción. Por otro lado, puesto que el rodio habitualmente existe como complejo en la disolución de reacción, la forma del catalizador de rodio no se limita particularmente a una específica siempre que el catalizador pueda cambiar a un complejo en la disolución de reacción, y que pueda usarse en diversas formas. Como catalizador de rodio de este tipo, se prefiere particularmente un complejo de yoduro de rodio [por ejemplo, RhI_3 , $[RhI_2(CO)_4]$ y $[Rh(CO)_2I_2]$], un complejo de carbonilo de rodio o similar. Además, el catalizador puede estabilizarse en la disolución de reacción mediante la adición de una sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro) y/o agua.

20 La concentración del catalizador de metal es, por ejemplo, de 10 a 5000 ppm (partiendo de una base en peso, lo mismo se aplica a continuación en el presente documento), preferiblemente de 100 a 4000 ppm, más preferiblemente de 200 a 3000 ppm, y particularmente de 300 a 2000 ppm (por ejemplo, de 500 a 1500 ppm) en toda la fase líquida en el reactor.

25 Como cocatalizador o acelerador contenido en el sistema de catalizador, se usa un yoduro iónico (una sal de yoduro). La sal de yoduro se añade con el fin de estabilizar el catalizador de rodio e inhibir reacciones secundarias, particularmente, con un contenido en agua bajo. La sal de yoduro no se limita particularmente a una específica siempre que la sal de yoduro produzca un ion yoduro en la disolución de reacción. La sal de yoduro puede incluir, por ejemplo, un haluro de metal [por ejemplo, un yoduro de metal tal como un yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio, yoduro de sodio, yoduro de potasio, yoduro de rubidio y yoduro de cesio), un yoduro de metal alcalinotérreo (por ejemplo, yoduro de berilio, yoduro de magnesio y yoduro de calcio), o un yoduro de metal del grupo 3B de la tabla periódica (por ejemplo, yoduro de boro y yoduro de aluminio)], un haluro orgánico [por ejemplo, un yoduro orgánico tal como una sal de fosfonio de un yoduro (un yoduro de fosfonio) (por ejemplo, una sal con tributilfosfina y trifetilfosfina) o una sal de amonio de un yoduro (una yoduro de amonio) (por ejemplo, una sal de amina terciaria, un compuesto de piridina, un compuesto de imidazol, un compuesto de imida o similar con un yoduro), un bromuro correspondiente al yoduro y un cloruro correspondiente al yoduro]. Por otro lado, el yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio) también funciona como estabilizador para el catalizador de carbonilación (por ejemplo, un catalizador de rodio). Estas sales de yoduro pueden usarse solas o en combinación. Entre estas sales de yoduro, se prefiere un yoduro de metal alcalino (tal como yoduro de litio).

40 En el reactor (mezcla de reacción líquida), la concentración del yoduro iónico es, por ejemplo, del 1 al 25% en peso, preferiblemente del 2 al 22% en peso, y más preferiblemente del 3 al 20% en peso en la fase líquida total (o mezcla de reacción líquida) en el reactor. Además, la concentración del ion yoduro en el reactor puede ser por ejemplo de 0,07 a 2,5 mol/litro y preferiblemente de 0,25 a 1,5 mol/litro.

45 Como acelerador contenido en el sistema de catalizador, se utiliza un yoduro de alquilo (por ejemplo, un yoduro de alquilo C_{1-4} tal como yoduro de metilo, yoduro de etilo o yoduro de propilo), particularmente yoduro de metilo. Por tanto, el acelerador puede contener al menos yoduro de metilo. Puesto que la reacción se promueve a concentraciones superiores del acelerador, puede seleccionarse de manera adecuada una concentración ventajosa económicamente considerando la recuperación del acelerador, el tamaño de planta de una etapa para hacer circular el acelerador recuperado al reactor, la cantidad de energía necesaria para la recuperación o circulación, etc. En el sistema de reacción, la concentración del yoduro de alquilo (particularmente yoduro de metilo) es, por ejemplo, del 1 al 25% en peso, preferiblemente del 5 al 20% en peso, y más preferiblemente del 6 al 16% en peso (por ejemplo, del 12 al 15% en peso) en toda la fase líquida en el reactor.

La reacción es una reacción continua, y la disolución de reacción puede contener habitualmente acetato de metilo. La proporción de acetato de metilo puede ser del 0,1 al 30% en peso, preferiblemente del 0,3 al 20% en peso, y más preferiblemente del 0,5 al 10% en peso (por ejemplo, del 0,5 al 6% en peso) en toda la disolución de reacción.

55 El monóxido de carbono que va a alimentarse al sistema de reacción puede usarse como gas puro o puede usarse como gas diluido con un gas inactivo (por ejemplo, nitrógeno, helio y dióxido de carbono). Además, el(los) componente(s) del gas de escape que contiene monóxido de carbono obtenidos de la(s) etapa(s) subsiguiente(s) puede(n) recircularse al sistema de reacción. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser, por ejemplo, de 2 a 30 atmósferas y preferiblemente de 4 a 15 atmósferas.

- 5 En la reacción de carbonilación, se forma (o se genera) hidrógeno mediante una reacción de desplazamiento entre monóxido de carbono y agua. Puede alimentarse hidrógeno al sistema de reacción. El hidrógeno puede alimentarse como un gas mixto con monóxido de carbono como material de partida al sistema de reacción. Además, el hidrógeno puede alimentarse al sistema de reacción recirculando el(los) componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono, etc.) de escape en la(s) etapa(s) de destilación subsiguiente(s) (columna de destilación), si es necesario tras purificar de manera adecuada el(los) componente(s) gaseoso(s). La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de 0,5 a 200 kPa, preferiblemente de 1 a 150 kPa y más preferiblemente de 5 a 100 kPa (por ejemplo, de 10 a 50 kPa) en lo que se refiere a presión absoluta.
- 10 La presión parcial de monóxido de carbono o la presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ajustarse, por ejemplo, ajustando de manera adecuada la cantidad del monóxido de carbono y el hidrógeno alimentados y/o recirculados al sistema de reacción, la cantidad de sustancias de partida (por ejemplo, metanol) alimentadas al sistema de reacción, la temperatura de reacción, la presión de reacción, etc.
- 15 En la reacción de carbonilación, la temperatura de reacción puede ser, por ejemplo, de 150 a 250°C, preferiblemente de 160 a 230°C y más preferiblemente de 180 a 220°C. Además, la presión de reacción (presión total del reactor) puede ser, por ejemplo, de 15 a 40 atmósferas.
- La reacción puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. El disolvente de reacción no se limita a uno específico siempre que la reactividad, o la eficacia de separación o purificación no disminuya, y puede usarse una variedad de disolventes. En casos habituales, puede utilizarse como disolvente de manera práctica ácido acético como producto.
- 20 La concentración de agua en el sistema de reacción no se limita a una específica, y puede ser una concentración baja. La concentración de agua en el sistema de reacción es, por ejemplo, de no más del 15% en peso (por ejemplo, del 0,1 al 12% en peso), preferiblemente no más del 10% en peso (por ejemplo, del 0,1 al 6% en peso), y más preferiblemente del 0,1 al 5% en peso y puede ser habitualmente del 1 al 15% en peso (por ejemplo, del 2 al 10% en peso) en toda la fase líquida del sistema de reacción. La solubilidad del monóxido de carbono en la disolución alimentada al aparato de evaporación instantánea se disminuye llevando a cabo la reacción a la vez que se mantiene una concentración especificada de cada componente [particularmente, una sal de yoduro (yoduro de litio) y agua] en el sistema de reacción, y puede reducirse la pérdida de monóxido de carbono.
- 25 En la reacción de carbonilación anterior, la producción de ácido acético va acompañada por la producción de un éster del ácido acético producido con metanol (acetato de metilo), agua generada con la reacción esterificación, adicionalmente acetaldehído, ácido propiónico, etc.
- 30 En el sistema de reacción, la generación de aldehídos puede reducirse o inhibirse retirando el aldehído en la corriente de recirculación de la(s) etapa(s) subsiguiente(s) (por ejemplo, columna de destilación), o modificando las condiciones de reacción, por ejemplo, reduciendo la proporción del cocatalizador tal como un yoduro de alquilo y/o la presión parcial de hidrógeno. Además, la generación de hidrógeno en el sistema de reacción puede reducirse o inhibirse ajustando la concentración de agua.
- 35 El rendimiento de espacio-tiempo del ácido acético objetivo en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de 5 mol/lh a 50 mol/lh, preferiblemente de 8 mol/lh a 40 mol/lh, y más preferiblemente de 10 mol/lh a 30 mol/lh.
- 40 El componente de vapor retirado de la parte de arriba del reactor a efectos de controlar la presión del reactor, etc. se enfría preferiblemente con un condensador, un intercambiador de calor u otros medios para retirar parte del calor de reacción. Es preferible que el componente de vapor enfriado se separe para dar un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, etc.) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, etc.), recirculándose el componente líquido al reactor e introduciéndose el componente gaseoso en el sistema de lavador químico.
- 45 Además, el sistema de reacción (o la mezcla de reacción) también puede contener metanol (metanol sin reaccionar). La concentración de metanol en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de no más del 1% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,8% en peso), preferiblemente no más del 0,5% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,3% en peso), más preferiblemente no más del 0,3% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,2% en peso), y habitualmente no más del límite de detección (menos del 0,1% en peso). Por otro lado, la concentración de acetato de metilo también depende de la concentración de metanol que existe en el sistema. Por tanto, la cantidad de metanol que va a alimentarse al sistema de reacción puede ajustarse en asociación con la concentración mencionada después de acetato de metilo
- 50 en el aparato de evaporación instantánea.
- (Etapa de destilación instantánea o etapa de separación de catalizador)
- 55 En la etapa de destilación instantánea (aparato de evaporación instantánea), de la mezcla de reacción alimentada desde la etapa de reacción o el reactor al aparato de evaporación instantánea (evaporador o evaporador instantáneo), se separa un componente poco volátil o mezcla de catalizador líquida (una fracción de punto de ebullición mayor) que contiene al menos un componente de catalizador de punto de ebullición mayor (un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de rodio y una sal de yoduro iónico) como líquido

(componente), y se separa un componente volátil o fase volátil (una fracción de punto de ebullición menor) que contiene ácido acético como vapor (componente).

En la etapa de destilación instantánea (etapa de evaporación instantánea), la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor (o corriente vaporizada) y el componente líquido (o corriente de líquido) con o sin calentamiento. Por ejemplo, en la evaporación instantánea adiabática, la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con presión reducida, y la evaporación instantánea termostática, la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido con calentamiento (y presión reducida). La mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido combinando estas condiciones de evaporación instantánea.

En la destilación instantánea, la temperatura de destilación (o la temperatura de reacción) puede ser por ejemplo de 100 a 260°C (por ejemplo, de 110 a 250°C), preferiblemente de 120 a 240°C (por ejemplo, de 140 a 230°C), más preferiblemente de 150 a 220°C (por ejemplo, de 160 a 210°C), y particularmente de 170 a 200°C. Además, en la destilación instantánea, la temperatura de la mezcla de catalizador líquida (o la temperatura de líquido de la mezcla de reacción) puede ser por ejemplo de 80 a 200°C (por ejemplo, de 90 a 180°C), preferiblemente de 100 a 170°C (por ejemplo, de 120 a 160°C), y más preferiblemente de 130 a 160°C. Además, en la destilación instantánea, la presión absoluta puede ser de 0,03 a 1 MPa (por ejemplo, de 0,05 a 1 MPa), preferiblemente de 0,07 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de 0,1 a 0,5 MPa (por ejemplo, de 0,15 a 0,4 MPa). Se produce fácilmente yoduro de hidrógeno (o la concentración de yoduro de hidrógeno tiende a aumentar) en tal condición de temperatura relativamente alta (y alta presión). Según la presente invención, sin embargo, incluso en tal condición, puede inhibirse eficazmente la producción o la concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo.

La separación (destilación instantánea) del componente de catalizador de metal puede llevarse a cabo habitualmente con el uso de una columna de destilación (un evaporador instantáneo). Además, el componente de catalizador de metal puede separarse mediante medios de destilación instantánea en combinación con un método de recogida de niebla o un método de recogida de sólidos que se usa ampliamente en aplicación industrial.

El material (o para la formación) del aparato de evaporación instantánea no se limita particularmente a uno específico y puede ser un metal, un material cerámico, un vidrio, etc. De manera práctica se usa un aparato de evaporación instantánea compuesta por metal. En particular, puede inhibirse significativamente la concentración de yoduro de hidrógeno en el interior del evaporador instantáneo, y también puede inhibirse la corrosión del evaporador instantáneo en un alto nivel. Por tanto, como evaporador instantáneo en la presente invención, puede usarse no sólo un evaporador instantáneo compuesto por un material caro que tiene una alta resistencia a la corrosión (tal como zirconio) sino también un evaporador instantáneo compuesto por un material relativamente económico que no tiene una resistencia a la corrosión muy alta, por ejemplo, un metal como sustancia simple (tal como titanio o aluminio) y una aleación [por ejemplo, una aleación basada en metal de transición tal como una aleación basada en hierro (o una aleación que contiene hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable (incluyendo un acero inoxidable que contiene cromo, níquel, molibdeno, etc.)), una aleación a base de níquel (o una aleación que contiene níquel como componente principal, por ejemplo, HASTELLOY (nombre comercial) e INCONEL (nombre comercial)), una aleación a base de cobalto (o una aleación que contiene cobalto como componente principal), o una aleación de titanio; y una aleación de aluminio].

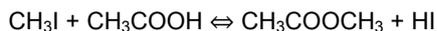
La etapa de separación de la mezcla de catalizador líquida puede componerse de una sola etapa, o puede componerse de una pluralidad de etapas en combinación. La mezcla de catalizador líquida o componente de catalizador de punto de ebullición mayor (componente de catalizador de metal) separada mediante etapa(s) de este tipo puede recircularse habitualmente al sistema de reacción, tal como se muestra en la realización de la figura. Además, la mezcla de catalizador líquida puede enfriarse (o eliminarse el calor) mediante el intercambiador de calor y recircularse al reactor, tal como se muestra en el ejemplo de la figura. El enfriamiento puede mejorar la eficacia de eliminación de calor de todo el sistema.

La mezcla de catalizador líquida separada (o componente poco volátil o fracción de punto de ebullición mayor) contiene el catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), el yoduro iónico (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino tal como yoduro de litio), y además, componentes que quedan sin evaporarse (por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno).

En la destilación instantánea (o evaporador instantáneo), la razón (razón en peso) del componente volátil que va a separarse en relación con la mezcla de catalizador líquida (o componente poco volátil) puede ser de 10/90 a 50/50, preferiblemente de 15/85 a 40/60, y más preferiblemente de 20/80 a 35/65 como razón del primero/el segundo.

Según la presente invención, entre los componentes en la mezcla de catalizador líquida, puede ajustarse (o regularse) la concentración de acetato de metilo. El ajuste de la concentración permite que se inhiba eficazmente la producción o la concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo en un amplio intervalo de condiciones de destilación instantánea. Están implicados múltiples factores en el motivo por el cual se impide el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno ajustando la concentración de acetato de metilo, y uno de los factores incluye el consumo de yoduro de hidrógeno mediante la siguiente reacción de equilibrio.

ES 2 595 628 T3



La concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede seleccionarse del intervalo de no menos del 0,05% en peso (por ejemplo, del 0,1 al 20% en peso), y puede ser por ejemplo de no menos del 0,2% en peso (por ejemplo, del 0,3 al 15% en peso), preferiblemente no menos del 0,5% en peso (por ejemplo, del 0,6 al 10% en peso), y habitualmente del 0,8 al 5% en peso (por ejemplo, del 1 al 4% en peso). En particular, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no menos del 0,6% en peso (por ejemplo, del 0,6 al 20% en peso), preferiblemente no menos del 0,7% en peso (por ejemplo, del 0,7 al 15% en peso), más preferiblemente no menos del 0,8% en peso (por ejemplo, del 0,8 al 10% en peso), y habitualmente del 0,7 al 5% en peso (por ejemplo, del 0,7 al 3% en peso, preferiblemente del 0,8 al 2% en peso, y más preferiblemente del 0,9 al 1,5% en peso). La concentración de acetato de metilo se ajusta al intervalo, de modo que puede inhibirse adicionalmente de manera eficaz la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno.

La concentración de agua en la mezcla de catalizador líquida puede seleccionarse, por ejemplo, del intervalo de no más del 15% en peso (por ejemplo, del 0,1 al 12% en peso), y puede ser, por ejemplo, de no más del 10% en peso (por ejemplo, del 0,5 al 10% en peso), preferiblemente no más del 8% en peso (por ejemplo, del 0,8 al 8% en peso), y más preferiblemente no más del 5% en peso (por ejemplo, del 1 al 4% en peso).

Además, la concentración de ácido acético en la mezcla de catalizador líquida puede ser, por ejemplo, de no menos del 30% en peso (por ejemplo, del 35 al 95% en peso), preferiblemente no menos del 40% en peso (por ejemplo, del 45 al 90% en peso), y más preferiblemente no menos del 50% en peso (por ejemplo, del 50 al 85% en peso) y puede ser habitualmente del 60 al 90% en peso (por ejemplo, del 70 al 90% en peso, y preferiblemente del 75 al 85% en peso).

Además, la concentración de yoduro de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede seleccionarse del intervalo de no más del 10% en peso (por ejemplo, del 0,001 al 8% en peso), y puede ser, por ejemplo, de no más del 7% en peso (por ejemplo, del 0,005 al 6% en peso), preferiblemente no más del 5% en peso (por ejemplo, del 0,01 al 4% en peso), más preferiblemente no más del 3% en peso (por ejemplo, del 0,05 al 2,5% en peso), particularmente no más del 2% en peso (por ejemplo, del 0,1 al 1,8% en peso) y puede ser habitualmente del 0,1 al 3% en peso (por ejemplo, del 0,3 al 2,5% en peso, preferiblemente del 0,5 al 2% en peso, y más preferiblemente del 1 al 1,5% en peso).

Además, la concentración del yoduro iónico en la mezcla de catalizador líquida puede ser, por ejemplo, de no más del 60% en peso (por ejemplo, del 1 al 55% en peso), preferiblemente no más del 50% en peso (por ejemplo, del 2 al 45% en peso), más preferiblemente no más del 40% en peso (por ejemplo, del 3 al 37% en peso), y particularmente no más del 36% en peso (por ejemplo, del 5 al 35% en peso). También están implicados múltiples factores en el motivo por el cual se impide el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno ajustando la concentración del yoduro iónico, y uno de los factores incluye el consumo de yoduro de hidrógeno mediante la siguiente reacción de equilibrio. Por otro lado, la misma reacción de equilibrio también se aplica a yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción.



[En la fórmula, M representa un residuo de un yoduro iónico (o grupo catiónico, por ejemplo, un metal alcalino tal como litio)]

Por otro lado, la concentración del catalizador de metal en la mezcla de catalizador líquida puede ser, por ejemplo, de no menos de 100 ppm (por ejemplo, de 150 a 10000 ppm), preferiblemente no menos de 200 ppm (por ejemplo, de 250 a 5000 ppm), y más preferiblemente no menos de 300 ppm (por ejemplo, de 350 a 3000 ppm) partiendo de una base en peso.

Además, la concentración de metanol en la mezcla de catalizador líquida puede ser, por ejemplo, de no más del 1% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,8% en peso), preferiblemente no más del 0,5% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,3% en peso), y más preferiblemente no más del 0,3% en peso (por ejemplo, del 0 al 0,2% en peso). Tal como se describe más adelante, cuando la concentración de metanol es mayor, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida se aumenta de manera fácil y eficaz.

Por ejemplo, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede aumentarse eficazmente aumentando la concentración de metanol en la mezcla de reacción (o mezcla de catalizador líquida). Es decir, tal como se representa mediante la siguiente fórmula, se permite que reaccione metanol con ácido acético para producir acetato de metilo (reacción de equilibrio). Por tanto, la reacción de producción de acetato de metilo se produce fácilmente cuando aumenta la concentración de metanol. Como resultado, puede aumentarse la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida. Por otro lado, también se aplica la misma reacción de equilibrio al yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción.



En el intervalo en que se garantiza suficientemente la eficacia de producción de ácido acético, puede aumentarse la

concentración de metanol aumentando la concentración de metanol que va a alimentarse en la reacción o disminuyendo la velocidad de reacción para inhibir el consumo de metanol. La velocidad de reacción puede ajustarse seleccionando de manera adecuada la temperatura de reacción, la concentración del catalizador (por ejemplo, la concentración de yoduro de metilo y la concentración del catalizador de metal), la concentración de monóxido de carbono (o presión parcial de monóxido de carbono), etc. La concentración de metanol puede ajustarse añadiendo metanol directamente, tal como se describe más adelante.

Además, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede ajustarse añadiendo acetato de metilo y/o un componente para producir acetato de metilo (por ejemplo, metanol y dimetil éter). Por otro lado, tal como se describió anteriormente, se permite que reaccione metanol con ácido acético para producir acetato de metilo; y se permite que reaccione dimetil éter con yoduro de hidrógeno, etc., para dar metanol, que se permite que reaccione con ácido acético para producir acetato de metilo. Si es necesario, puede añadirse o mezclarse un componente para aumentar o disminuir la concentración de cada componente en forma de una mezcla que contiene un disolvente.

Cuando se añade el componente de aumento o disminución a la mezcla de reacción, la posición (o momento) de adición no se limita particularmente a una específica siempre que el componente de aumento o disminución se añada antes de que la mezcla de reacción se alimente al evaporador instantáneo. El componente de aumento o disminución puede alimentarse al reactor. En lo que se refiere a la eficacia del procedimiento, el componente de aumento o disminución puede alimentarse a la mezcla de reacción una vez que la mezcla de reacción se descarga del reactor y antes de que la mezcla de reacción se alimente al evaporador instantáneo (por ejemplo, tal como se muestra en la figura, el componente de aumento o disminución puede alimentarse a una conducción para alimentar el evaporador instantáneo con la mezcla de reacción descargada del reactor).

Además, cuando el componente de aumento o disminución se añade al evaporador instantáneo (o el componente de aumento o disminución se mezcla con la mezcla de reacción en el evaporador instantáneo), la posición (nivel de altura) de adición no se limita particularmente a una específica. El componente de aumento o disminución puede añadirse o bien a la parte de fase líquida o bien a la parte de fase gaseosa en el evaporador instantáneo, o a ambas. El componente de aumento o disminución puede añadirse a la disolución de proceso que va a recircularse desde la(s) etapa(s) subsiguiente(s) al evaporador instantáneo.

El componente volátil (corriente de ácido acético) separado en el aparato de evaporación instantánea contiene ácido acético producto, además, yoduro de metilo, un éster del ácido acético producto con metanol (por ejemplo, acetato de metilo), agua, una cantidad muy pequeña de subproducto(s) (por ejemplo, acetaldehído y ácido propiónico), etc. El componente volátil puede destilarse en la primera columna de destilación y la segunda columna de destilación para producir ácido acético purificado.

Tal como se describió anteriormente, puede inhibirse la producción o la concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en el aparato de evaporación instantánea. Por tanto, la concentración de yoduro de hidrógeno en el componente volátil puede regularse, por ejemplo, a no más del 1% en peso (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 8000 ppm), preferiblemente no más de 5000 ppm (por ejemplo, del 1 al 4000% en peso), y más preferiblemente no más de 3000 ppm (por ejemplo, del 10 al 2000% en peso). Además, la concentración de yoduro de hidrógeno en la mezcla de catalizador líquida puede regularse, por ejemplo, a no más del 1% en peso (por ejemplo, de 0 a 8000 ppm), preferiblemente no más de 5000 ppm (por ejemplo, de 1 a 4000 ppm), y más preferiblemente no más de 3000 ppm (por ejemplo, de 10 a 2000 ppm).

La concentración de yoduro de hidrógeno puede medirse directamente o puede medirse (o calcularse) indirectamente. Por ejemplo, la concentración del ion yoduro derivado de la sal de yoduro [por ejemplo, un yoduro derivado del cocatalizador tal como Lil, y un yoduro de metal (por ejemplo, un yoduro de un metal corroído (tal como Fe, Ni, Cr, Mo o Zn) producido en el procedimiento de la producción de ácido acético)] puede restarse de la concentración total de iones yoduro (I⁻) para determinar (o calcular) la concentración de yoduro de hidrógeno.

Parte del componente volátil separado (corriente de ácido acético) puede introducirse en un condensador o un intercambiador de calor para enfriar o eliminar calor, tal como la realización ilustrada en la figura. Puesto que el calor de reacción transferido desde la disolución de reacción al vapor instantáneo puede enfriarse parcialmente mediante la eliminación de calor, puede mejorarse la eficacia de eliminación de calor, y puede producirse ácido acético con una alta pureza sin instalar una unidad de enfriamiento de circulación externa en el reactor. Además, el componente volátil enfriado puede recircularse al sistema de reacción, tal como la realización ilustrada en la figura. Por otra parte, el componente gaseoso en el componente volátil enfriado puede introducirse en el sistema de lavador químico.

(Etapa de recogida de ácido acético)

En la etapa de recogida de ácido acético (etapa de destilación), se alimenta el componente volátil a la primera columna de destilación, se separa un componente de punto de ebullición menor (una fracción de punto de ebullición menor que contiene yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, subproducto acetaldehído, etc.) como producto de cabeza (componente volátil o componente vaporizado) del componente volátil mediante destilación (primera destilación), y se recoge una corriente que contiene principalmente ácido acético como componente líquido

(primer componente líquido). El componente volátil que va a someterse a la primera destilación puede ser la propia mezcla de reacción obtenida a partir del reactor, y habitualmente es un componente volátil obtenido sometiendo la mezcla de reacción a destilación instantánea adicional y separando la mezcla de catalizador líquida.

5 Es decir, el componente volátil separado se alimenta a la primera columna de destilación (columna de separación) y se separa para dar una fracción de punto de ebullición menor (producto de cabeza) que contiene un componente de punto de ebullición menor y una corriente que contiene ácido acético (corriente de ácido acético) mediante destilación.

10 Todos los componentes volátiles pueden alimentarse a la primera columna de destilación, o tal como se describió anteriormente, parte del componente volátil puede introducirse en el intercambiador de calor y la corriente restante (residual) puede alimentarse a la primera columna de destilación. En la primera columna de destilación, se separa el componente de punto de ebullición menor (fracción de punto de ebullición menor) que contiene al menos parte del componente de punto de ebullición menor (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y yoduro de hidrógeno), y se descarga la fracción de punto de ebullición menor que contiene ácido acético como corriente de líquido. Por otro lado, en la primera columna de destilación, tal como se describe en la realización de la figura, 15 pueden separarse cada uno de los componentes de punto de ebullición menor y el primer componente de punto de ebullición mayor (fracción de punto de ebullición mayor, fracción de fondo) que contiene, al menos, parte del componente de punto de ebullición mayor (tal como ácido propiónico o agua). Además, en la realización de la figura 1, se retira la primera corriente de líquido (o se extrae o se recoge) como corriente lateral mediante corte lateral. La primera corriente de líquido puede extraerse de la parte de fondo de la columna o puede retirarse (o recogerse) junto 20 con la fracción de punto de ebullición mayor.

25 Tal como se describió anteriormente, la corriente de ácido acético alimentada a la primera columna de destilación no se limita a una corriente de ácido acético obtenida retirando el componente de catalizador de rodio de la mezcla de reacción del sistema de reacción. La corriente de ácido acético puede contener, al menos, ácido acético, el componente de punto de ebullición menor, el componente de punto de ebullición mayor, etc. (por ejemplo, puede contener ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno); o puede ser simplemente una mezcla de estos componentes.

30 Como primera columna de destilación puede usarse, por ejemplo, una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno. El material de (o que forma) la primera columna de destilación puede incluir el mismo material que el del aparato de evaporación instantánea. Como primera columna de destilación puede usarse una columna de destilación compuesta por el mismo material, que es un material relativamente económico (por ejemplo, una aleación), que el del evaporador instantáneo.

35 La temperatura y la presión de destilación en la primera columna de destilación pueden seleccionarse de manera adecuada dependiendo de condiciones tales como la especie de la columna de destilación, o del objeto (objetivo) principal que va a retirarse seleccionado del componente de punto de ebullición menor y el componente de punto de ebullición mayor. Por ejemplo, para la columna de platos, la presión interna de la columna (habitualmente, la presión de la parte de arriba de la columna) puede ser de 0,01 a 1 MPa, preferiblemente de 0,01 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de 0,05 a 0,5 MPa en lo que se refiere a la presión manométrica.

40 Además, en la primera columna de destilación, la temperatura interna de la columna (habitualmente, la temperatura de la parte de arriba de la columna) puede ajustarse ajustando la presión interna de la columna, y puede ser, por ejemplo, de 20 a 180°C, preferiblemente de 50 a 150°C, y más preferiblemente de 100 a 140°C.

45 Además, para la columna de platos, el número de platos teóricos no se limita particularmente a uno específico, y, dependiendo de la especie del componente que va a separarse, es de 5 a 50, preferiblemente de 7 a 35, y más preferiblemente de 8 a 30. Además, con el fin de separar acetaldehído de manera elevada (o con alta precisión) en la primera columna de destilación, el número de platos teóricos puede ser de 10 a 80, preferiblemente de 12 a 60 y más preferiblemente de 15 a 40.

50 En la primera columna de destilación, la razón de reflujo puede seleccionarse, por ejemplo, de 0,5 a 3.000, y preferiblemente de 0,8 a 2.000 dependiendo del número de platos teóricos mencionado anteriormente, o puede reducirse aumentando el número de platos teóricos. Por otro lado, en la primera columna de destilación, la destilación puede llevarse a cabo sin reflujo.

55 Puesto que la fracción de punto de ebullición menor (componente de punto de ebullición menor) separada de la primera columna de destilación contiene un componente útil (por ejemplo, yoduro de metilo y acetato de metilo), la fracción de punto de ebullición menor puede recircularse directamente al sistema de reacción (o reactor) y/o la primera columna de destilación, o puede licuarse eliminando calor de parte del calor de reacción en el sistema de reacción (por ejemplo, el reactor) usando un condensador, un intercambiador de calor u otros medios y entonces recircularse al reactor y/o la primera columna de destilación. Por ejemplo, la fracción de punto de ebullición menor retirada de la primera columna de destilación no se recircula necesariamente a la primera columna de destilación tras la condensación por el condensador como la realización de la figura 1. La fracción de punto de ebullición menor

5 retirada puede recircularse directamente, o puede enfriarse simplemente para retirar un componente de gas de descarga (por ejemplo, monóxido de carbono e hidrógeno) y entonces puede recircularse el componente líquido restante (residual). Además, entre los componentes de punto de ebullición menor en la fracción de punto de ebullición menor, el acetaldehído deteriora la calidad del ácido acético como producto final. Por tanto, si es necesario, tras retirar el acetaldehído (por ejemplo, tras retirar el acetaldehído sometiendo la fracción que contiene las impurezas de punto de ebullición inferior a la etapa de separación de acetaldehído mencionada a continuación (columna de separación de acetaldehído)), puede(n) recircularse el(los) componente(s) restante(s) al sistema de reacción y/o a la primera columna de destilación. Por otro lado, el componente de gas de descarga puede introducirse en el sistema de lavador químico.

10 La fracción de punto de ebullición mayor (fracción de fondo) separada en la primera columna de destilación contiene agua, ácido acético, un catalizador de rodio arrastrado, yoduro de litio, además, ácido acético que queda sin evaporarse, las impurezas de punto de ebullición menor, etc. Por tanto, si es necesario, la fracción de punto de ebullición mayor puede recircularse al sistema de reacción (reactor) y/o el aparato de evaporación instantánea. Por otro lado, antes de recircularse, puede retirarse el ácido propiónico, que deteriora la calidad del ácido acético como producto final.

(Etapas de purificación de ácido acético)

20 En la etapa de purificación de ácido acético, se retiran yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición menor y un componente de punto de ebullición mayor, cada uno de los cuales queda sin separarse en la primera columna de destilación, de la primera corriente de líquido mediante destilación con alta precisión adicional, y se recoge el ácido acético purificado. Es decir, en la etapa de purificación de ácido acético, se alimenta la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación, y se separa adicionalmente el segundo componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza, y se recoge la segunda corriente de líquido que contiene ácido acético.

25 La primera corriente de líquido separada o recogida en la primera columna de destilación y alimentada a la segunda columna de destilación es una composición líquida que contiene principalmente ácido acético. La primera corriente de líquido contiene otros componentes (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y yoduro de hidrógeno) además de ácido acético. En la primera corriente de líquido, las concentraciones de estos otros componentes pueden seleccionarse dependiendo del ajuste o falta de ajuste de la concentración de cada componente en el evaporador instantáneo, las condiciones de destilación en la primera columna de destilación, etc.

30 Por ejemplo, la concentración de yoduro de metilo en la primera corriente de líquido puede ser del 0 al 10% en peso (por ejemplo, de 10 ppm al 8% en peso), preferiblemente del 0,1 al 8% en peso, más preferiblemente del 0,2 al 7% en peso, y particularmente del 0,3 al 6% en peso (por ejemplo, del 0,5 al 5% en peso, preferiblemente del 0,7 al 4% en peso, y más preferiblemente del 1 al 3% en peso) y puede ser habitualmente de no más del 4% en peso (por ejemplo, del 0 al 4% en peso, preferiblemente de 10 ppm al 3,5% en peso, más preferiblemente del 1 al 3,3% en peso, y particularmente del 1,5 al 3,2% en peso).

Por otro lado, cuando la concentración de yoduro de metilo es baja, puede inhibirse la condensación de yoduro de hidrógeno derivada de yoduro de metilo en la parte superior de la segunda columna de destilación. Además, según la presente invención, aun cuando la concentración de yoduro de metilo sea alta, puede inhibirse la condensación de yoduro de hidrógeno en toda la segunda columna de destilación.

40 Además, la concentración de acetato de metilo en la primera corriente de líquido puede ser del 0 al 10% en peso, preferiblemente del 0,1 al 8% en peso, y más preferiblemente del 0,2 al 7% en peso y puede ser habitualmente del 0,2 al 6% en peso [por ejemplo, del 0,3 al 5% en peso, preferiblemente del 0,4 al 4% en peso, más preferiblemente del 0,5 al 3% en peso, particularmente del 0,7 al 2,5% en peso (por ejemplo, del 1 al 2% en peso)].

45 Por otro lado, cuando la concentración de acetato de metilo es alta, se inhibe fácilmente de manera adicional la condensación de yoduro de hidrógeno en la parte superior de la segunda columna de destilación debido probablemente al consumo de yoduro de hidrógeno mediante la reacción de yoduro de hidrógeno con acetato de metilo. Además, según la presente invención, aun cuando la concentración de acetato de metilo sea baja, la condensación de yoduro de hidrógeno puede inhibirse en toda la segunda columna de destilación. La concentración de acetato de metilo puede aumentarse eficazmente ajustando la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida en la destilación instantánea, tal como se describió anteriormente. La concentración de acetato de metilo en la primera corriente de líquido puede aumentarse añadiendo acetato de metilo a la primera columna de destilación.

55 Además, la concentración de agua en la primera corriente de líquido puede ser del 0,1 al 25% en peso, preferiblemente del 0,2 al 20% en peso, más preferiblemente del 0,3 al 15% en peso, y particularmente del 0,5 al 12% en peso (por ejemplo, del 0,7 al 10% en peso y preferiblemente del 1 al 8% en peso) y puede ser habitualmente de menos del 5% en peso [por ejemplo, no más del 4% en peso, por ejemplo, del 0,1 al 4% en peso, preferiblemente del 0,3 al 3,5% en peso, más preferiblemente no más del 3% en peso (por ejemplo, del 0,5 al 3% en peso), y particularmente del 1 al 2,5% en peso (por ejemplo, del 1 al 2% en peso)].

Por otro lado, cuando la concentración de agua es baja, puede inhibirse fácilmente de manera adicional la condensación de yoduro de hidrógeno en la parte superior de la segunda columna de destilación. En particular, cuando la concentración de agua en la primera corriente de líquido (u objeto líquido) y la de agua en la columna son inferiores, disminuye la velocidad de corrosión de la segunda columna de destilación. La velocidad de corrosión puede disminuir significativamente a una concentración de agua de menos del 5% en peso, particularmente menos del 3% en peso. Por tanto, la combinación de la concentración de agua con la manera de adición mencionada a continuación del componente alcalino puede inhibir eficazmente de manera adicional la condensación de yoduro de hidrógeno en la segunda destilación y la corrosión de la segunda columna de destilación. Además, según la presente invención, aun cuando la concentración de agua sea alta, puede inhibirse la condensación de yoduro de hidrógeno en toda la segunda columna de destilación. Por otro lado, tal como se describe en la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2009-501129, la adición de agua a la primera columna de destilación en ocasiones aumenta la concentración de agua en la primera corriente de líquido.

La concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido puede ser, por ejemplo, de no más de 2000 ppm (por ejemplo, de 0 a 1800 ppm), preferiblemente no más de 1500 ppm (por ejemplo, de 1 a 1200 ppm), más preferiblemente no más de 1000 ppm (por ejemplo, de 2 a 900 ppm), y habitualmente no más de 800 ppm (por ejemplo, de 3 a 700 ppm) partiendo de una base en peso. Para una concentración relativamente baja, la concentración de yoduro de hidrógeno en el primer componente líquido puede ser de no más de 500 ppm (por ejemplo, de 0 a 300 ppm), preferiblemente no más de 100 ppm (por ejemplo, de 0,1 a 50 ppm), más preferiblemente no más de 30 ppm (por ejemplo, de 0,3 a 25 ppm), y habitualmente de 1 a 30 ppm (por ejemplo, de 2 a 25 ppm) partiendo de una base en peso. Si es necesario, la concentración de yoduro de hidrógeno en el primer componente líquido puede disminuirse usando el método descrito en la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2009-501129 u otros métodos.

Por otro lado, la concentración de ácido acético en la primera corriente de líquido puede ser, por ejemplo, de no menos del 50% en peso (por ejemplo, del 55 al 99,5% en peso), preferiblemente no menos del 60 en peso (por ejemplo, del 65 al 99% en peso), más preferiblemente no menos del 70% en peso (por ejemplo, del 75 al 98,5% en peso), y particularmente no menos del 80% en peso (por ejemplo, del 85 al 98% en peso) y habitualmente del 80 al 99,5% en peso (por ejemplo, del 85 al 99% en peso, preferiblemente del 90 al 98% en peso, y más preferiblemente del 92 al 97% en peso).

De esta manera, la primera corriente de líquido contiene yoduro de hidrógeno o un componente que produce yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación. Cuando la primera corriente de líquido se somete directamente a la segunda destilación, se condensa yoduro de hidrógeno a través de reacciones continuas en la segunda columna de destilación (en particular, la parte superior o parte de fase gaseosa de la columna de destilación). Por tanto, según la presente invención, el componente alcalino se añade (o se fija o se mezcla) a la primera corriente de líquido de las siguientes maneras o realizaciones (1) y/o (2), y el objeto líquido que contiene la primera corriente de líquido y el componente alcalino se somete a destilación en la segunda columna de destilación:

(1) el componente alcalino se añade a o se mezcla con la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación,

(2) en la segunda columna de destilación, el componente alcalino se añade o se mezcla en el mismo nivel de altura (o misma posición o mismo plato) que el nivel de altura (o posición o plato) en el que se alimenta la primera corriente de líquido o en un nivel de altura o posición superior (o más alta) que el nivel de altura (o posición) en el que se alimenta la primera corriente de líquido.

En la manera (1), basta que la posición de mezclado (posición de adición) del componente alcalino a la primera corriente de líquido esté situada previamente a la alimentación a la segunda columna de destilación (antes de la alimentación a la segunda columna de destilación). Por ejemplo, el componente alcalino puede alimentarse a una conducción para alimentar el primer componente líquido desde la primera columna de destilación a la segunda columna de destilación. Por otro lado, el componente alcalino habitualmente se alimenta después de que la primera corriente de líquido se descargue de la primera columna de destilación.

Por otro lado, en la manera (1), el tiempo desde cuando se mezclan el primer componente líquido y el componente alcalino hasta cuando se alimenta la mezcla a la segunda columna de destilación (tiempo de retención, tiempo de contacto) puede ser de no más de 5 minutos (por ejemplo, de 1 segundo a 4 minutos), preferiblemente no más de 4 minutos (por ejemplo, de 3 segundos a 3 minutos), más preferiblemente no más del 3 minutos (por ejemplo, de 5 segundos a 2 minutos). Cuando el tiempo de retención es demasiado largo, el componente alcalino se consume por el yoduro de metilo en la primera corriente de líquido, de modo que en ocasiones disminuye la neutralización selectiva del yoduro de hidrógeno.

Además, en la manera (2), basta que el componente alcalino se añada en la misma posición que una posición en la que se alimenta la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación o en una posición superior que la posición en la que se alimenta la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación. Cuando la posición de adición del componente alcalino es superior que la posición de adición de la primera corriente de líquido, por ejemplo, en la segunda columna de destilación, el plato al que se añade el componente alcalino puede ser el

primer plato o más alto (por ejemplo, el plato del primero al 30°, preferiblemente el plato del primero al 20°, y más preferiblemente el plato del primero al 10° plato) por encima del plato al que se alimenta la primera corriente de líquido. Por otro lado, la posición de adición de la primera corriente de líquido está situada habitualmente en una posición superior o más alta que la posición para recoger la segunda corriente de líquido (por ejemplo, mediante corte lateral).

La temperatura de contacto del primer componente líquido y el componente alcalino [la temperatura (temperatura de líquido) del objeto líquido que contiene el primer componente líquido y el componente alcalino] puede ser por ejemplo de 50 a 190°C, preferiblemente de 70 a 180°C (por ejemplo, de 90 a 175°C), y más preferiblemente de 100 a 170°C. En particular, el intervalo anterior de la temperatura de líquido se combina con la manera (1) para lograr el avance eficaz de la neutralización de yoduro de hidrógeno (HI) y el componente alcalino a la vez que se inhibe el consumo del componente alcalino mediante yoduro de metilo en la primera corriente de líquido.

El componente alcalino puede incluir un hidróxido de metal [por ejemplo, un hidróxido de metal alcalino (por ejemplo, hidróxido de litio, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio), un hidróxido de metal alcalinotérreo (por ejemplo, hidróxido de calcio) e hidróxidos metales del grupo 3 a 12 de la tabla periódica (por ejemplo, hidróxido de hierro (II), hidróxido de zinc e hidróxido de cobre (II))], un óxido de metal [por ejemplo, un óxido de metal correspondiente al hidróxido de metal, tal como un óxido de metal alcalino (por ejemplo, óxido de sodio)], una sal de un ácido orgánico (por ejemplo, una sal de metal de un ácido débil, tal como un carbonato de metal alcalino o un bicarbonato de metal alcalino (hidrogenocarbonato)), una sal de un ácido orgánico [por ejemplo, una sal de acetato tal como una sal de metal de ácido acético (por ejemplo, un acetato de metal alcalino tal como acetato de litio, acetato de potasio, o acetato de sodio; un acetato de metal alcalinotérreo tal como acetato de calcio; o una sal de ácido acético con uno cualquiera de los metales del grupo 3 a 12 de la tabla periódica, tal como acetato de hierro (II), acetato de zinc o acetato de cobre (II))], una amina, amoniaco, etc. Los componentes alcalinos pueden usarse solos o en combinación.

Entre ellos, el componente alcalino preferido incluye un hidróxido de metal alcalino, un hidróxido de metal alcalinotérreo, una sal de acetato (por ejemplo, una sal de acetato de metal alcalino, una sal de acetato de metal alcalinotérreo), particularmente un hidróxido de metal alcalino.

La cantidad que ha de añadirse del componente alcalino puede seleccionarse de manera adecuada dependiendo de la composición de líquido (de formulación) de la primera corriente de líquido. Por ejemplo, la concentración del componente alcalino en el objeto líquido (o la proporción del componente alcalino en la cantidad total de la primera corriente de líquido y el componente alcalino) puede seleccionarse del intervalo de no más de 100000 ppm (por ejemplo, de 1 a 70000 ppm) partiendo de una base en peso, y el componente alcalino puede añadirse a la primera corriente de líquido de modo que la concentración del componente alcalino puede ser de no más de 50000 ppm (por ejemplo, de 3 a 30000 ppm), preferiblemente no más de 20000 ppm (por ejemplo, de 5 a 15000 ppm), y más preferiblemente no más de 10000 ppm (por ejemplo, de 10 a 7000 ppm). En particular, el componente alcalino puede añadirse a la primera corriente de líquido de modo que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido puede ser de no más de 5000 ppm (por ejemplo, de 1 a 3000 ppm), preferiblemente no más de 2000 ppm (por ejemplo, de 5 a 1500 ppm), y más preferiblemente no más de 1000 ppm (por ejemplo, de 10 a 900 ppm) partiendo de una base en peso o de modo que la concentración del componente alcalino puede ser de no más de 800 ppm [por ejemplo, de 5 a 750 ppm, preferiblemente no más de 500 ppm (por ejemplo, de 10 a 400 ppm)], habitualmente de 10 a 1500 ppm (por ejemplo, preferiblemente de 20 a 1200 ppm, más preferiblemente de 30 a 1000 ppm, y particularmente de 40 a 800 ppm) partiendo de una base en peso.

Además, la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido (o el objeto líquido que va a tratarse) puede seleccionarse del intervalo de no menos de 1 equivalente molar y puede ser, por ejemplo, de 1 a 2000 equivalentes molares (por ejemplo, de 1,5 a 1500 equivalentes molares), preferiblemente de 2 a 1000 equivalentes molares (por ejemplo, de 2,5 a 800 equivalentes molares), más preferiblemente de 3 a 600 equivalentes molares (por ejemplo, de 5 a 500 equivalentes molares), y particularmente de 10 a 300 equivalentes molares. En particular, la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido (o el objeto líquido que va a tratarse) puede ser de no más de 200 equivalentes molares (por ejemplo, de 1 a 150 equivalentes molares), preferiblemente no más de 100 equivalentes molares (por ejemplo, de 1,5 a 90 equivalentes molares), más preferiblemente no más de 85 equivalentes molares (por ejemplo, de 2 a 83 equivalentes molares), y particularmente no más de 80 equivalentes molares (por ejemplo, de 3 a 78 equivalentes molares) y puede ser habitualmente de 1 a 85 equivalentes molares (por ejemplo, de 1 a 82 equivalentes molares, preferiblemente de 3 a 80 equivalentes molares, y más preferiblemente de 5 a 78 equivalentes molares).

Según la presente invención, aun cuando la cantidad del componente alcalino sea pequeña, puede lograrse la retirada suficientemente eficaz de yoduro de hidrógeno (HI). Por otro lado, un componente alcalino no consumido (por ejemplo, un hidróxido de metal alcalino) se acumula en la parte inferior de la segunda columna de destilación y finalmente se retira de la parte de fondo, etc. de la segunda columna de destilación. Por consiguiente, cuando el componente alcalino se acumula en una gran cantidad, es necesario retirar una gran cantidad de la fracción de fondo que contiene ácido acético con el fin de evitar que el componente alcalino se mezcle en ácido acético purificado. Además, el componente alcalino se acumula en una gran cantidad, el arrastre del componente alcalino

produce un aumento en la concentración de un componente (por ejemplo, un componente de potasio) derivado del componente alcalino en ácido acético purificado, o la corrosión de la columna de destilación tiende a acelerarse debido a una elevación del punto de ebullición. Además, cuando la temperatura de la segunda columna de destilación es la temperatura ambiente, el componente alcalino en ocasiones se solidifica (o se cristaliza) debido a la saturación, deteriorando de ese modo las propiedades de manipulación. Por tanto, el procedimiento de la presente invención, en el que se permite que una pequeña cantidad del componente alcalino reaccione con yoduro de hidrógeno, es extremadamente ventajoso en lo que se refiere a la eficacia del procedimiento.

Según la presente invención, la segunda destilación puede realizarse en presencia del componente (A) que tiene un punto de ebullición relativamente bajo y puede consumir yoduro de hidrógeno mediante una reacción con yoduro de hidrógeno (reacción de equilibrio) o inhibir la producción de yoduro de hidrógeno en la reacción de equilibrio (por ejemplo, inhibir una reacción de yoduro de metilo con agua). La segunda destilación en presencia del componente (A) en combinación con el componente alcalino puede inhibir la condensación de yoduro de hidrógeno en la parte superior de la segunda columna de destilación a un nivel alto adicional. Por otro lado, como componente (A), se usa de manera práctica un componente que tiene un punto de ebullición menor que el punto de ebullición del ácido acético (es decir, menor que 118°C) en lo que se refiere a la capacidad de separación del ácido acético purificado o la disminución en la concentración de yoduro de hidrógeno en la parte superior de la columna de destilación.

El componente (A) puede incluir un alcohol (por ejemplo, un alcohol C₁₋₄ tal como metanol, etanol, propanol, isopropanol, o 2-butanol), un éter (por ejemplo, un dialquil C₁₋₃ éter tal como dimetil éter, metil etil éter, dietil éter, dipropil éter o diisopropil éter) y un éster de acetato [por ejemplo, un acetato de alquilo (por ejemplo, un acetato de alquilo C₁₋₃ tal como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propilo o acetato de isopropilo)]. Estos componentes (A) pueden usarse solos o en combinación.

El componente (A) preferido puede incluir metanol, dimetil éter, acetato de metilo, etc.

La concentración del componente (A) en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo de no menos del 0,1% en peso (por ejemplo, del 0,15 al 15% en peso) y puede ser, por ejemplo, de no menos del 0,2% en peso (por ejemplo, del 0,25 al 12% en peso), preferiblemente no menos del 0,3% en peso (por ejemplo, del 0,35 al 10% en peso), más preferiblemente no menos del 0,4% en peso (por ejemplo, del 0,45 al 8% en peso), particularmente no menos del 1% en peso (por ejemplo, del 1 al 5% en peso), y habitualmente no menos del 0,5% en peso [por ejemplo, del 0,6 al 10% en peso, preferiblemente del 0,7 al 8% en peso, más preferiblemente del 0,8 al 6% en peso (por ejemplo, del 1 al 4% en peso), y particularmente del 1 al 2% en peso].

Por otro lado, en la fase gaseosa (o parte de fase gaseosa o parte de arriba de la columna) del interior de la segunda columna de destilación, la concentración del componente (A) puede ser de no menos del 1% en peso (por ejemplo, del 1,5 al 20% en peso), preferiblemente no menos del 2% en peso (por ejemplo, del 2,5 al 15% en peso), y más preferiblemente no menos del 3% en peso (por ejemplo, del 3 al 12% en peso).

Además, en la fase gaseosa del interior de la segunda columna de destilación, la razón de yoduro de metilo en relación con el componente (A) [el primero/el segundo] (razón en peso) puede ser de 0,01 a 10 y preferiblemente de 0,1 a 5.

El componente (A) puede estar contenido en la primera corriente de líquido (por ejemplo, en el caso en el que está contenida una concentración suficiente de acetato de metilo en la primera corriente de líquido), o puede añadirse nuevo (o especialmente). Es decir, el componente (A) puede añadirse a la primera corriente de líquido (o segunda columna de destilación). La manera para añadir (o mezclar) el componente (A) no se limita particularmente a una específica siempre que se permita que el componente (A) se encuentre en el objeto líquido en la segunda columna de destilación, y pueden ser las siguientes maneras (a) y/o (b):

(a) el componente (A) se añade a o se mezcla con la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación,

(b) el componente (A) se añade a o se mezcla con la primera corriente de líquido en la segunda columna de destilación.

En la manera (b), como es el caso con el componente alcalino, en la segunda columna de destilación, el componente (A) puede añadirse o mezclarse en la misma posición (o el mismo plato) que la posición (o plato) en la que se alimenta la primera corriente de líquido o en una posición (o plato) superior que la posición en la que se alimenta la primera corriente de líquido. En particular, es preferible que el componente (A) se alimente en la misma posición que la posición en la que se alimenta la primera corriente de líquido (un plato al que va a alimentarse o suministrarse) o en una posición (o plato) superior que (por ejemplo, el primer plato por encima) la posición en la que se alimenta la primera corriente de líquido (el plato al que va a alimentarse o suministrarse). Además, el componente (A) puede añadirse junto con el componente alcalino, o el componente (A) y el componente alcalino pueden añadirse por separado.

Por otro lado, con respecto al componente (A), el tiempo (tiempo de retención, tiempo de contacto) desde cuando se mezclan el primer componente líquido y el componente (A) hasta cuando se alimenta la mezcla a la segunda

columna de destilación puede ser, por ejemplo, de no menos de 1 segundo (por ejemplo, de 2 segundos a 20 minutos), preferiblemente no menos de 5 segundos (por ejemplo, de 5 segundos a 15 minutos), más preferiblemente de 10 segundos a 10 minutos (por ejemplo, de 20 segundos a 7 minutos) y puede ser habitualmente de 10 segundos a 5 minutos [por ejemplo, de 10 segundos a 3 minutos (por ejemplo, de 10 segundos a 1 minuto)].

Además, la temperatura de contacto del primer componente líquido y el componente (A) [la temperatura (temperatura de líquido) del objeto líquido que contiene el primer componente líquido y el componente (A)] puede ser por ejemplo de 20 a 190°C, preferiblemente de 50 a 180°C (por ejemplo, de 70 a 175°C), y más preferiblemente de 100 a 170°C. Probablemente debido a que el tiempo de retención o la temperatura de líquido dentro del intervalo mencionado anteriormente acelera la reacción del componente (A) con yoduro de hidrógeno o el avance de la reacción en la segunda columna de destilación en cierto grado, el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación tiende a inhibirse eficazmente de manera adicional.

Como segunda columna de destilación, puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno y otras columnas. El material de (o que forma) la segunda columna de destilación puede incluir el mismo material que el de la primera columna de destilación. Según la presente invención, puesto que la condensación de yoduro de hidrógeno en el interior de la segunda columna de destilación puede inhibirse significativamente, puede usarse no sólo una columna de destilación compuesta por un material caro que tiene una alta resistencia a la corrosión (tal como zirconio) sino también una columna de destilación compuesta por un material relativamente económico que no tiene una resistencia a la corrosión muy alta, por ejemplo, una aleación [por ejemplo, una aleación a base de metal de transición tal como una aleación a base de hierro (o una aleación que contiene hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable (incluyendo un acero inoxidable que contiene cromo, níquel, molibdeno, etc.)), una aleación a base de níquel (o una aleación que contiene níquel como componente principal, por ejemplo, HASTELLOY (nombre comercial) e INCONEL (nombre comercial)), una aleación a base de cobalto (o una aleación que contiene cobalto como componente principal)]. Entre otros, se prefiere una aleación a base de hierro o una aleación a base de níquel.

La temperatura y la presión de destilación en la segunda columna de destilación pueden seleccionarse de manera adecuada dependiendo de condiciones tales como la especie de la columna de destilación, o del objeto (objetivo) principal que va a retirarse seleccionado del componente de punto de ebullición menor y el componente de punto de ebullición mayor. Por ejemplo, la presión interna de la columna (habitualmente, la presión de la parte de arriba de la columna) puede ser de 0,01 a 1 MPa, preferiblemente de 0,01 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de 0,05 a 0,5 MPa en lo que se refiere a la presión manométrica.

En la segunda columna de destilación, la temperatura interna de la columna puede ser, por ejemplo, de 30 a 200°C, preferiblemente de 80 a 180°C, y más preferiblemente de 100 a 170°C dependiendo de la presión interna de la columna. La temperatura de la parte de arriba de la columna (o la temperatura de la fase gaseosa) puede ser por ejemplo de 30 a 180°C, preferiblemente de 50 a 150°C, y más preferiblemente de 70 a 120°C. Además, la temperatura de la parte de fondo de la columna puede ser por ejemplo de 80 a 200°C, preferiblemente de 100 a 190°C (por ejemplo, de 120 a 185°C), y más preferiblemente de 130 a 180°C (por ejemplo, de 140 a 170°C).

Además, el número de platos teóricos de la segunda columna de destilación no se limita particularmente a uno específico, y dependiendo de la especie del componente que va a separarse, puede ser de 5 a 1500, preferiblemente de 10 a 120, y más preferiblemente de 20 a 100 y puede ser habitualmente de 30 a 120 (por ejemplo, de 40 a 100). Además, en la segunda columna de destilación, la razón de reflujo puede seleccionarse, por ejemplo, de 0,1 a 100, preferiblemente de 0,3 a 50, y más preferiblemente de 0,5 a 30 (por ejemplo, de 0,5 a 20) dependiendo del número teórico de platos mencionado anteriormente. Por otro lado, en la primera columna de destilación, la destilación puede llevarse a cabo sin reflujo.

Según la presente invención, tal como se describió anteriormente, la destilación en presencia del componente alcalino (y el componente (A)) puede inhibir el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación. En particular, según la presente invención, la condensación de yoduro de hidrógeno puede inhibirse significativamente incluso en la parte superior (parte de fase gaseosa) de la segunda columna de destilación. Por ejemplo, en la reacción continua, la concentración de yoduro de hidrógeno en el segundo componente de punto de ebullición menor (destilado) es de menos de 40 ppm (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 38 ppm), preferiblemente no más de 36 ppm (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 35 ppm), más preferiblemente no más de 33 ppm (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 32 ppm), y particularmente no más de 30 ppm (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 25 ppm).

Puesto que la fracción de punto de ebullición menor (segundo componente de punto de ebullición menor) separada de la segunda columna de destilación contiene un componente útil tal como yoduro de metilo o acetato de metilo, la fracción de punto de ebullición menor puede recircularse directamente al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor) y/o la segunda columna de destilación. Con el fin de eliminar parte del calor de reacción, de la misma manera que la fracción de punto de ebullición menor retirada de la primera columna de destilación, la fracción de punto de ebullición menor puede licuarse mediante un condensador, un intercambiador de calor u otros medios y entonces recircularse. Además, puesto que la fracción de punto de ebullición menor en ocasiones contiene acetaldehído, la fracción de punto de ebullición menor puede recircularse por ejemplo tras retirar el acetaldehído con la columna de separación de aldehído mencionada a continuación, si es necesario. Por otro lado, el componente de

gas de descarga puede introducirse en el sistema de lavador químico.

En la realización de la figura 1, la corriente de ácido acético purificado (segunda corriente de líquido) se retira (o se recoge) mediante corte lateral, y la posición del orificio de corriente lateral puede estar habitualmente en una parte media o inferior de la segunda columna de destilación. Tal como se describió anteriormente, de manera habitual, el orificio de corriente lateral para retirar la segunda corriente de líquido está situado de manera práctica en una posición inferior que la posición (la posición del orificio de alimentación) para alimentar la primera corriente de líquido.

Además, en la segunda columna de destilación, puede separarse cada uno del segundo componente de punto de ebullición menor y el segundo componente de punto de ebullición mayor (fracción de punto de ebullición mayor, fracción de fondo) que contiene al menos parte del componente de punto de ebullición mayor (tal como ácido propiónico o agua). Además, en la realización de la figura 1, la segunda corriente de líquido se retira (o se extrae o se recoge) como corriente lateral mediante corte lateral. La segunda corriente de líquido puede extraerse de la parte de fondo de la columna o retirarse (o recogerse) junto con la fracción de punto de ebullición mayor (segundo componente de punto de ebullición mayor).

Por otro lado, el segundo componente de punto de ebullición mayor puede descargarse de la parte de fondo o parte inferior de la columna. Puesto que el componente de punto de ebullición mayor separado de la segunda columna de destilación contiene ácido propiónico, etc., la fracción de punto de ebullición mayor puede descartarse (o retirarse) directamente. Además, puesto que el segundo componente de punto de ebullición mayor en ocasiones contiene además ácido acético, si es necesario, la fracción de punto de ebullición mayor de la que se retira y/o recupera ácido propiónico puede recircularse al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor). Por otro lado, retirando la corriente de ácido acético (segunda fracción de líquido) desde el orificio de corriente lateral que se encuentra en una posición superior en relación con el orificio de parte de fondo para retirar el segundo componente de punto de ebullición mayor, pueden separarse eficazmente la corriente lateral y el componente de punto de ebullición mayor (fracción de punto de ebullición mayor).

(Etapa de retirada de yoduro)

El ácido acético purificado (segunda corriente de líquido) recuperado se introduce habitualmente en una columna para ácido acético producto y se obtiene como ácido acético producto. Antes o después de la introducción en la columna para ácido acético producto, el ácido acético purificado puede someterse adicionalmente a una etapa de retirada de yoduro para retirar un yoduro (por ejemplo, un yoduro de alquilo C_{1-15} tal como yoduro de hexilo o yoduro de decilo).

En la etapa de retirada de yoduro (o etapa en la que se retira yoduro), la corriente de ácido acético puede estar en contacto con un elemento de retirada (agente o material de retirada) que tiene capacidad de retirada de yoduro o capacidad de absorción de yoduro (por ejemplo, una zeolita, un carbono activado y una resina de intercambio iónico). Con el fin de retirar eficazmente el yoduro de la corriente de ácido acético que se obtiene de manera continua (en un sistema continuo), se usa ventajosamente una resina de intercambio iónico que tiene capacidad de retirada de yoduro o capacidad de absorción de yoduro, particularmente una columna de retirada de yoduro dotada de resina de intercambio iónico en ella.

La resina de intercambio iónico que va a usarse es habitualmente una resina de intercambio iónico (habitualmente una resina de intercambio catiónico) en la que al menos parte del sitio activo (por ejemplo, habitualmente un grupo ácido tal como un grupo sulfona, un grupo carboxilo, un grupo hidroxilo fenólico o un grupo fosfona) está sustituido o intercambiado con un metal. El metal puede incluir, por ejemplo, al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en plata (Ag), mercurio (Hg) y cobre (Cu). La resina de intercambio catiónico como base (sustrato) puede ser una cualquiera de una resina de intercambio catiónico ácida fuerte y una resina de intercambio catiónico ácida débil (suave), y la preferida incluye una resina de intercambio catiónico ácida fuerte, por ejemplo, una resina de intercambio iónico macrorreticular, y similares.

En la resina de intercambio iónico, la proporción del sitio activo intercambiado con el metal (o sustituido con el metal) puede ser, por ejemplo, del 10 al 80% en moles, preferiblemente del 25 al 75% en moles, y más preferiblemente del 30 al 70% en moles.

La puesta en contacto de al menos la corriente de ácido acético de la segunda columna de destilación con la resina de intercambio iónico (preferiblemente haciendo pasar la corriente de ácido acético a través de la resina de intercambio iónico) logra la retirada del yoduro. Mientras se pone en contacto con (o se hace pasar a través de) la resina de intercambio iónico, si es necesario, la temperatura de la corriente de ácido acético puede aumentarse (o elevarse) gradualmente. La elevación gradual de la temperatura garantiza inhibir el flujo de salida o efusión del metal de la resina de intercambio iónico, así como retirar el yoduro eficazmente.

Los ejemplos de la columna de retirada de yoduro pueden incluir una columna de relleno que tiene como relleno dentro de la misma, al menos, la resina de intercambio iónico que se intercambia con un metal, una columna dotada de un lecho de una resina de intercambio iónico (por ejemplo, un lecho que comprende una resina de material particulado) (un lecho protector) y similar. La columna de retirada de yoduro puede estar dotada de la resina de

intercambio iónico intercambiada con metal, y además, otra resina de intercambio iónico (por ejemplo, una resina de intercambio catiónico, una resina de intercambio aniónico y una resina de intercambio no iónico) dentro de la misma. Aun cuando el metal experimenta efusión desde la resina de intercambio iónico intercambiada con metal, la disposición de la resina de intercambio catiónico en el lado aguas debajo de la resina de intercambio iónico intercambiada con metal (por ejemplo, disposición de la resina de intercambio catiónico mediante relleno, o disposición de la resina de intercambio catiónico como lecho de resina) permite que el metal que experimenta efusión se capture con la resina de intercambio catiónico y se retire de la corriente de ácido carboxílico.

La temperatura de la columna de retirada de yoduro puede ser, por ejemplo, de 18 a 100°C, preferiblemente de 30 a 70°C, y más preferiblemente de 40 a 60°C.

La velocidad de la corriente de ácido acético que va a atravesarse no se limita a una específica, y puede ser, por ejemplo, en una columna de eliminación de yoduro que utiliza un lecho protector, por ejemplo, de 3 a 15 BV/h (volumen de lecho por hora), preferiblemente de 5 a 12 BV/h, y más preferiblemente de 6 a 10 BV/h.

En la etapa de retirada de yoduro, la corriente de ácido acético puede ponerse en contacto al menos con la resina de intercambio iónico intercambiada con metal. Por ejemplo, la columna de retirada de yoduro puede comprender una columna dotada de la resina de intercambio iónico intercambiada con metal y una columna dotada de otra resina de intercambio iónico. Por ejemplo, la columna de retirada de yoduro puede comprender una columna de resina de intercambio aniónico y una columna de resina de intercambio iónico intercambiada con metal en el lado aguas debajo de la columna de resina de intercambio aniónico, o puede comprender una columna de resina de intercambio iónico intercambiada con metal y una columna de resina de intercambio catiónico en el lado aguas debajo de la columna de resina de intercambio iónico intercambiada con metal. Puede hacerse referencia a los detalles del primer ejemplo pueden en el documento WO02/062740, etc.

(Etapa de separación de acetaldehído)

Cuando la fracción que contiene acetaldehído generada por la reacción se recircula y se hace circular al sistema de reacción, etc., aumenta la cantidad de subproducto(s) tal como ácido propiónico, un aldehído insaturado o un yoduro de alquilo. Por tanto, se prefiere retirar el acetaldehído en la disolución que va a recircularse. En particular, se prefiere retirar el acetaldehído, porque es innecesario para separar y retirar ácido propiónico, lo que hace que el ácido acético sea de calidad inferior, en la segunda columna de destilación. El método para separar acetaldehído puede comprender alimentar una disolución de recirculación (una disolución que va a recircularse) a la columna de separación de acetaldehído para separar una fracción de punto de ebullición menor que contiene acetaldehído y una fracción de punto de ebullición mayor que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, etc., y entonces separar acetaldehído de la parte de arriba o la parte superior de la columna de separación de aldehído, con el componente de gas de descarga (por ejemplo, monóxido de carbono e hidrógeno). Además, el componente de gas de descarga puede eliminarse previamente con un condensador o una unidad de enfriamiento, antes de la separación de acetaldehído. Además, puesto que la fracción de punto de ebullición mayor obtenida retirando acetaldehído como fracción de punto de ebullición menor contiene yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, y similares, la fracción de punto de ebullición mayor puede recircularse al sistema de reacción.

Como columna de separación de aldehído, por ejemplo, puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno, un evaporador instantáneo, etc.

La temperatura (la temperatura de la parte de arriba de la columna) y la presión (la presión de la parte de arriba de la columna) en la columna de separación de acetaldehído puede seleccionarse dependiendo de la especie de la columna de destilación, etc., y no se limita particularmente a unas específicas siempre que al menos el acetaldehído pueda separarse como fracción de punto de ebullición menor de la disolución de recirculación [por ejemplo, la(s) fracción(es) de punto de ebullición menor obtenida(s) en la columna(s) de destilación primera y/o segunda] utilizando la diferencia entre acetaldehído y otros componentes (particularmente yoduro de metilo) en el punto de ebullición. Por ejemplo, para la columna de platos, la presión puede ser de 0,01 a 1 MPa, preferiblemente de 0,01 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de 0,05 a 0,5 MPa como presión manométrica. La temperatura interna de la columna es, por ejemplo, de 10 a 150°C, preferiblemente de 20 a 130°C, y más preferiblemente de 40 a 120°C. El número de platos teóricos puede ser, por ejemplo, de 5 a 150, preferiblemente de 8 a 120, y más preferiblemente de 10 a 100.

En la columna de separación de acetaldehído, la razón de reflujo puede seleccionarse desde 1 hasta 1000, preferiblemente de 10 a 800, y preferiblemente de 50 a 600 (por ejemplo, de 70 a 400) dependiendo del número teóricos de platos mencionado anteriormente.

Ejemplos

Se pretende que los siguientes ejemplos describan esta invención en detalle adicional y de ningún modo debe interpretarse que definen el alcance de la invención.

(Ejemplo comparativo 1)

En un procedimiento de reacción continua para la producción de ácido acético, se permitió que reaccionara metanol con monóxido de carbono en un reactor de carbonilación, se alimentó de manera continua la mezcla de reacción obtenida desde el reactor a un aparato de evaporación instantánea y se sometió a destilación instantánea. Se alimentó el componente volátil resultante que contiene al menos ácido acético producto, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno a una primera columna de destilación, y se separó un componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza. A una segunda corriente de destilación (número de platos: 50, plato de carga: del plato 30° hasta el fondo), se alimentaron 100 partes de una primera corriente de líquido que tenía una composición del 3,0% en peso de yoduro de metilo (MeI), el 2,0% en peso de acetato de metilo (MA), el 2,0% en peso de agua (H₂O), 20 ppm (partiendo de una base en peso) de yoduro de hidrógeno (HI) y el 93,0% en peso de ácido acético (la temperatura de líquido de la primera corriente de líquido: 130°C); y se destiló una impureza de punto de ebullición menor (segundo componente de punto de ebullición menor) y se retiró a una presión manométrica de 150 kPA, una temperatura de parte de fondo de columna de 160°C, una temperatura de parte de arriba de la columna de 145°C y una razón de reflujo de 2 en una proporción de 26 partes de un segundo componente de punto de ebullición menor (destilado) y 74 partes de una segunda corriente de líquido que contiene ácido acético (fracción de fondo). Se hizo circular el segundo componente de punto de ebullición menor (destilado) al sistema de reacción, y se sometió el ácido acético en bruto (segunda corriente de líquido) como fracción de fondo tras la purificación a una purificación adicional mediante la siguiente columna de destilación. La composición (formulación) del segundo componente de punto de ebullición menor (destilado) fue tal como sigue: el 11,4% en peso de MeI, el 7,7% en peso de MA, el 7,6% en peso de H₂O, 40 ppm de HI y el 75,1% en peso de ácido acético (Ac).

En el procedimiento de reacción continua, se añadieron piezas de prueba a la parte de arriba de la columna de la segunda columna de destilación. Tras dejar durante 100 horas, se examinó cada pieza de prueba en una prueba de corrosión, y se observó la corrosión de cada pieza de prueba antes y después de la prueba de corrosión.

Se evaluó la prueba de corrosión basándose en los siguientes criterios en los ejemplos comparativos 1 y 3 y los ejemplos 1 a 3, y se evaluó según la cantidad de corrosión observada en el ejemplo comparativo 2 y los ejemplos 4 a 6.

“A”: La pieza de prueba no está corroída en absoluto.

“B”: La pieza de prueba apenas está corroída.

“C”: La pieza de prueba está ligeramente corroída.

30 “D”: La pieza de prueba está significativamente corroída.

(Ejemplo 1)

Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,07% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado no cambió excepto porque la concentración de HI fue de 5 ppm.

(Ejemplo 2)

40 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,02% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado no cambió excepto porque la concentración de HI fue de 10 ppm.

(Ejemplo 3)

50 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,04% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado no cambió excepto porque la concentración de HI fue de 20 ppm.

55 (Ejemplo comparativo 2)

5 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto porque se usaron 100 partes de la primera corriente de líquido que tenía una composición del 3,0% en peso de Mel, el 2,0% en peso de MA, el 0,6% en peso de H²O, 20 ppm de HI (partiendo de una base en peso) y el 94,4% en peso de ácido acético, y se realizó la prueba de corrosión. La composición del segundo componente de punto de ebullición menor (destilado) fue tal como sigue: el 11,0% en peso de Mel, el 7,9% en peso de MA, el 2,1% en peso de H₂O y 42 ppm de HI; y el resto fue ácido acético.

(Ejemplo 4)

10 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 2, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,07% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado fue tal como sigue: el 11,5% en peso de Mel, el 7,2% en peso de MA, el 2% en peso de H₂O, y menos de 5 ppm de HI; y el resto fue ácido acético.

(Ejemplo 5)

20 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 2, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,02% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado fue tal como sigue: el 11,7% en peso de Mel, el 7,4% en peso de MA, el 2,2% en peso de H₂O y 11 ppm de HI; y el resto fue ácido acético.

25 (Ejemplo 6)

30 Se realizó el procedimiento de la misma manera que en el ejemplo comparativo 2, excepto porque se añadió hidróxido de potasio (KOH) a la primera corriente de líquido para tener una proporción del 0,04% en peso en la mezcla resultante (objeto líquido) y porque la mezcla se alimentó (cargó) a la segunda columna de destilación, y se realizó la prueba de corrosión. La temperatura de líquido de la primera corriente de líquido no cambió tras la adición de hidróxido de potasio. El tiempo desde cuando se añadió el hidróxido de potasio a la primera corriente de líquido hasta cuando se alimentó la mezcla a la segunda columna de destilación fue de 30 segundos. La composición del destilado fue tal como sigue: el 11,1% en peso de Mel, el 7,0% en peso de MA, el 2,1% en peso de H₂O y 19 ppm de HI; y el resto fue ácido acético.

35 La composición del destilado y los resultados de la prueba de corrosión se muestran en la tabla. Los detalles de los materiales descritos en la tabla son tal como sigue. La unidad "mm/Y" significa la velocidad corrosión de la pieza de prueba por año (el grosor disminuido (mm) de la pieza de prueba por año).

HB2: HASTELLOY B2 (aleación a base de níquel), fabricada por Oda Koki Co., Ltd.

HC: HASTELLOY C (aleación a base de níquel), fabricada por Oda Koki Co., Ltd.

[Tabla 1]

	Composición del destilado					Composición de carga de KOH				Prueba de corrosión			
	MeI	MA	H2O	HI	AC	KOH	KOH/HI	HB2	HC	% en peso	razón molar	mm/Y	mm/T
Ejemplo comparativo 1	11,4	7,7	7,6	40	resto	0	0	B	D				
Ejemplo 1	11,4	7,7	7,6	5	resto	0,07	76	A	B				
Ejemplo 2	11,4	7,7	7,6	10	resto	0,02	22	A	C				
Ejemplo 3	11,4	7,7	7,6	20	resto	0,04	22	A	C				
Ejemplo comparativo 2	11,0	7,9	2,1	42	resto	0	0	0,09	0,15				
Ejemplo 4	11,5	7,2	2	menos de 5	resto	0,07	76	menos de 0,03	0,05				
Ejemplo 5	11,7	7,4	2,2	11	resto	0,02	23	0,04	0,08				
Ejemplo 6	11,1	7,0	2,1	19	resto	0,04	21	0,05	0,1				

Aplicabilidad industrial

El procedimiento de producción de la presente invención es extremadamente útil como procedimiento para producir ácido acético a la vez que se inhibe eficazmente la concentración aumentada (o condensación) de yoduro de hidrógeno en la segunda columna de destilación.

5 Descripción de números de referencia

1 Reactor

2 Aparato de evaporación instantánea (evaporador)

3 Primera columna de destilación

4 Segunda columna de destilación

10 5, 6, 7, 8, 9 Condensador o intercambiador de calor

10 Sistema de lavador químico

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir ácido acético, que comprende
 - 5 una etapa de recogida de ácido acético para alimentar una primera columna de destilación con un componente volátil que contiene al menos ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno, separar un primer componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza, y recoger una primera corriente de líquido que contiene principalmente ácido acético, y
 - una etapa de purificación de ácido acético para alimentar una segunda columna de destilación con la primera corriente de líquido, separar adicionalmente un segundo componente de punto de ebullición menor como producto de cabeza, y recoger una segunda corriente de líquido que contiene ácido acético,
 - 10 en el que se añade o se mezcla un componente alcalino de las siguientes maneras (1) y/o (2) para destilar un objeto líquido a tratar que contiene la primera corriente de líquido y el componente alcalino en la segunda columna de destilación:
 - (1) el componente alcalino se añade a o se mezcla con la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación,
 - 15 (2) en la segunda columna de destilación, el componente alcalino se añade o se mezcla en el mismo nivel de altura que el nivel de altura en el que se alimenta la primera corriente de líquido o en un nivel de altura superior que el nivel de altura en el que se alimenta la primera corriente de líquido.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de yoduro de metilo es de 10 ppm al 8% en peso, la concentración de acetato de metilo es del 0,1 al 8% en peso, la concentración de agua es del 0,2 al 20% en peso, la concentración de yoduro de hidrógeno es de no más de 1000 ppm partiendo de una base en peso, la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino es de 1 a 2000 equivalentes molares en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido, y el componente alcalino se añade con el fin de que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido no sea más de 100000 ppm partiendo de una base en peso.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de yoduro de metilo es de menos del 4% en peso.
4. Procedimiento según la reivindicación 2 ó 3, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de yoduro de metilo es de 10 ppm al 3,5% en peso.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de agua es de no más del 3% en peso.
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de yoduro de hidrógeno es de no más de 100 ppm partiendo de una base en peso.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, en el que, en la primera corriente de líquido, la concentración de yoduro de hidrógeno es de 1 a 30 ppm partiendo de una base en peso.
- 35 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que, en la manera (1), la temperatura de contacto de la primera corriente de líquido y el componente alcalino es de 100 a 170°C, y el tiempo desde cuando se mezclan la primera corriente de líquido y el componente alcalino hasta cuando se alimenta la mezcla a la segunda columna de destilación es de no más de 5 minutos.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino es de no más de 85 equivalentes molares en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido, y el componente alcalino se añade con el fin de que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido no sea más de 1000 ppm partiendo de una base en peso.
- 40 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la cantidad que ha de añadirse del componente alcalino es de no más de 80 equivalentes molares en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de líquido, y el componente alcalino se añade con el fin de que la concentración del componente alcalino en el objeto líquido no sea más de 800 ppm partiendo de una base en peso.
- 45 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que, en la segunda columna de destilación, al menos un componente (A) que tiene un punto de ebullición menor que el punto de ebullición del ácido acético y que se selecciona del grupo que consiste en un alcohol, un éter y un éster de acetato se encuentra a una concentración de no menos del 0,2% en peso en el objeto líquido.
- 50

12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el componente (A) se encuentra a una concentración de no menos del 1% en peso en el objeto líquido.
13. Procedimiento según la reivindicación 11 ó 12, en el que se permite que el componente (A) se encuentre en el objeto líquido añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido.
- 5 14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, en el que se permite que el componente (A) se encuentre en el objeto líquido (i) añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido antes de alimentar la primera corriente de líquido a la segunda columna de destilación y/o (ii), en la segunda columna de destilación, añadiendo el componente (A) a la primera corriente de líquido en el mismo nivel de altura que el nivel de altura en el que se alimenta la primera corriente de líquido o en un nivel de altura superior que el nivel de altura en el que se alimenta la primera corriente de líquido.
- 10 15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que el material de la segunda columna de destilación comprende una aleación a base de níquel.

Fig. 1

