

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 645 007**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.07.2011 PCT/JP2011/003971**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.02.2012 WO12014393**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2011 E 11749005 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.09.2017 EP 2598467**

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

30 Prioridad:

26.07.2010 JP 2010167239

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

01.12.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MIURA, HIROYUKI;
SHIMIZU, MASAHIKO;
UENO, TAKASHI;
YAMAGUCHI, KAZUO y
GOTO, KENSUKE**

74 Agente/Representante:

MILTENYI, Peter

ES 2 645 007 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de ácido acético

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de ácido acético con una alta pureza en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía en una planta de gran tamaño.

10 **Técnica anterior**

En una planta para producir ácido acético usando un método de metanol, se deja reaccionar monóxido de carbono con metanol en un reactor de carbonilación, la solución de reacción se vaporiza por un evaporador (evaporador en vacío), y el producto vaporizado resultante se destila adicionalmente por una columna de destilación para la separación para producir ácido acético. Como tales etapas generan el calor de reacción debido a la reacción de carbonilación, es necesario eliminar el calor de reacción. Como un sistema para eliminar el calor de reacción en esta planta, es eficaz un método de eliminación del calor de reacción utilizando un calor latente de evaporación de ácido acético generado en un evaporador y un calor latente de evaporación de constituyentes (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, y otros subproductos) de la solución de reacción que acompañan a la evaporación de ácido acético. En particular, este método de eliminación de calor se usa según el tamaño de la planta y es eficaz en una planta convencional en la que la cantidad de producción por planta sea aproximadamente 200.000 t/año (un valor de calentamiento de aproximadamente $1,36 \times 10^7$ kcal/hora), y el método de eliminación de calor es económico en el respecto que la cantidad de evaporación instantánea necesaria para separar y recoger el ácido acético producido en el reactor está bien proporcionada por el excelente equilibrio de material y el equilibrio de calor. En estos años, sin embargo, la escala económica de la planta de producción de ácido acético está aumentando a una cantidad de producción de no inferior a aproximadamente 400.000 t/año por planta, un motivo del cual es el crecimiento en la demanda. Para la escala de una cantidad de producción de no menos de 250.000 t/año, es necesario eliminar la cantidad de calor mayor que el calor latente de evaporación del ácido acético producido o similares. Así, solo el método de eliminación de calor que utiliza el calor latente de evaporación es insuficiente para eliminar el calor de reacción.

Con respecto a un sistema para eliminar un calor de reacción, la publicación de patente de Estados Unidos N.º 5.374.774 (Documento de patente 1) describe un método de control de una superficie de líquido de un reactor y la de un evaporador en un procedimiento para la producción de ácido acético usando un método de metanol. En este documento, como método de control de la temperatura del reactor, se describen un método para proporcionar una línea de recirculación, para recircular un catalizador desde una solución de fondo del evaporador al reactor, con una unidad de refrigeración y un método para proporcionar el reactor con un enfriador (una unidad de refrigeración).

Sin embargo, según el método para proporcionar la línea de recirculación de catalizador con la unidad de refrigeración, como el calor sensible se usa para la eliminación de calor, es necesario instalar un equipo caro usando un material de alta calidad con una alta resistencia a la corrosión, y la cantidad de calor eliminado es pequeña. Además, según el método para proporcionar el reactor con la unidad de refrigeración, como una solución de reacción, además del reactor, se expone a una alta temperatura y una alta presión, el monóxido de carbono disuelto en la solución de reacción es consumido en las tuberías. Así, es difícil mantener un estado activo de un complejo de rodio-carbonilo como especie de catalizador activa (por ejemplo, $[\text{RhI}_2(\text{CO})_2]$, $[\text{RhI}_2(\text{CO})_4]$). El principal catalizador Rh no contribuye a la reacción debido a la sedimentación del mismo, por ejemplo, en el estado de RhI_3 , o el sedimento bloquea la tubería o similares y produce acciones incompletas de una válvula, una bomba, o similares, y es difícil de operar el sistema establemente. Además, el método requiere el uso de un material de alta calidad con una alta resistencia a la corrosión. Sin embargo, el equipo para el uso bajo una alta temperatura y una alta presión es caro, y es fácil que la solución de reacción se fugue. Así, es difícil operar el sistema establemente.

Además, la publicación de patente japonesa N.º 3616400 (JP-3616400B, Documento de patente 2) describe un procedimiento de purificación de un producto de ácido acético usando una única columna de destilación, que comprende operar una reacción de carbonilación en fase líquida controlando una formulación de la misma. Este documento describe que la pérdida debido a evaporación durante el proceso se minimiza por la refrigeración con un vapor de un tanque de evaporación instantánea y un producto no de condensación de la cabeza de la columna de destilación. Específicamente, en una serie de etapas para recircular el condensado refrigerado a un recipiente de reacción, la mayoría de la cantidad de calor de la solución de reacción extraída del recipiente de reacción se transfiere como la cantidad de calor de un vapor de evaporación instantánea y se elimina condensando el vapor de evaporación instantánea en un condensador instalado encima de la columna de destilación.

Sin embargo, en el método para eliminar el calor por el condensador instalado encima de la columna de destilación, el condensador está sometido a una gran carga, y el coste del equipo o el coste de energía es tan grande que ya no puede ser ignorado. En particular, para la reciente planta de gran tamaño, el tamaño del condensador y el de la columna de destilación tienen que aumentarse.

- Además, la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público N.º 2002-255890 (JP-2002-255890A, Documento de patente 3) describe un método de control de una temperatura de un sistema de reacción controlando una cantidad de calor según una cantidad de circulación de un componente separado que se separa en una etapa para separar un producto de reacción. En el método, la cantidad de calor se controla instalando una unidad de control de la temperatura (un intercambiador de calor) y una unidad de control en una línea de circulación para devolver un componente de punto de ebullición más alto separado en una columna de destilación por evaporación instantánea al sistema de reacción.
- 10 Este método es eficaz en la operación estable del sistema. Sin embargo, para una planta de gran tamaño, solo la refrigeración del líquido (calor sensible) es insuficiente para eliminar el calor.

Lista de referencias

15 Bibliografía de patentes

PTL 1: Publicación de patente de Estados Unidos N.º 5.374.774 (Reivindicaciones y Columna 7, líneas 48 a 66)
 PTL 2: JP-3616400B (Reivindicaciones y Ejemplos)
 PTL 3: JP-2002-255890A (Reivindicaciones, párrafos [0021] a [0023], y Ejemplos)

20

Sumario de la invención

Problemas a resolver por la invención

- 25 Es, por tanto, un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para la producción de ácido acético con un alto rendimiento y una alta pureza, inhibiendo el procedimiento una pérdida de monóxido de carbono en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía que tiene un aparato miniaturizado (o de tamaño reducido) (por ejemplo, una columna de destilación) incluso para una planta de gran tamaño.
- 30 Es otro objeto de la presente invención proporcionar un método de control de una temperatura eficientemente y con exactitud en un procedimiento para la producción de ácido acético.

Medios para resolver los problemas

- 35 Los inventores de la presente invención hicieron amplios estudios para lograr los objetivos anteriores y finalmente encontraron que, en un procedimiento para la producción de ácido acético con una alta pureza que permite continuamente que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo reaccione con monóxido de carbono, puede inhibirse una pérdida de monóxido de carbono en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía que tiene un aparato miniaturizado (por ejemplo, una columna de destilación),
- 40 incluso para una planta de gran tamaño, introduciendo parte de una corriente vaporizada (o un producto de vapor o una fracción de punto de ebullición más bajo) extraída de un evaporador en vacío en un intercambiador de calor, condensando la corriente vaporizada introducida y recirculando la corriente condensada (o fracción) al reactor, y puede producirse ácido acético con una alta pureza con un alto rendimiento. La presente invención se llevó a cabo basándose en los hallazgos anteriores.
- 45 Es decir, el procedimiento para la producción de ácido acético según la presente invención comprende una etapa de reacción para permitir continuamente que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo reaccione con monóxido de carbono en un sistema catalizador que comprende un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo en presencia de ácido acético y agua en un reactor; una
- 50 etapa de evaporación instantánea para alimentar continuamente un evaporador en vacío con un medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción) extraída del reactor para separar una corriente de líquido (o una fracción de punto de ebullición más alto) y una corriente vaporizada (o una fracción de punto de ebullición más bajo) del medio de reacción líquido; y una etapa de destilación para alimentar una columna de destilación con la corriente vaporizada para obtener un ácido acético purificado; en el que parte de la corriente vaporizada se introduce en un
- 55 intercambiador de calor para la condensación, y una corriente licuada (o fracción líquida) condensada por el intercambiador de calor se recircula al reactor. En el intercambiador de calor, puede introducirse 1 al 50 % en peso de la corriente vaporizada. Además, una corriente de destilación obtenida de la etapa de destilación para purificar ácido acético puede someterse a un tratamiento de destilación y/o adsorción adicional para obtener un ácido acético más purificado. En el procedimiento de la presente invención, puede usarse un método de eliminación de calor
- 60 adicional en combinación. Por ejemplo, el procedimiento puede usarse en combinación con un modo en el que la corriente de líquido separada por el evaporador en vacío se introduce en el intercambiador de calor y se refrigera, y entonces la corriente refrigerada se recircula al reactor; o un modo en el que cada uno de un componente gaseoso (o una fracción de punto de ebullición más bajo) del reactor y una fracción de cabeza (o una fracción de punto de ebullición más bajo) de la(s) columna(s) de destilación se condensa por un condensador. En el procedimiento de la
- 65 presente invención, el reactor puede ser un reactor sin una unidad extraíble de calor (o que extrae calor) o de

refrigeración. En la etapa de reacción, la reacción puede realizarse mientras que se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de la sal de yoduro del 2 al 25 % en peso (particularmente, 6 al 25 % en peso), yoduro de metilo del 1 al 20 % en peso, acetato de metilo del 0,1 al 30 % en peso y agua del 0,1 al 10 % en peso (particularmente, 0,1 al 6 % en peso) en una fase líquida completa del sistema de reacción.

5 La presente invención también incluye un método de control de una temperatura en un procedimiento para la producción de ácido acético, que comprende una etapa de reacción para permitir continuamente que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo reaccione con monóxido de carbono en un sistema catalizador que comprende un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo
10 en presencia de ácido acético y agua; una etapa de evaporación instantánea para extraer continuamente un medio de reacción líquido de la etapa de reacción para separar una corriente de líquido y una corriente vaporizada (o producto vapor) del medio de reacción líquido; y una etapa de destilación para destilar la corriente vaporizada para obtener un ácido acético purificado; en el que parte de la corriente vaporizada se introduce en un intercambiador de calor para la condensación, y una corriente licuada (o fracción líquida) condensada por el intercambiador de calor se
15 recircula a la etapa de reacción.

Este método es ventajoso para un control de temperatura en un sistema en el que la fluctuación (o cambio) de la presión y/o caudal se transmite a la(s) etapa(s) sucesiva(s) o influye en la(s) etapa(s) sucesiva(s). Por casualidad, dependiendo de la fluctuación de la temperatura, la eficiencia de absorción del monóxido de carbono alimentado a
20 presión también fluctúa, y se causa la fluctuación de presión. Así, la fluctuación de temperatura interfiere con la utilización eficaz del monóxido de carbono y tiene una desventaja para la eficiencia de energía. Según el método de la presente invención, como la fluctuación de temperatura está controlada, se logran el control de la fluctuación de presión y la utilización eficaz de monóxido de carbono. Así, el método de la presente invención también se refiere a un método de ahorro de un recurso (por ejemplo, monóxido de carbono) y energía mientras que se inhibe la
25 disminución del rendimiento y la pureza del ácido acético.

Efecto de la invención

Según la presente invención, en un procedimiento para la producción de ácido acético con una alta pureza que
30 permite que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo reaccione continuamente con monóxido de carbono, ya que parte de la corriente vaporizada extraída de un evaporador en vacío se introduce en el intercambiador de calor y condensa para recircular la fracción condensada al reactor, parte de la cantidad de calor transferida de la solución de reacción al vapor de evaporación instantánea puede eliminarse antes de la eliminación de calor utilizando un calor latente de evaporación en la columna de
35 destilación incluso para una planta de gran tamaño, es innecesario instalar una unidad de refrigeración en el reactor, y puede utilizarse eficazmente el monóxido de carbono disuelto en la solución de reacción. Así, incluso para una planta de gran tamaño, la pérdida de monóxido de carbono puede inhibirse en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía que tiene un aparato miniaturizado (por ejemplo, una columna de destilación), y puede producirse ácido acético con una alta pureza con un alto rendimiento.

40

Breve descripción de los dibujos

[fig. 1] La Fig. 1 es un diagrama para explicar un procedimiento para la producción de ácido acético según una
45 realización de la presente invención.

45

Descripción detallada de la invención

En lo sucesivo, la presente invención se explicará en detalle con referencia a los dibujos. La Fig. 1 es un diagrama (una hoja de flujo, un dibujo de proceso esquemático o un dibujo esquemático de disposición de la planta) para
50 explicar un procedimiento para la producción de ácido acético según una realización de la presente invención.

La realización de la Fig. 1 muestra un procedimiento para la producción de un ácido acético purificado a partir de un medio de reacción líquido generado por una reacción de carbonilación continua de metanol con monóxido de carbono en un sistema de fase líquida en presencia de un sistema catalizador de carbonilación que comprende un
55 catalizador de rodio y un co-catalizador (yoduro de litio y yoduro de metilo), además de ácido acético, acetato de metilo, y una cantidad finita de agua.

El procedimiento comprende un reactor (sistema de reacción) 1 para llevar a cabo la reacción de carbonilación de metanol anteriormente mencionada; un evaporador en vacío (columna de destilación por evaporación instantánea) 2
60 para separar una corriente de líquido (o una fracción de punto de ebullición más alto) que contiene principalmente un componente de catalizador metálico (un componente de punto de ebullición más alto) (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) y una corriente de ácido acético (una corriente vaporizada o una fracción de punto de ebullición más bajo) de un medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción o una disolución de reacción) que se introduce a través de una línea de alimentación 14 y contiene ácido acético generado mediante la reacción; una
65 primera columna de destilación 3 para eliminar al menos parte de una primera fracción de cabeza (o una fracción de

punto de ebullición más bajo) que contiene un componente de punto de ebullición más bajo (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y acetaldehído) fuera de la corriente de ácido acético introducida del evaporador en vacío 2 a través de las líneas de alimentación 15 y 15b como una cabeza de una parte superior de la columna de la misma y extraer una corriente de ácido acético de una corriente lateral por corte lateral; una segunda columna de destilación 5 4 para eliminar al menos parte de una segunda fracción de cabeza (o una fracción de punto de ebullición más bajo) que contiene un componente de punto de ebullición más bajo que una cabeza de una parte superior de columna de la misma fuera de la corriente de ácido acético introducida de la primera columna de destilación 3 a través de una línea de alimentación 23 por corte lateral, separar al menos parte de un componente de punto de ebullición más alto (impurezas de punto de ebullición más alto) (por ejemplo, ácido propiónico) de un fondo de la columna, y obtener 10 una corriente de ácido acético a través de una línea de alimentación 27 de una corriente lateral por corte lateral. La corriente de ácido acético obtenida a través de una línea 28 puede recircularse al reactor, puede ser parcialmente abandonada, o puede usarse como un producto final. Si fuera necesario, la corriente de ácido acético puede tratarse con evaporación instantánea y/o destilación, resina de intercambio iónico, o adsorción.

15 Además, en este procedimiento, el reactor 1 está equipado con un condensador 5 para condensar un componente condensable en un gas de escape gaseoso descargado a través de una línea de descarga 11; una línea de recirculación 12 para recircular un componente líquido condensado por el condensador 5 al reactor 1; y una línea de descarga 13 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensado en el condensador 5.

20 En este procedimiento, el evaporador en vacío 2 está equipado con un intercambiador de calor 6 para refrigerar una corriente de líquido separada por el evaporador en vacío 2 y descargada del fondo del evaporador en vacío 2 a través de una línea de descarga 18; una línea de recirculación 19 para recircular la corriente de líquido refrigerada por el intercambiador de calor 6 al reactor 1; un intercambiador de calor 7 para condensar un componente condensable en parte de la corriente vaporizada descargada de la parte superior del evaporador en vacío 2 e 25 introducida a través de las líneas de alimentación 15 y 15a; una línea de descarga 16 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensable en el intercambiador de calor 7; y una línea de recirculación 17 para recircular un componente líquido (o licuado) que contiene ácido acético condensado por el intercambiador de calor 7 al reactor 1.

30 En este procedimiento, la primera columna de destilación 3 está equipada con un condensador 8 para condensar un componente condensable en la primera fracción de cabeza descargada a través de una línea de descarga 20; una línea de recirculación 22 para recircular un componente líquido condensado por el condensador 8 a la primera columna de destilación 3 y/o el reactor 1; y una línea de descarga 21 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensable en el condensador 8.

35 En este procedimiento, la segunda columna de destilación 4 está equipada con un condensador 9 para condensar un componente condensable en la segunda fracción de cabeza descargada a través de una línea de descarga 25; una línea de recirculación 26 para recircular un componente líquido condensado por el condensador 9 a la segunda columna de destilación 4 y/o el reactor 1; y una línea de descarga para descargar un componente gaseoso, que es 40 un componente no condensable en el condensador 9.

Este procedimiento comprende un sistema depurador 10 para recuperar yoduro de metilo y otros como un valioso componente contenido en los componentes gaseosos descargados del condensador 5, el intercambiador de calor 7 y el condensador 8 y recircular el valioso componente al reactor 1. Por casualidad, una línea para recircular el 45 valioso componente del sistema depurador 10 al reactor 1 se omite en la Fig. 1.

Más específicamente, el metanol como un componente líquido y el monóxido de carbono como un reactante gaseoso pueden ser continuamente alimentados al reactor 1 a una velocidad predeterminada, y una mezcla de catalizador (una mezcla de catalizador líquido) que contiene un sistema catalizador de carbonilación [un sistema 50 catalizador que comprende un componente de catalizador principal (por ejemplo, un catalizador de rodio) y un co-catalizador (por ejemplo, yoduro de litio y yoduro de metilo)] y agua puede ser continuamente alimentada al reactor 1. Además, puede(n) alimentarse fracción (fracciones) (por ejemplo, en forma de líquido) que contienen fracción (fracciones) de punto de ebullición más bajo y/o fracción (fracciones) de punto de ebullición más alto de la(s) etapa(s) sucesiva(s) (por ejemplo, el evaporador en vacío 2, la primera y segunda columnas de destilación 3 y 4, el 55 intercambiador de calor 7 y el sistema depurador 10) al reactor 1. Entonces, dentro del reactor 1, un sistema de reacción en fase líquida que contiene el reactante y el componente de punto de ebullición más alto tal como el componente de catalizador metálico (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) está en equilibrio con un sistema en fase vapor que comprende monóxido de carbono, subproductos por la reacción (hidrógeno, metano, dióxido de carbono) y un componente de punto de ebullición más bajo parcialmente vaporizado (por ejemplo, yoduro 60 de metilo, ácido acético como producto y acetato de metilo), y una reacción de carbonilación de metanol procede con agitación por un agitador u otros medios. La presión interna del reactor 1 (por ejemplo, presión de reacción, presión parcial de monóxido de carbono y presión parcial de hidrógeno) puede mantenerse constantemente por extracción de un vapor de la parte superior (o arriba de la columna) e introduciendo el vapor extraído en el condensador 5. El vapor introducido se enfría por el condensador 5 para dar un componente líquido (que contiene 65 ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, y otros) y un componente gaseoso (que

contiene monóxido de carbono, hidrógeno, y otros). El componente líquido resultante se recircula al reactor 1, y el componente gaseoso resultante (gas residual) se alimenta al sistema depurador 10. Se recupera un valioso componente (por ejemplo, yoduro de metilo) por el sistema depurador 10 para ser recirculado al reactor 1. En particular, el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que acompaña una generación de calor, y parte de la cantidad de calor generado en el reactor puede eliminarse refrigerando parte del calor de reacción transferido de la solución de reacción al vapor con el condensador 5.

Al reactor 1, si fuera necesario, puede alimentarse hidrógeno con el fin de aumentar la actividad catalítica. Además, como el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que acompaña una generación de calor, el reactor 1 puede equiparse con una unidad extraíble de calor (o que extrae calor) o de refrigeración (por ejemplo, una camisa) para controlar una temperatura de reacción. Según la presente invención, el calor puede eliminarse sin la unidad que extrae calor o de refrigeración. Así, el uso eficaz de monóxido de carbono y la inhibición de la disminución en la actividad del catalizador de rodio producen mejora de la eficiencia de reacción.

Los componentes contenidos en la mezcla de reacción (solución de reacción en bruto) generada en el reactor 1 puede incluir ácido acético, yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición más bajo o impureza de punto de ebullición más bajo que tiene un punto de ebullición más bajo que el del ácido acético (por ejemplo, yoduro de metilo como co-catalizador, acetato de metilo como producto de reacción de ácido acético con metanol, y acetaldehído, un yoduro superior (tal como yoduro de hexilo o yoduro de decilo) como subproductos), y un componente de punto de ebullición más alto o impureza de punto de ebullición más alto que tiene un punto de ebullición superior al del ácido acético [un componente de catalizador metálico (un catalizador de rodio, y yoduro de litio como co-catalizador), ácido propiónico, y agua].

Con el fin de separar principalmente el componente de punto de ebullición más alto (tal como el componente de catalizador metálico) de la mezcla de reacción, parte de la mezcla de reacción se extrae continuamente del reactor 1 y se introduce o alimenta en el evaporador en vacío 2. En el evaporador en vacío 2, de la mezcla de reacción, se separan una corriente de líquido (que contiene principalmente un componente de catalizador metálico, por ejemplo, un catalizador de rodio, yoduro de litio, y otros), y una corriente vaporizada (que contiene principalmente ácido acético que es un producto y también sirve de disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, yoduro de hidrógeno, y otros), y la corriente de líquido se extrae del fondo del evaporador en vacío y se introduce en el intercambiador de calor 6. También en esta etapa, parte del calor de reacción se elimina refrigerando la corriente de líquido con el intercambiador de calor 6. Por casualidad, en la corriente de líquido, también están contenidos el componente de catalizador metálico, y además, componentes que quedan sin evaporar (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, yoduro de hidrógeno, agua y ácido acético).

Por otra parte, la corriente vaporizada (corriente de ácido acético) se extrae de arriba de la columna o la parte superior del evaporador en vacío 2 y se alimenta o introduce en la primera columna de destilación 3, y parte de la corriente vaporizada se introduce en el intercambiador de calor 7 para ser condensada. Específicamente, la corriente introducida es enfriada por el intercambiador de calor 7 para producir un componente líquido (ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y ácido propiónico) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, y otros). El componente líquido resultante se recircula al reactor 1. El componente gaseoso resultante (gas residual) se alimenta al sistema depurador 10, y se recuperan yoduro de metilo y otros. La materia recuperada se recircula entonces al reactor 1. Además, a diferencia del procedimiento mostrado en la Fig. 1, en lugar de recircular el componente líquido al reactor 1, el componente líquido puede purificarse con el tratamiento de destilación y/o adsorción mencionado después u otros medios para dar ácido acético con una alta pureza. Según la presente invención, la corriente vaporizada se extrae del evaporador en vacío para introducirla en el intercambiador de calor, y parte del calor de reacción transferido de la solución de reacción al vapor de evaporación instantánea se enfría y se elimina por el intercambiador de calor. Por consiguiente, el calor puede eliminarse eficientemente. Así, según la presente invención, como el tamaño de la columna de destilación o condensador sucesivo puede miniaturizarse incluso para una planta de gran tamaño, puede producirse ácido acético con una alta pureza y un alto rendimiento en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía. Además, el calor puede eliminarse sin instalar una unidad de refrigeración de circulación externa en el reactor, que conduce a la prevención de la pérdida de monóxido de carbono y la mejora de la eficiencia de reacción o la reducción de coste del equipo. Es decir, según el método convencional que comprende transferir el calor de reacción al vapor de evaporación instantánea y eliminar el calor de reacción condensando el vapor de evaporación instantánea en el condensador instalado a la parte superior de la columna de destilación, es necesario eliminar la cantidad de calor que supera en gran medida la cantidad de calor necesaria para vaporizar el ácido acético producido en el reactor a partir de la solución de reacción. Así, es necesario que el condensador y la columna de destilación sean mucho más grandes en tamaño que el equipo necesario para purificar el ácido acético, y se aumenta el coste de energía. Además, cuando se usa el reactor provisto de una unidad de refrigeración, la solución de reacción se expone a una alta temperatura y una alta presión en una línea o tubería (o una línea para alimentar la solución de reacción a la unidad de refrigeración y una línea instalada en la unidad de refrigeración) hasta que la temperatura de la solución de reacción sea disminuida por la unidad de refrigeración. Así, se produce ácido acético en la línea, además del reactor, se consume monóxido de carbono en la línea, y se precipita el catalizador de rodio. A diferencia, según la presente invención, en un procedimiento para la producción de ácido acético sin el uso de una unidad de refrigeración, la temperatura puede

controlarse eficientemente y con exactitud eliminando previamente la cantidad de calor innecesario para la purificación de ácido acético con un intercambiador de calor, y se resuelven los problemas.

Por casualidad, haciendo (manteniendo) la temperatura y/o presión interna del evaporador en vacío 2 inferior a aquella del reactor 1, puede inhibirse adicionalmente la generación de subproductos o el deterioro de la actividad catalítica.

En la primera columna de destilación 3, normalmente, una primera fracción de cabeza (o una fracción de punto de ebullición más bajo) que contiene parte del componente de punto de ebullición más bajo (que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, y otros) se separa de la parte superior o parte superior de la columna y se alimenta al condensador 8, y una primera fracción de fondo (o una fracción de punto de ebullición más alto) que contiene el componente de punto de ebullición más alto (por ejemplo, agua y ácido propiónico) se separa del fondo o parte más baja de la columna a través de una línea de fondo y se recircula al reactor 1 o el evaporador en vacío 2. Además, una corriente lateral (corriente de ácido acético) que contiene principalmente ácido acético se extrae de la primera columna de destilación 3 por corte lateral y se alimenta o introduce en la segunda columna de destilación 4.

La primera fracción de cabeza extraída de encima de o la parte superior de la primera columna de destilación 3 contiene ácido acético y otros, y se alimenta al condensador 8. En el condensador 8, la primera fracción de cabeza se condensa para separar un componente gaseoso que contiene principalmente monóxido de carbono, hidrógeno y otros, y un componente líquido que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, agua, acetaldehído y otros. El componente gaseoso separado en el condensador 8 se alimenta al sistema depurador 10 para recuperar yoduro de metilo y otros, y la materia recuperada se recircula al sistema de reacción 1 (no mostrado). El componente líquido separado en el condensador 8 puede recircularse a la primera columna de destilación 3. Además, para el componente líquido que contiene una cantidad predeterminada de agua, a diferencia del procedimiento mostrado en la Fig. 1, el componente líquido puede separarse en una fase acuosa y una fase aceitosa, y la fase aceitosa, que contiene una gran cantidad de yoduro de metilo como co-catalizador, puede recircularse al reactor 1, y la fase acuosa, que contiene grandes cantidades de acetato de metilo, ácido acético, acetaldehído, y otros, puede recircularse a la primera columna de destilación 3. A diferencia, la fase acuosa puede recircularse al reactor 1 y la fase aceitosa puede recircularse a la primera columna de destilación 3; o la fase acuosa y la fase aceitosa pueden ser parcialmente mezcladas y la mezcla puede recircularse al reactor 1 o la primera columna de destilación 3. En la presente invención, como la primera fracción de cabeza extraída de la primera columna de destilación 3 es condensada por el condensador 8, parte del calor de reacción transferido de la solución de reacción a la primera fracción de cabeza a través del vapor de evaporación instantánea puede enfriarse por el condensador 8 y eliminarse.

La primera fracción de fondo descargada del fondo de la primera columna de destilación 3 contiene el componente de punto de ebullición más alto, además del componente de punto de ebullición más bajo que queda sin evaporar, ácido acético, y otros, y se recircula al sistema de reacción 1. Por casualidad, a diferencia del procedimiento mostrado en la Fig. 1, la primera fracción de fondo puede recircularse al reactor 1 a través del evaporador en vacío 2.

En la corriente de ácido acético que se obtiene por corte lateral de la primera columna de destilación 3 y se alimenta a la segunda columna de destilación 4, al menos parte del componente de punto de ebullición más bajo (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y agua) que queda en la corriente de ácido acético se separa adicionalmente en la segunda columna de destilación 4, y una corriente de ácido acético que tiene una pureza más alta se extrae como una corriente lateral. En la segunda columna de destilación 4, una segunda fracción de cabeza (o una fracción de punto de ebullición más bajo) que contiene el componente de punto de ebullición más bajo se alimenta de encima o de la parte superior de la columna al condensador 9, y una corriente lateral (corriente de ácido acético) rica en ácido acético se destila por corte lateral. Si fuera necesario, la segunda fracción de cabeza descargada de encima o de la parte superior de la columna puede recircularse a la segunda columna de destilación 4 y/o el sistema de reacción 1. Por casualidad, una segunda fracción de fondo (o una fracción de punto de ebullición más alto), tal como un componente de punto de ebullición más alto (por ejemplo, ácido propiónico y sal de yoduro), puede descargarse del fondo de la columna, y si fuera necesario, puede recircularse al reactor 1 o puede desaprovecharse parcialmente. Además, una corriente de ácido acético descargada del fondo de la columna sin corte lateral puede purificarse adicionalmente.

La segunda fracción de cabeza extraída de encima o de la parte superior de la segunda columna de destilación 4 es condensada por el condensador 9 y se separa en un componente gaseoso que contiene principalmente nitrógeno o monóxido de carbono, hidrógeno, y otros, y un componente líquido que contiene ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, acetaldehído, y otros. El componente gaseoso separado en el condensador 9 se recircula al reactor 1. El componente líquido separado en el condensador 9 puede recircularse a la segunda columna de destilación 4. Además, para el componente líquido que contiene una cantidad predeterminada de agua, del mismo modo que en la primera columna de destilación, el componente líquido puede separarse en una fase acuosa y una fase aceitosa, y estas fases pueden recircularse.

De esta forma, el procedimiento para la producción de la presente invención comprende una etapa de reacción para

5 permitir continuamente que el metanol reaccione con monóxido de carbono en un reactor; una etapa de evaporación instantánea para alimentar continuamente un evaporador en vacío con un medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción) extraído del reactor para separar una corriente de líquido y una corriente vaporizada del medio de reacción líquido; y una etapa de destilación para alimentar una columna de destilación con la corriente vaporizada por el evaporador en vacío para destilar ácido acético; y en el procedimiento, el calor de la reacción (o el calor de reacción) se elimina, por ejemplo, por una etapa para introducir parte de la corriente vaporizada en un intercambiador de calor y condensar la corriente introducida.

(Etapa de reacción)

10

En la etapa de reacción (sistema de reacción de carbonilación), al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo (metanol y/o un derivado del mismo) se carbonila con monóxido de carbono. Por casualidad, el metanol y/o un derivado del mismo como material de partida fresco puede alimentarse al sistema de reacción directamente o indirectamente, o puede recircularse metanol y/o un derivado del mismo extraído de la etapa de destilación y alimentarse al sistema de reacción.

15

20 El sistema catalizador en el sistema de reacción puede comprender un catalizador de rodio como catalizador de carbonilación, y un co-catalizador o un acelerador. El catalizador de rodio puede ser rodio como una sustancia simple o puede usarse en forma de un óxido (que incluye un óxido metálico 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, y otros. Además, se prefiere usar el catalizador de rodio en la forma disoluble en una solución de reacción. Por casualidad, como el rodio normalmente existe como un complejo en la solución de reacción, la forma del catalizador no está particularmente limitada a una específica, en tanto que el catalizador pueda cambiar en un complejo en la solución de reacción, y puede usarse en 25 diversas formas. Como tal, se prefiere particularmente un catalizador de rodio, un yoduro de rodio (RhI_3) o un complejo de rodio (por ejemplo, $[RhI_2(CO)_2]$ y $[RhI_2(CO)_4]$). Además, el catalizador puede estabilizarse en la solución de reacción mediante la adición de la sal de yoduro después mencionada y/o agua.

30 La concentración del catalizador es, por ejemplo, aproximadamente 200 a 3.000 ppm, preferentemente 300 a 2.000 ppm, y más preferentemente 500 a 1.500 ppm basándose en el peso en el sistema de fase líquida completo.

35 Como co-catalizador contenido en el sistema catalizador, se usa una sal de yoduro. La sal de yoduro puede incluir, por ejemplo, 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), un yoduro de metal del grupo IIIB de la tabla periódica (por ejemplo, yoduro de boro y yoduro de aluminio), una sal de fosfonio de un yoduro (un yoduro de fosfonio) (por ejemplo, tributilfosfina y trifetilfosfina), y una sal de amonio de un yoduro (un yoduro de amonio) (por ejemplo, una sal de amina terciaria, un compuesto de piridina, un compuesto de imidazol, o un compuesto de imida con un yoduro). 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 40 litio).

La concentración de la sal de yoduro en el sistema de reacción (solución de reacción) en el reactor es, por ejemplo, aproximadamente 2 al 30 % en peso, preferentemente aproximadamente 6 al 25 % en peso, y más preferentemente aproximadamente 7 al 25 % en peso en la fase líquida completa del sistema de reacción. Además, la concentración 45 del ión yoduro en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente 0,07 a 2,5 mol/litro y preferentemente 0,25 a 1,5 mol/litro.

50 Como acelerador contenido en el sistema 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. Cuanto más alta sea la concentración del acelerador, más se acelera la reacción (promueve). Así, considerando la recuperación del acelerador, un tamaño de equipo (o escala) para una etapa de circulación del acelerador recuperado al reactor, la cantidad de energía necesaria para la recuperación o circulación, y otros, puede seleccionarse adecuadamente una concentración económicamente ventajosa. La concentración de yoduro de alquilo (particularmente, yoduro de metilo) en el sistema de reacción es, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 20 % en 55 peso, preferentemente aproximadamente del 5 al 20 % en peso, y más preferentemente aproximadamente del 6 al 16 % en peso en la fase líquida completa en el sistema de reacción.

60 El sistema de reacción puede contener acetato de metilo en una proporción de aproximadamente el 0,1 al 30 % en peso, preferentemente aproximadamente del 0,5 al 20 % en peso, y más preferentemente aproximadamente del 1 al 10 % en peso en el sistema de reacción completo. Por casualidad, incluso cuando se usa metanol o dimetil éter como material de partida, el metanol como material de partida existe en la solución de reacción, y normalmente aproximadamente del 0,5 al 6 % en peso de acetato de metilo existe en la solución de reacción en equilibrio con el ácido acético como producto.

65 El monóxido de carbono que va a alimentarse al sistema de reacción puede usarse como un gas puro o puede

usarse como un gas diluido con un gas inactivo (por ejemplo, nitrógeno, helio y dióxido de carbono). Además, componente(s) de gas agotado que contienen monóxido de carbono obtenido de la(s) etapa(s) sucesiva(s) (por ejemplo, una etapa de evaporación instantánea, una etapa de destilación, un intercambiador de calor y un condensador) puede(n) recircularse al sistema de reacción. La presión parcial del monóxido de carbono en el reactor
5 puede ser, por ejemplo, aproximadamente 2 a 30 atmósferas y preferentemente aproximadamente 4 a 15 atmósferas, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente 0,8 a 3 MPa, preferentemente aproximadamente 1,05 a 2,5 MPa, y más preferentemente aproximadamente 1,15 a 2 MPa como presión absoluta.

En la reacción de carbonilación, se forma (o genera) hidrógeno por una reacción de desplazamiento entre el
10 monóxido de carbono y el agua. Adicionalmente, puede alimentarse hidrógeno al sistema de reacción. El hidrógeno puede ser alimentado como un gas mixto con monóxido de carbono como material de partida al sistema de reacción. Además, el hidrógeno puede ser alimentado al sistema de reacción recirculando el (los) componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono, y otros) agotados en la(s) etapa(s) de destilación sucesiva(s) (columna de destilación), si fuera necesario después de purificar adecuadamente el (los) componente(s) gaseoso(s).
15 La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente 0,5 a 200 kPa, preferentemente aproximadamente 1 a 150 kPa, y más preferentemente aproximadamente 5 a 100 kPa (por ejemplo, 10 a 70 kPa) como presión absoluta.

La presión parcial del monóxido de carbono o la presión parcial del hidrógeno en el sistema de reacción puede
20 ajustarse, por ejemplo, ajustando adecuadamente la cantidad del monóxido de carbono e hidrógeno alimentada y/o recirculada al sistema de reacción, la cantidad del gas de escape en el reactor, la cantidad de sustancias en bruto (por ejemplo, metanol) alimentada al sistema de reacción, la temperatura de reacción, la presión de reacción, y otros.

En la reacción de carbonilación, la temperatura de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente 150 a 250 °C, preferentemente aproximadamente 160 a 230 °C, y más preferentemente aproximadamente 180 a 220 °C. Además, la presión de reacción (presión total del reactor) puede ser, por ejemplo, aproximadamente 15 a 40 atmósferas, y la presión de reacción en términos de presión manométrica puede ser, por ejemplo, aproximadamente 1 a 5 MPa, preferentemente aproximadamente 1,5 a 4 MPa, y más preferentemente aproximadamente 2 a 3,5 MPa.
25

La reacción puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. El disolvente de reacción no se limita a uno específico, en tanto que la reactividad, o la eficiencia de separación o purificación no disminuya, y puede usarse una variedad de disolventes. En casos usuales, el ácido acético como producto puede ser prácticamente utilizado como disolvente.
30

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, aproximadamente 0,1 al 10 % en peso, preferentemente aproximadamente 0,1 al 6 % en peso, y más preferentemente aproximadamente 0,1 al 4 % en peso en la fase líquida completa del sistema de reacción. La solubilidad del monóxido de carbono en la solución alimentada al evaporador en vacío se reduce llevando a cabo la reacción, mientras 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. Con el fin de reducir la pérdida de monóxido de carbono, es particularmente preferible que la concentración de la sal de yoduro sea del 6 al 25 % en peso (preferentemente 7 al 25 % en peso) y la concentración de agua sea del 0,1 al 6 % en peso (preferentemente
35 0,1 al 4 % en peso).
40

En la anterior reacción de carbonilación, la producción de ácido acético va acompañada de la producción de un éster del ácido acético producido con metanol (acetato de metilo), agua generada con la reacción de esterificación, acetaldehído adicional, ácido propiónico, y otros.
45

En el sistema de reacción, la generación de aldehídos puede ser debilitada o inhibida eliminando el aldehído en la corriente de recirculación de la(s) etapa(s) sucesiva(s) (por ejemplo, columna de destilación), o modificando las condiciones de reacción, por ejemplo, reduciendo la proporción del co-catalizador tal como un yoduro de alquilo y/o la presión parcial de hidrógeno. Además, la generación de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser debilitada
50 o inhibida ajustando la concentración de agua.
55

El rendimiento espacio-tiempo del ácido acético objetivo en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente 5 mol/lh a 50 mol/lh, preferentemente aproximadamente 8 mol/lh a 40 mol/lh, y más preferentemente aproximadamente 10 mol/lh a 30 mol/lh.
60

El componente gaseoso extraído de la parte superior (o de arriba) del reactor con el fin del control de la presión del reactor u otros se refrigera preferentemente con un condensador, un intercambiador de calor u otros medios para eliminar parte del calor de reacción. Es preferible que el componente gaseoso refrigerado se separe en un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, y otros) y
65 un componente no condensable (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, y otros), el componente líquido se

recircule al reactor y el componente no condensable se introduzca en el sistema depurador.

(Etapa de evaporación instantánea)

- 5 En la etapa de evaporación instantánea (evaporador en vacío), de la mezcla de reacción alimentada de la etapa de reacción, se separa una corriente de líquido (o una fracción de punto de ebullición más alto) que contiene al menos un componente de catalizador de punto de ebullición más alto (un componente de catalizador metálico, por ejemplo, un catalizador de rodio y una sal de yoduro) como un líquido (componente), y se separa una corriente vaporizada (o una fracción de punto de ebullición más bajo) (corriente de ácido acético) que contiene ácido acético como vapor
10 (componente).

La separación del componente de catalizador de rodio puede realizarse por un método de separación convencional o un aparato de separación convencional, y normalmente puede llevarse a cabo con el uso de una columna de destilación por evaporación instantánea. Además, el componente de catalizador de rodio puede separarse por medio
15 de destilación en combinación con un método de recogida de niebla o de sólido que se usa ampliamente en la aplicación industrial.

En la etapa de evaporación instantánea, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor (o corriente vaporizada) y el componente líquido (o corriente líquida) con o sin calentamiento. Por ejemplo, en la
20 evaporación instantánea adiabática, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con presión reducida, y en la evaporación instantánea termostática, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido con calentamiento y presión reducida. La mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido combinando estas condiciones de evaporación instantánea. Estas etapas de destilación por evaporación instantánea
25 pueden llevarse a cabo, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 80 a 200 °C bajo una presión (presión absoluta) de aproximadamente 50 a 1.000 kPa (por ejemplo, aproximadamente 100 a 1.000 kPa), preferentemente aproximadamente 100 a 500 kPa, y más preferentemente aproximadamente 100 a 300 kPa.

La etapa de evaporación instantánea puede estar compuesta de una única etapa, o puede estar compuesta de una
30 pluralidad de etapas en combinación. Además, puede usarse un evaporador en vacío de tipo columna de destilación. La corriente de líquido que contiene el componente de catalizador de punto de ebullición más alto (componente de catalizador de rodio) separada por una etapa tal se recircula normalmente al sistema de reacción. En la presente invención, un intercambiador de calor puede ser instalado en esta línea de recirculación para enfriar la corriente de líquido. La refrigeración de la fracción con el intercambiador de calor a una temperatura de, por ejemplo,
35 aproximadamente 20 a 220 °C, preferentemente aproximadamente 40 a 200 °C, y más preferentemente aproximadamente 60 a 180 °C, puede mejorar la eficiencia de eliminación de calor del sistema completo.

La corriente vaporizada (corriente de ácido acético) separada en el evaporador en vacío contiene un ácido acético producto, además, un co-catalizador tal como yoduro de hidrógeno o yoduro de metilo, un éster de ácido acético
40 producto con metanol (por ejemplo, acetato de metilo), agua, una pequeña cantidad de subproducto(s) (por ejemplo, acetaldehído y ácido propiónico). La corriente de ácido acético puede ser destilada en la primera columna de destilación y la segunda columna de destilación para producir un ácido acético purificado. En la presente invención, como el calor de reacción transferido de la solución de reacción al vapor de evaporación instantánea puede enfriarse parcialmente introduciendo parte de la corriente vaporizada (corriente de ácido acético) en un intercambiador de calor y condensando la corriente introducida, la eficiencia de eliminación de calor puede mejorarse, y puede producirse ácido acético con una alta pureza sin instalar una unidad de refrigeración de circulación externa en el reactor. La proporción (relación de alimentación) de la corriente que va introducirse en el intercambiador de calor en la corriente vaporizada separada por el evaporador en vacío es, por ejemplo, aproximadamente 1 al 50 % en peso, preferentemente aproximadamente 3 al 45 % en peso (por ejemplo, aproximadamente 4 al 30 % en peso), y más preferentemente aproximadamente 5 al 25 % en peso (particularmente aproximadamente 7 al 20 % en peso). En la presente invención, la introducción de la corriente vaporizada en el intercambiador de calor a una proporción tal (particularmente, 7 al 20 % en peso) permite la miniaturización eficaz del aparato sin disminuir la eficiencia de reacción. Además, la corriente vaporizada puede enfriarse con el intercambiador de calor a una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente 10 a 70 °C, preferentemente aproximadamente 10 a 50 °C, y más preferentemente
55 aproximadamente 10 a 30 °C. Como se ha descrito anteriormente, la pérdida de monóxido de carbono puede inhibirse controlando la concentración de cada componente en el sistema de reacción y refrigerando la cantidad anteriormente mencionada predeterminada de la corriente vaporizada a una temperatura tal, y la eficiencia de eliminación de calor puede mejorarse sin disminuir la eficiencia de reacción. Como se ha descrito anteriormente, el componente líquido en la corriente refrigerada puede recircularse al reactor, o puede purificarse con el tratamiento
60 de destilación y/o adsorción mencionado después u otros para dar ácido acético con una alta pureza. Con el fin de enfriar el reactor, se prefiere recircular el componente líquido al reactor. Por otra parte, el componente gaseoso en la corriente refrigerada se introduce preferentemente en el sistema depurador.

(Etapa de destilación)

65

La etapa de destilación no está particularmente limitada a una específica en tanto que la corriente vaporizada en la etapa de evaporación anteriormente mencionada se alimenta a la columna de destilación para destilar ácido acético. En la presente invención, como se ha descrito anteriormente, como el calor de reacción puede eliminarse condensando parte de la corriente vaporizada con el intercambiador de calor, puede reducirse el diámetro de columna de la columna de destilación y el tamaño del condensador unido a la columna. Así, el equipo de la planta se simplifica. La etapa de destilación puede ser una etapa en la que un tratamiento para eliminar el componente de punto de ebullición más bajo y un tratamiento para eliminar agua se llevan a cabo en una única columna de destilación (por ejemplo, una etapa que utiliza una columna de destilación descrita en la publicación de patente japonesa N.º 3616400) o una etapa en la que un tratamiento para eliminar el componente de punto de ebullición más bajo y un tratamiento para eliminar agua en una primera columna de destilación va seguido de una etapa de purificación adicional en una segunda columna de destilación. Considerando la eficiencia de purificación y otros, en la etapa de destilación preferida, el tratamiento para eliminar el componente de punto de ebullición más bajo se lleva a cabo principalmente en la primera columna de destilación, y el tratamiento para eliminar agua se lleva a cabo principalmente en la segunda columna de destilación.

15 (Primera columna de destilación)

Parte de la corriente de ácido acético (corriente vaporizada o fracción de punto de ebullición más bajo) alimentada del evaporador en vacío se introduce en el intercambiador de calor, y la corriente de ácido acético que queda (residual) se alimenta a la primera columna de destilación. En la primera columna de destilación, una fracción de punto de ebullición más bajo (o una primera fracción e cabeza) que contiene al menos parte de un componente de punto de ebullición más bajo (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y acetaldehído) y una fracción de punto de ebullición más alto (o una primera fracción de fondo) que contiene al menos parte de un componente de punto de ebullición más alto (por ejemplo, ácido propiónico y agua) se separan de la corriente de ácido acético residual, y se extrae una fracción de punto de ebullición bajo (una corriente lateral) que contiene al menos ácido acético por corte lateral.

Como se ha descrito anteriormente, la corriente de ácido acético alimentada a la primera columna de destilación no se limita a una corriente de ácido acético obtenida eliminando 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, yoduro de hidrógeno, el componente de punto de ebullición más bajo, el componente de punto de ebullición más alto, y otros; o simplemente puede ser una mezcla de estos componentes. Además, la mezcla de reacción del sistema de reacción puede alimentarse directamente como la corriente de ácido acético a la primera columna de destilación, y la primera fracción de fondo que contiene el componente de catalizador de rodio puede ser extraída del fondo de la primera columna de destilación.

Como primera columna de destilación, puede usarse, por ejemplo, una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno, y otras. Por casualidad, el material de la columna de destilación no se limita a uno específico, y puede usarse un vidrio, un metal, un cerámico, u otros. Usualmente, prácticamente se usa una columna de destilación hecha de un metal.

La temperatura y presión de destilación en la primera columna de destilación pueden seleccionarse adecuadamente dependiendo de la condición tal como la especie de la columna de destilación, o el principal sujeto (objetivo) para la eliminación seleccionado del componente de punto de ebullición más bajo y el componente de punto de ebullición más alto. Por ejemplo, para la columna de platos, la presión interna de la columna (normalmente, la presión de la parte superior de la columna) puede ser aproximadamente 0,01 a 1 MPa, preferentemente aproximadamente 0,01 a 0,7 MPa, y más preferentemente aproximadamente 0,05 a 0,5 MPa, en términos de presión manométrica.

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

Además, para la columna de platos, el número teórico de platos no está particularmente limitado a uno específico, y, dependiendo de la especie del componente que va a separarse, es aproximadamente 5 a 50, preferentemente aproximadamente 7 a 35, y más preferentemente aproximadamente 8 a 30. Además, con el fin de separar el acetaldehído altamente (o con una alta precisión) en la primera columna de destilación, el número teórico de platos puede ser aproximadamente 10 a 80, preferentemente aproximadamente 20 a 60, y más preferentemente aproximadamente 25 a 50.

En la primera columna de destilación, la relación de reflujo puede seleccionarse de, por ejemplo, aproximadamente 0,5 a 3.000, y preferentemente aproximadamente 0,8 a 2.000 dependiendo del número de platos teórico anteriormente mencionado, o puede reducirse aumentando el número de platos teórico. Por casualidad, la fracción de punto de ebullición más bajo obtenida eliminando el componente de catalizador de punto de ebullición más alto de la etapa de evaporación instantánea no se somete necesariamente a reflujo, y puede ser alimentada de la parte

superior de la primera columna de destilación.

Como la primera fracción de cabeza separada de la primera columna de destilación contiene un componente útil (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y agua), la primera fracción de cabeza puede ser licuada por un condensador, un intercambiador de calor, u otros medios y luego recircularse al reactor y/o la primera columna de destilación. En este caso, con el fin de eliminar el calor de reacción en el reactor, el componente líquido puede recircularse al reactor. Por casualidad, el componente de gas de escape (por ejemplo, monóxido de carbono e hidrógeno) puede eliminarse del componente líquido para recircular el componente líquido que queda (residual). Además, entre los componentes de punto de ebullición más bajo en la primera fracción de cabeza, el acetaldehído deteriora la calidad del ácido acético como producto final. Así, si fuera necesario, después de eliminar el acetaldehído (por ejemplo, después de eliminar el acetaldehído sometiendo la fracción que contiene las impurezas de punto de ebullición más bajo a la etapa de separación de acetaldehído después mencionada (columna de separación de acetaldehído)), el (los) componente(s) que queda(n) puede(n) recircularse al sistema de reacción y/o la primera columna de destilación. Por casualidad, el componente de gas de escape puede introducirse en el sistema depurador.

La primera fracción de fondo (solución 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 ser evaporado, las impurezas de punto de ebullición más bajo, y otros. Así, si fuera necesario, la primera fracción de fondo puede recircularse al sistema de reacción y/o el evaporador en vacío. Por casualidad, antes de la recirculación, el ácido propiónico, que deteriora la calidad del ácido acético como producto final, puede separarse por eliminación.

(Segunda columna de destilación)

En la segunda columna de destilación, el yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición más bajo y un componente de punto de ebullición más alto, cada uno de los cuales queda sin ser separado, se eliminan en la primera columna de destilación con alta precisión 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. Además, la temperatura interna de la columna, la presión interna de la columna, el número teórico de platos, y la relación de reflujo en la segunda columna de destilación, pueden seleccionarse dependiendo de la especie de la columna de destilación, por ejemplo, pueden seleccionarse del mismo intervalo (similar) con el intervalo de la primera columna de destilación anterior.

Como la segunda fracción de cabeza separada de la segunda columna de destilación contiene un componente útil tal como agua, yoduro de metilo, o acetato de metilo, la segunda fracción de cabeza puede recircularse directamente al reactor y/o la segunda columna de destilación. Además, como la segunda fracción de cabeza contiene acetaldehído, la segunda fracción de cabeza, por ejemplo, puede recircularse después de eliminar el acetaldehído con la columna de separación de aldehído mencionada después, si fuera necesario. Por casualidad, el componente de gas de escape puede introducirse en el sistema depurador.

Además, la segunda fracción de fondo puede descargarse del fondo o parte más baja de la columna. Como la segunda fracción de fondo separada de la segunda columna de destilación es rica en ácido propiónico, un compuesto de aldehído, un compuesto de éster de acetato, un compuesto de yoduro de alquilo, un compuesto de yoduro de metal, y otros, la segunda fracción de fondo puede desecharse directamente (o eliminarse). Por casualidad, como la segunda fracción de fondo contiene además agua o ácido acético, si fuera necesario, la segunda fracción de fondo de la que se elimina el ácido propiónico y/o se recupera, puede recircularse al sistema de reacción.

En la segunda columna de destilación, la corriente de ácido acético purificada se extrae por corte lateral. La posición del puerto de corriente lateral puede normalmente estar en una parte central o más baja de la columna de destilación. Por casualidad, mediante la extracción de la corriente de ácido acético del puerto de corriente lateral que existe en una posición superior con respecto al puerto inferior para la extracción de la segunda fracción de fondo, la corriente lateral y la segunda fracción de fondo pueden separarse eficientemente.

(Etapas de eliminación de yoduro)

El ácido acético purificado recuperado por corte lateral de la segunda columna de destilación se introduce normalmente en una columna para un ácido acético producto y se obtiene un ácido acético producto. Antes de la introducción en la columna para un ácido acético producto, el ácido acético purificado puede someterse adicionalmente a una etapa de eliminación de yoduro para eliminar un yoduro (por ejemplo, un yoduro de alquilo C₁₋₁₅ tal como yoduro de hexilo o yoduro de decilo).

En la etapa de eliminación de yoduro, la corriente de ácido acético puede ponerse en contacto con un eliminador (agente de eliminación o material) que tiene una capacidad de eliminación de yoduro o adsorbabilidad de yoduro

(por ejemplo, una zeolita, un carbono activo y una resina de intercambio iónico). Con el fin de eliminar eficientemente el yoduro de la corriente de ácido acético que se obtiene continuamente (en un sistema continuo), se usa ventajosamente una resina de intercambio iónico que tiene la capacidad de eliminación de yoduro o adsorbabilidad de yoduro, particularmente una columna de eliminación de yoduro provista de la resina de intercambio iónico en ella.

5 La resina de intercambio iónico que va a usarse es normalmente una resina de intercambio iónico (normalmente una resina de intercambio catiónico) en la que al menos parte del sitio activo (por ejemplo, normalmente 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
10 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 ácido fuerte y una resina de intercambio catiónico ácido débil (suave), y la preferida incluye una resina de intercambio catiónico ácido fuerte, por ejemplo, una resina de intercambio iónico macrorreticular, y similares.

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

Al menos el poner en contacto la corriente de ácido acético de la segunda columna de destilación con la resina de
20 intercambio iónico (preferentemente haciendo pasar la corriente de ácido acético a través de la resina de intercambio iónico) logra la eliminación del yoduro. Mientras se pone en contacto con (o se hace pasar a través de) la resina de intercambio iónico, si fuera necesario, la temperatura de la corriente de ácido acético puede aumentarse (o elevarse) escalonadamente. La elevación de temperatura escalonada garantiza inhibir el flujo de salida o efusión del metal de la resina de intercambio iónico, además de eliminar el yoduro eficientemente.

25 Ejemplos de la columna de eliminación de yoduro pueden incluir un relleno de columna de relleno dentro de ella, al menos la resina de intercambio iónico que se intercambia con un metal, una columna provista de un lecho de una resina de intercambio iónico (por ejemplo, un lecho que comprende una resina en partículas) (un pre-lecho) y similares. La columna de eliminación de yoduro puede proporcionarse con la resina de intercambio iónico de metal
30 intercambiado, 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. Incluso cuando el metal sea vertido de la resina de intercambio iónico de metal intercambiado, la disposición de la resina de intercambio catiónico en el lado aguas abajo de la resina de intercambio iónico de metal intercambiado (por ejemplo, disposición de la resina de intercambio catiónico por relleno, o disposición de la resina de intercambio catiónico como un lecho
35 de resina) permite que el metal vertido sea capturado con la resina de intercambio catiónico y se elimine de la corriente de ácido acético.

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

40 La tasa de la corriente de ácido acético que va a pasar a través no se limita a una específica, y puede ser, por ejemplo, en una columna de eliminación de yoduro que utiliza un pre-lecho, por ejemplo, aproximadamente 3 a 15 BV/h (volumen de lecho por hora), preferentemente aproximadamente 5 a 12 BV/h, y más preferentemente aproximadamente 6 a 10 BV/h.

45 En la etapa de eliminación de yoduro, la corriente de ácido acético puede ponerse al menos en contacto con la resina de intercambio iónico de metal intercambiado. Por ejemplo, la columna de eliminación de yoduro puede comprender una columna provista de la resina de intercambio iónico de metal intercambiado y una columna provista de otra resina de intercambio iónico. Por ejemplo, la columna de eliminación de yoduro puede comprender una
50 columna de resina de intercambio aniónico, y una columna de resina de intercambio iónico de metal intercambiado en el lado aguas debajo de la columna de resina de intercambio aniónico, o puede comprender una columna de resina de intercambio iónico de metal intercambiado, y una columna de resina de intercambio catiónico en el lado aguas debajo de la columna de resina de intercambio iónico de metal intercambiado. Para detalles del ejemplo anterior puede remitirse al documento WO02/062740, y otros.

55 (Etapa de separación de acetaldehído)

Cuando la fracción que contiene acetaldehído generado mediante la reacción se recircula y se circula al sistema de
60 reacción, la(s) columna(s) de destilación, y otros, aumenta la cantidad de subproducto(s) tal como ácido propiónico, un aldehído insaturado, o un yoduro de alquilo. Así, se prefiere eliminar el acetaldehído en la solución para ser recirculado al sistema de reacción y/o la columna de destilación. El método para separar el acetaldehído puede comprender alimentar una solución de recirculación (una solución que va a recircularse) a la columna de separación de acetaldehído para separar una fracción de punto de ebullición más bajo que contiene acetaldehído y una fracción de punto de ebullición más alto que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, y otros, y entonces separar
65 el acetaldehído de encima o de la parte superior de la columna de separación de aldehído, con el componente de

gas de escape (por ejemplo, monóxido de carbono e hidrógeno). Además, el componente de gas de escape puede ser previamente eliminado con un condensador o una unidad de refrigeración antes de la separación del acetaldehído. Además, como la fracción de punto de ebullición más alto obtenida eliminando el acetaldehído como la fracción de punto de ebullición más bajo contiene yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, y similares, la fracción de punto de ebullición más alto 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, una columna de destilación por evaporación instantánea, y otros.

10

La temperatura (la temperatura de la parte superior de la columna) y la presión (la presión de la parte superior de la columna) en la columna de separación de acetaldehído pueden seleccionarse dependiendo de las cantidades respectivas y la relación cuantitativa de acetaldehído y yoduro de metilo, además de la especie de la columna de destilación, y no está particularmente limitado a una específica en tanto que al menos el acetaldehído sea separable como una fracción de punto de ebullición más bajo de la(s) fracción (fracciones) de cabeza obtenida(s) en la primera y/o segunda columna(s) de destilación utilizando diferencia entre el acetaldehído y otros componentes (particularmente yoduro de metilo) en el punto de ebullición. Por ejemplo, para la columna de platos, la presión de la parte superior de la columna es aproximadamente 10 a 1.000 kPa, preferentemente aproximadamente 10 a 700 kPa, y más preferentemente aproximadamente 100 a 500 kPa como presión absoluta. La temperatura interna de la columna (la temperatura de la parte superior de la columna) es, por ejemplo, aproximadamente 10 a 80 °C, preferentemente aproximadamente 20 a 70 °C, y más preferentemente aproximadamente 40 a 60 °C. El número teórico de platos puede ser, por ejemplo, aproximadamente 5 a 80, preferentemente aproximadamente 8 a 60, y más preferentemente aproximadamente 10 a 50.

15

20

25

30

En la columna de separación de acetaldehído, la relación de reflujo puede seleccionarse de aproximadamente 1 a 1000, preferentemente aproximadamente 10 a 800, y preferentemente aproximadamente 50 a 600 (por ejemplo, aproximadamente 100 a 600) dependiendo del número teórico de platos anteriormente mencionado. Además, la fracción de punto de ebullición más bajo que contiene acetaldehído contiene algo de yoduro de metilo, y el acetaldehído y el yoduro de metilo pueden separarse adicionalmente a través de una etapa adicional, por ejemplo, una etapa de extracción de agua o una etapa de destilación.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos están previstos para describir la presente invención en más detalle y no deben ni mucho menos interpretarse como que definen el alcance de la invención.

35

Ejemplo comparativo 1

Como una planta para producir ácido acético en un tiempo de operación de 8000 horas por año y una producción anual de 500.000 t, se realizaron los siguientes experimentos. La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó sin usar un intercambiador de calor E3 para refrigerar una fracción de punto de ebullición más alto separada en un evaporador en vacío V2 y sin usar un intercambiador de calor E4 para refrigerar parte de una fracción de punto de ebullición más bajo separada en el evaporador en vacío V2 y una línea para el intercambiador de calor E4. Como condiciones de reacción, la presión de reacción fue 2,76 MPaG (presión manométrica), la temperatura de reacción fue 185 °C y la presión parcial del monóxido de carbono fue 1,06 MPaA (presión absoluta). La operación se realizó continuamente mientras que se mantenía la concentración de cada componente en la solución de reacción a agua del 8 % en peso, acetato de metilo del 2 % en peso, yoduro de metilo del 13 % en peso, yoduro de litio del 13 % en peso, y rodio de 600 ppm. La cantidad de calor de reacción generado fue $3,4 \times 10^7$ kcal/ hora. En esta planta, el calor de reacción se eliminó usando un condensador E1 unido a un reactor V1 y un condensador E2 unido a una primera columna de destilación T1.

45

50

Ejemplo 1

La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó continuamente del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 1. Específicamente, el calor de reacción se eliminó usando el condensador E1, el condensador E2, el intercambiador de calor E3 y el intercambiador de calor E4. El rendimiento y la pureza del ácido acético resultante en el Ejemplo 1 fueron casi los mismos que aquellos en el Ejemplo comparativo 1.

55

Se compararon el equilibrio de la cantidad de calor en la planta del Ejemplo comparativo 1 y aquél en la planta del Ejemplo 1. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

60

[Tabla 1]

Tabla 1 Equilibrio de la cantidad de calor [unidad: kcal/hora]

E1	E2	E3	E4	Cantidad total
----	----	----	----	----------------

ES 2 645 007 T3

Ej. comp. 1	1,9x10 ⁵	3,4x10 ⁷	—	—	3,4x10 ⁷
Ej. 1	1,9x10 ⁵	2,0x10 ⁷	7,1x10 ⁶	6,3x10 ⁶	3,4x10 ⁷

Además, suponiendo que la cantidad de alimentación (t/hora) del condensador E1 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, la cantidad de alimentación de la primera columna de destilación T1, la del intercambiador de calor E3 y la del intercambiador de calor E4 se expresaron como valores relativos. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

5

[Tabla 2]

	E1	T1	E3	E4
Ej. comp. 1	1	115	—	—
Ej. 1	1	69	191	21

10 Además, suponiendo que el coste de equipo (unidad: cien millones de yenes) del condensador E2 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, el coste de equipo del condensador E3, el del condensador E4, el del evaporador en vacío V2, el de la primera columna de destilación T1 y el de la segunda columna de destilación T2 se expresaron como valores relativos.

15 Los resultados se muestran en la Tabla 3. Por casualidad, el coste de equipo del condensador E1 se omitió debido a que no había diferencia entre el Ejemplo comparativo 1 y el Ejemplo 1.

[Tabla 3]

20

	E2	E3	E4	V2	T1	T2	Coste total de E2 a T1
Ej. comp. 1	1	—	—	0,48	0,78	1,11	2,26
Ej. 1	0,63	0,20	0,26	0,39	0,66	1,11	2,14

Como se muestra en los resultados de la Tabla 3, el coste de equipo del Ejemplo 1 es el 6,2 % (aproximadamente 140 millones de yenes) más bajo que el del Ejemplo comparativo 1. Es decir, el uso del intercambiador de calor E3, el intercambiador de calor E4 y una línea para los mismos miniaturiza el evaporador en vacío V2, la primera columna de destilación T1 y el condensador E2, y se reduce el coste de equipo.

25

Ejemplo comparativo 2

Como una planta para producir ácido acético en un tiempo de operación de 8000 horas por año y una producción anual de 500.000 t, se realizaron los siguientes experimentos. La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó sin usar el intercambiador de calor E4 y una línea para el intercambiador de calor E4. Como condiciones de reacción, la presión de reacción fue 2,76 MPaG (presión manométrica), la temperatura de reacción fue 185 °C y la presión parcial del monóxido de carbono fue 1,06 MPaA (presión absoluta). La operación se realizó continuamente mientras que se mantenía la concentración de cada componente en la solución de reacción en agua del 8 % en peso, acetato de metilo del 2 % en peso, yoduro de metilo del 13 % en peso, yoduro de litio del 13 % en peso, y rodio de 600 ppm. La cantidad de calor de reacción generado fue 3,4 x 10⁷ kcal/hora. En esta planta, el calor de reacción se eliminó usando el condensador E1, el condensador E2 y el intercambiador de calor E3.

35

Ejemplo 2

40

La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó continuamente del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 2. Específicamente, el calor de reacción se eliminó usando el condensador E1, el condensador E2, el intercambiador de calor E3 y el intercambiador de calor E4. Por casualidad, como se describe después, el Ejemplo 2 es diferente en la cantidad de alimentación del Ejemplo 1. El rendimiento y la pureza del ácido acético resultante en el Ejemplo 2 fueron casi los mismos que aquellos en el Ejemplo comparativo 2.

45

Se compararon el equilibrio de la cantidad de calor en la planta del Ejemplo comparativo 2 y aquél en la planta del Ejemplo 2. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

50 [Tabla 4]

	E1	E2	E3	E4	Cantidad total
Ej. comp. 2	1,9x10 ⁵	2,2x10 ⁷	1,2x10 ⁷	—	3,4x10 ⁷
Ej. 2	1,9x10 ⁵	2,0x10 ⁷	1,2x10 ⁷	2,5x10 ⁶	3,4x10 ⁷

Además, suponiendo que la cantidad de alimentación (t/hora) del condensador E1 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, la cantidad de alimentación de la primera columna de destilación T1, la del intercambiador de calor E3, la del intercambiador de calor E4 y la de la segunda columna de destilación T2 se expresaron como valores relativos. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

5

[Tabla 5]

	E1	T1	E3	E4	T2
Ej. comp. 2	1	75	172	—	40
Ej. 2	1	68	172	8	36

10 Además, suponiendo que el coste de equipo (unidad: cien millones de yenes) del condensador E2 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, el coste de equipo del condensador E2, el del condensador E3, el del condensador E4, el del evaporador en vacío V2, el de la primera columna de destilación T1 y el de la segunda columna de destilación T2 se expresaron como valores relativos. Los resultados se muestran en la Tabla 6. Por casualidad, el coste de equipo del condensador E1 se omitió debido a que no había diferencia entre el Ejemplo comparativo 2 y el Ejemplo 2.

15

[Tabla 6]

	E2	E3	E4	V2	T1	T2	Coste total de E2 a T1	Coste total de E2 a T2
Ej. comp. 2	0,65	0,34	—	0,42	0,72	1,03	2,13	3,16
Ej. 2	0,59	0,34	0,10	0,38	0,65	0,93	2,06	2,99

20 Como se muestra en los resultados de la Tabla 6, el coste de equipo del Ejemplo 2 es el 8,8 % más bajo que el de Ejemplo comparativo 1 y el 5,4 % más bajo que el de Ejemplo comparativo 2. Es decir, el uso del intercambiador de calor E4 y una línea para el mismo miniaturiza el evaporador en vacío V2, la primera columna de destilación T1, el condensador E2 y la segunda columna de destilación T2, y se reduce el coste de equipo.

25 Ejemplo comparativo 3

Como una planta para producir ácido acético en un tiempo de operación de 8000 horas por año y una producción anual de 500.000 t, se realizaron los siguientes experimentos. La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó instalando una unidad de refrigeración de circulación externa E6 en el reactor en lugar del intercambiador de calor E4 y una línea para el mismo. Como condiciones de reacción, la presión de reacción era 2,76 MPaG (presión manométrica), la temperatura de reacción era 185 °C, y la presión parcial del monóxido de carbono era 1,15 MPaA (presión absoluta). La operación se realizó continuamente mientras que se mantenía la concentración de cada componente en la solución de reacción en agua del 2,5 % en peso, acetato de metilo del 3 % en peso, yoduro de metilo del 9 % en peso, yoduro de litio del 15 % en peso, y rodio de 900 ppm. La cantidad de calor de reacción generado fue $3,4 \times 10^7$ kcal/hora. En esta planta, el calor de reacción se eliminó usando el condensador E1, el condensador E2, el intercambiador de calor E3, la unidad de refrigeración de circulación externa E6.

30

35

Ejemplo 3

40 La planta mostrada en el diagrama de la Fig. 1 operó continuamente del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 3. Específicamente, el calor de reacción se eliminó usando el condensador E1, el condensador E2, el intercambiador de calor E3 y el intercambiador de calor E4. El rendimiento y la pureza del ácido acético resultante en el Ejemplo 3 fueron casi los mismos que aquellos en el Ejemplo comparativo 3.

45 Se compararon el equilibrio de la cantidad de calor en la planta del Ejemplo comparativo 3 y aquél en la planta del Ejemplo 3. Los resultados se muestran en la Tabla 7.

[Tabla 7]

50

	E1	E2	E3	E4	E6	Cantidad total
Ej. comp. 3	$6,2 \times 10^9$	$1,1 \times 10^7$	$0,6 \times 10^7$	—	$1,6 \times 10^7$	$3,4 \times 10^7$
Ej. 3	$6,2 \times 10^9$	$1,1 \times 10^7$	$1,0 \times 10^7$	$1,2 \times 10^7$	—	$3,4 \times 10^7$

Además, suponiendo que la cantidad de alimentación (t/hora) del condensador E1 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, la cantidad de alimentación de la primera columna de destilación T1, la del intercambiador de calor E3, la del intercambiador de calor E4, la de la segunda columna de destilación T2, y la de la unidad de refrigeración de

circulación externa se expresaron como valores relativos. Los resultados se muestran en la Tabla 8.

[Tabla 8]

5

	E1	T1	E3	E4	E6	T2
Ej. comp. 3	3	54	149	—	155	32
Ej. 3	3	54	253	38	—	32

A partir de los resultados de la Tabla 8, aunque la cantidad de alimentación al intercambiador de calor E3 en el Ejemplo 3 es mayor que la del Ejemplo comparativo 3, la diferencia entre ambas cantidades de alimentación es más pequeña que la cantidad de alimentación de la unidad de refrigeración de circulación externa E6.

10

Además, suponiendo que el coste de equipo (unidad: cien millones de yenes) del condensador E2 en el Ejemplo comparativo 1 era 1, el coste de equipo del condensador E2, el del condensador E3, el del condensador E4, el de la unidad de refrigeración de circulación externa E6, el del evaporador en vacío V2, el de la primera columna de destilación T1 y el de la segunda columna de destilación T2 se expresaron como valores relativos. Los resultados se muestran en la Tabla 9. Por casualidad, el coste de equipo del condensador E1 se omitió debido a que no había diferencia entre el Ejemplo comparativo 3 y el Ejemplo 3.

15

[Tabla 9]

20

	E2	E3	E4	E6	V2	T1	T2	Coste total de E2 a T1	Coste total de E2 a T2
Ej. comp. 3	0,46	0,21	—	0,81	0,21	0,80	0,78	2,49	3,27
Ej. 3	0,46	0,37	0,56	—	0,30	0,80	0,78	2,49	3,27

A partir de los resultados de la Tabla 9, el coste de equipo en el Ejemplo comparativo 3 es igual a aquél en el Ejemplo 3. Además, se estimaron la cantidad perdida de monóxido de carbono, la cantidad de vapor y agua refrigerada, y el coste proporcional del total de estas cantidades. Los resultados se muestran en la Tabla 10. Por casualidad, para comparación, se realizó el Ejemplo comparativo 4 y se estimó del mismo modo que en el Ejemplo comparativo 3, excepto que la concentración de agua era del 8 % en peso, la concentración de acetato de metilo era del 1,6 % en peso, la concentración de yoduro de metilo era del 13 % en peso, la concentración de yoduro de litio era del 5 % en peso y la concentración de rodio era 600 ppm.

25

30 [Tabla 10]

	Pérdida de CO	Vapor y agua refrigerada	Cantidad total de pérdida de CO y vapor y agua refrigerada	Concentración de agua	Concentración de Lil
Ej. comp. 3	1	1	1	2,5	15
Ej. comp. 4	2,2	—	—	8	5
Ej. 3	1,7	1	1,3	2,5	15

A partir de los resultados de la Tabla 10, la solubilidad del monóxido de carbono que va a alimentarse al evaporador en vacío se reduce disminuyendo el contenido de agua y aumentando la concentración de yoduro de litio en la solución de reacción, y se inhibe la pérdida de monóxido de carbono. Sin embargo, los Ejemplos comparativos 3 y 4 que usan la unidad de refrigeración de circulación externa son algunas veces imposibles de operación debido a la sedimentación de rodio. Además, considerando la pérdida de rodio, el coste proporcional del Ejemplo 3 es significativamente más bajo que el del Ejemplo comparativo 3.

40

Aplicabilidad industrial

El procedimiento para la producción de la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción industrial de ácido acético, particularmente un procedimiento para la producción de ácido acético continuo en una planta de gran tamaño, y es útil para obtener un ácido acético altamente purificado en un equipo que ahorra recursos y que ahorra energía.

45

Descripción de números de referencia

50 1 Reactor

2 Evaporador en vacío

3 Primera columna de destilación

4 Segunda columna de destilación
5, 8, 9 Condensador
6, 7 Intercambiador de calor

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de ácido acético, que comprende

5 una etapa de reacción para permitir continuamente que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetil éter y acetato de metilo reaccione con monóxido de carbono en un sistema catalizador que comprende un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo en presencia de ácido acético y agua en un reactor,

10 una etapa de evaporación instantánea para alimentar continuamente un evaporador en vacío con un medio de reacción líquido extraído del reactor para separar una corriente de líquido y una corriente vaporizada del medio de reacción líquido, y

15 una etapa de destilación para alimentar una columna de destilación con la corriente vaporizada para obtener un ácido acético purificado,

en el que parte de la corriente vaporizada se introduce en un intercambiador de calor para la condensación, y una corriente licuada condensada por el intercambiador de calor se recircula al reactor.

20 2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que del 1 al 50 % en peso de la corriente vaporizada se introduce en el intercambiador de calor.

3. El procedimiento según cualquiera de la reivindicación 1 ó 2, en el que una corriente de ácido acético obtenida de la etapa de destilación para purificar ácido acético se somete a un tratamiento de destilación y/o adsorción adicional
25 para obtener un ácido acético más purificado.

4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la corriente de líquido separada por el evaporador en vacío se introduce en el intercambiador de calor y se refrigera, y seguidamente la corriente refrigerada se recircula al reactor.

30 5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que cada uno de un componente gaseoso del reactor y una fracción de cabeza de la columna de destilación es condensado mediante un condensador.

35 6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el reactor es un reactor sin una unidad para la eliminación de calor o de refrigeración.

7. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que, en la etapa de reacción, la reacción se realiza manteniendo el sistema de reacción a concentraciones de la sal de yoduro del 2 al 25 % en peso,
40 yoduro de metilo del 1 al 20 % en peso, acetato de metilo del 0,1 al 30 % en peso, y agua del 0,1 al 10 % en peso en una fase líquida completa del sistema de reacción.

8. El procedimiento según la reivindicación 7, en el que la concentración de la sal de yoduro es del 6 al 25 % en peso, y la concentración de agua es del 0,1 al 6 % en peso.

45

[Fig. 1]

