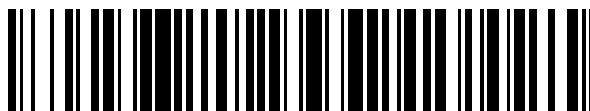


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 651 953**

51 Int. Cl.:

C07C 51/44	(2006.01)
B01J 23/46	(2006.01)
C07C 51/12	(2006.01)
C07C 53/08	(2006.01)
C07B 61/00	(2006.01)
B01J 27/13	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2011 PCT/JP2011/077845**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.06.2012 WO12081417**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2011 E 11848297 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.11.2017 EP 2653460**

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

30 Prioridad:

15.12.2010 JP 2010279798

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

30.01.2018

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;
UENO TAKASHI y
NAKAJIMA HIDEHIKO**

74 Agente/Representante:

MILTENYI, Peter

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 651 953 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 al tiempo que se inhibe de manera eficaz un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en un evaporador instantáneo (evaporador ultrarrápido) para destilar una mezcla de reacción de un reactor.

Técnica anterior

10 Se han conocido diversos procedimientos industriales de producción 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 investigó recientemente la mejora en las condiciones y catalizadores de reacción, 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 se comparó la reacción en una condición de bajo contenido en agua con la condición convencional.

20 Según el procedimiento, se produce habitualmente ácido acético permitiendo que reaccione metanol con monóxido de carbono, sometiendo la mezcla de reacción resultante que contiene ácido acético a destilación (destilación instantánea) en un evaporador ultrarrápido (evaporador instantáneo), sometiendo un componente vaporizado por la destilación a destilación adicional, y separando (purificando adicionalmente) un componente que contiene ácido acético. La mezcla de reacción contiene ácido acético producto, yoduro de metilo y otros. Cuando se aumenta la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo en respuesta a las condiciones de destilación (por ejemplo, un cambio de composición (formulación), un cambio de presión y un cambio de temperatura), puede precipitarse la corrosión del evaporador instantáneo. Es decir, puesto que la destilación instantánea es una única destilación continua, no se condensa habitualmente yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo (o el efecto de la condensación apenas se muestra). Sin embargo, además del yoduro de hidrógeno contenido en la mezcla de reacción, hay yoduro de hidrógeno recién producido en el evaporador instantáneo (por ejemplo, se produce yoduro de hidrógeno mediante una reacción de yoduro de metilo con ácido acético debido a una disminución de la concentración de acetato de metilo o se produce mediante una reacción de yoduro de litio con ácido acético debido a un aumento en yoduro de litio). Cuando se somete un componente que contiene el yoduro de hidrógeno a una columna de destilación para la separación de ácido acético o cuando se recircula al reactor un residuo (residuo líquido o fracción de la parte de abajo) tras la separación del componente vaporizado, el sistema de reacción puede verse afectado de manera adversa, y adicionalmente puede precipitarse la corrosión del/de los dispositivo(s) periférico(s). Por tanto, es preferible que se evite la elevación de la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo. Aunque ya se conoce una técnica para inhibir la condensación de yoduro de hidrógeno en una columna de destilación tal como columna de platos, columna de relleno, no se conoce una técnica estrechamente enfocada en yoduro de hidrógeno en una destilación instantánea para la mezcla de reacción.

40 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 evitar la condensación de yoduro de hidrógeno en el sistema de destilación. Con respecto a una mezcla que aplica el procedimiento, el documento da a conocer que el procedimiento puede aplicarse a una mezcla de reacción (o composición de reacción líquida) o a un componente ligero que se separa de la mezcla de reacción mediante una primera destilación y es rico en un componente de bajo punto de ebullición (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). En los ejemplos de este documento, se examina un procedimiento (específicamente, un componente volátil separado mediante una destilación instantánea de una mezcla de reacción) libre de un yoduro iónico (tal como yoduro de litio) para determinar el efecto de la concentración de agua en la condensación de yoduro de hidrógeno. Tal como se describió anteriormente, el fin del documento de patente 1 es condensar yoduro de hidrógeno en la destilación, y no se ha examinado la disminución de yoduro de hidrógeno en un evaporador instantáneo.

55 La solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 6-40998 (JP-6-40998A, documento de patente 2) da a conocer un procedimiento para producir ácido acético permitiendo que reaccione metanol con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de rodio y yoduro de metilo, comprendiendo el procedimiento una etapa para realizar de manera continua la reacción a una concentración de agua de no más del 10% en peso en la disolución de reacción, retirar continuamente la disolución de reacción para introducir una etapa de evaporación en la que la presión es menor que la condición de reacción, y separar un componente de vaporización y un componente sin vaporización que contiene rodio; y en la etapa, (a) se introduce hidrógeno y se lleva a cabo la evaporación con la condición de que la presión parcial de hidrógeno sea al menos de no menos de 0,1 atmósferas, o/y (b) el componente sin vaporización que contiene el rodio separado se trata con al menos hidrógeno que tiene una presión

parcial de hidrógeno de no menos de 0,1 atmósferas y no menos de 0,1 atmósferas de monóxido de carbono y luego se devuelve al reactor para su recirculación. El documento da a conocer en los ejemplos que la disolución de reacción se somete a destilación instantánea a una temperatura de líquido de la parte de abajo de 120 a 138°C para evaporar hasta la mitad de ese volumen, se obtiene una disolución condensada que contiene el 0,5% en peso de yoduro de metilo, el 0,2% en peso de acetato de metilo, y otros. Sin embargo, no se tiene en consideración el yoduro de hidrógeno en la destilación instantánea.

El documento EP1364937 D1 da a conocer (párrafo [0016]; párrafo [0049]; ejemplos) un procedimiento en el que el componente de alto punto de ebullición incluye el 1% de acetato de metilo, el 9% de agua en los ejemplos y da a conocer en la descripción que el contenido de agua se selecciona desde el 1 hasta el 15% en la mezcla de catalizador líquida. Sin embargo, el documento EP1364937 no se pronuncia sobre el porcentaje de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida, excepto en los ejemplos.

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-6-40998A (reivindicaciones y párrafo n.º [0020])

Sumario de la invención

Problemas a resolver por la invención

Por tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir ácido acético al tiempo que se inhibe (o evita) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en un evaporador instantáneo.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético, evitando el procedimiento la corrosión de un evaporador instantáneo.

Medios para resolver los problemas

Básicamente, la composición (formulación) de la disolución de reacción (o mezcla de reacción) depende teóricamente de una temperatura de reacción, una presión en una destilación instantánea, y otros en una condición adiabática. Basándose en la información de la teoría del equilibrio, los inventores de la presente invención examinaron un método para inhibir el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en un evaporador instantáneo en una etapa de destilación instantánea de una mezcla de reacción obtenida mediante una reacción de carbonilación de metanol usando un sistema de catalizador que contiene un catalizador de metal, un yoduro iónico (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino) y yoduro de metilo. Sin embargo, la temperatura, la presión y la composición pueden establecerse de manera arbitraria, y la combinación de la misma cambia de diferentes formas las condiciones de destilación instantánea. Además, hay una variedad de reacciones implicadas en la producción de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo, y estas reacciones son complicadas. Por tanto, fue en realidad difícil inhibir de manera estable la producción de yoduro de hidrógeno y el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno, al tiempo que se mantenía una producción suficientemente eficaz de ácido acético, basándose en una teoría de equilibrio sencilla.

Los inventores de la presente invención realizaron estudios intensivos para lograr los objetos anteriores y, finalmente, encontraron que el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo se inhibe llevando a cabo una destilación mientras se ajusta la composición de un componente específico en un componente líquido residual (mezcla de catalizador líquida) que se separa de un componente volátil en la destilación instantánea; que la inhibición del aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno evita la corrosión del evaporador instantáneo y reduce además los efectos adversos (por ejemplo, corrosión) provocados por el yoduro de hidrógeno en todo el procedimiento al que se alimenta el componente volátil o la mezcla de catalizador líquida del evaporador instantáneo [por ejemplo, una columna de destilación para someter un componente volátil a una destilación adicional, o instalaciones (o equipos) secundarias de las mismas (por ejemplo, un intercambiador de calor tal como una bomba de circulación, un condensador o un hervidor); instalaciones (o equipos) secundarias para recircular una mezcla de catalizador líquida a un reactor (por ejemplo, un intercambiador de calor y una bomba de circulación); y líneas de alimentación para estas columna de destilación e instalaciones secundarias]. La presente invención se logró 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 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 (por ejemplo, un catalizador de rodio), un yoduro iónico (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino tal como yoduro de litio) y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación, una etapa de destilación instantánea para alimentar de manera continua un evaporador ultrarrápido con una mezcla de reacción del reactor y separar un componente volátil que contiene al

5 menos ácido acético producto, acetato de metilo y yoduro de metilo mediante destilación instantánea para separar el componente volátil y una mezcla de catalizador líquida que contiene al menos el catalizador de metal y el yoduro iónico, y una etapa de recogida de ácido acético para separar una corriente que contiene ácido acético del componente volátil para recoger ácido acético; en el que, en la etapa de destilación instantánea, la destilación instantánea se lleva a cabo en la condición de que la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida no sea menor del 0,6% en peso.

10 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 en base al peso. Además, la concentración de ácido acético en la mezcla de catalizador líquida puede ser de no menos del 40% en peso. Según la presente invención, el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador ultrarrápido puede inhibirse al tiempo que se garantiza una producción suficientemente eficaz (o velocidad de reacción) de ácido acético.

15 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 de aproximadamente el 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 de aproximadamente el 0,01 al 4% en peso, la concentración de ácido acético puede ser de aproximadamente el 50 al 85% en peso, la concentración de acetato de metilo puede ser de aproximadamente el 0,7 al 5% en peso, y la concentración de agua puede ser de aproximadamente el 0,8 al 8% en peso.

20 En la etapa de destilación instantánea, la destilación instantánea puede realizarse a una presión absoluta de 0,1 a 0,5 MPa al tiempo que se mantiene la temperatura de la mezcla de catalizador líquida (la temperatura de destilación instantánea) a de aproximadamente 100 a 170°C.

25 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.

30 Según la presente invención, la condensación o producción de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo puede inhibirse ajustando (o controlando) la concentración de acetato de metilo u otros, y entonces puede inhibirse la corrosión del evaporador instantáneo.

35 En el método, la concentración de yoduro de hidrógeno en la mezcla de catalizador líquida puede, por ejemplo, mantenerse a no más del 1% en peso.

En el procedimiento o método de la presente invención, el material del evaporador ultrarrápido 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 un evaporador ultrarrápido hecho de un material relativamente corrosivo de este tipo.

40 En toda la descripción, el total de la(s) proporción/proporciones de cualquier componentes que existe en el mismo sistema de mezcla (tal como la mezcla de catalizador líquida) es de no más del 100% en peso; y las proporciones de todos los componentes son el 100% en peso en total.

Efectos de la invención

45 Según el procedimiento de la presente invención, puede producirse ácido acético al tiempo que se inhibe (o se evita) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo. Además, según la presente invención, puede inhibirse la corrosión del evaporador instantáneo. Por tanto, la destilación instantánea puede realizarse eficazmente sin formar el evaporador instantáneo con un material de alta calidad que tiene una alta resistencia a la corrosión. Por tanto, según la presente invención, un evaporador instantáneo [además, columnas de destilación primera y segunda, o instalaciones (o equipos) secundarias de las mismas (por ejemplo, un condensador)] puede estar hecho de un material económico o de baja calidad, de manera que el coste del procedimiento de producción de ácido acético puede reducirse eficazmente.

Breve descripción de los dibujos

[Fig. 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.

55 Descripción de las 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 esquemático del procedimiento, o un dibujo esquemático del diseño de la planta) para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según una realización de la presente invención.

- 5 La realización de la figura 1 muestra un procedimiento (o aparato) continuo para producir ácido acético (CH_3COOH) a partir de un medio de reacción líquido (o mezcla de reacción) generado mediante una reacción de carbonilación continua de metanol (MeOH) con monóxido de carbono (CO) 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.
- 10 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 evaporador ultrarrápido o evaporador (evaporador instantáneo) 2 para separar un componente volátil o una corriente de ácido acético (una fracción de punto de ebullición inferior) que contiene al menos ácido acético producto, acetato de metilo y yoduro de metilo, y una mezcla de catalizador líquida (un componente poco volátil o una fracción de punto de ebullición superior) que contiene principalmente un componente de catalizador (un componente de punto de ebullición superior) (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) de un medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción o una disolución de reacción) que se introduce desde el reactor 1 a través de una línea de alimentación 14 y contiene ácido acético generado por la reacción; una primera columna de destilación (columna separadora) 3 para separar o eliminar al menos parte de una fracción de punto de ebullición inferior que contiene un componente de punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y acetaldehído) del componente volátil introducido desde el evaporador ultrarrápido 2 a través de un línea de alimentación 15 como sobrecarga desde una parte de arriba de una columna de la misma y retirar una corriente que contiene ácido acético (una corriente de ácido acético) como corriente lateral mediante corte lateral; una segunda columna de destilación 4 para eliminar al menos parte de una fracción de punto de ebullición inferior que contiene un componente de punto de ebullición inferior como sobrecarga 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 línea de alimentación 23 mediante corte lateral, separando al menos parte de un componente de punto de ebullición superior (impurezas de punto de ebullición superior) (que contiene, por ejemplo, agua y ácido propiónico) desde una parte de abajo de la columna, y obteniendo una corriente de ácido acético a través de una línea de alimentación 29 como corriente lateral mediante corte lateral.

Además, este procedimiento está provisto de un condensador o un intercambiador de calor para condensar un componente alimentado a través de cada línea. Específicamente, el reactor 1 está equipado con un condensador 5 para condensar un componente condensable en un gas de escape (vapor) 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.

Además, el evaporador ultrarrápido 2 está equipado con un intercambiador de calor 6 para enfriar una mezcla de catalizador líquida (o fracción de la parte abajo) separada por el evaporador ultrarrápido 2 y descargada desde la parte de abajo del evaporador ultrarrápido 2 a través de una línea de descarga 18; una línea de recirculación 19 para recircular la mezcla de catalizador líquida enfriada por 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 sobrecarga desde el evaporador ultrarrápido 2 e introducido a través de un línea de alimentación 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.

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 inferior o sobrecarga descargado a través de una línea de descarga 20; una línea de recirculación 22 para recircular un componente líquido condensado por el condensador 8 al reactor 1; una línea de recirculación 22a para recircular (o someter a reflujo) parte del componente líquido condensado por el condensador 8 a la primera columna de destilación 3; una línea de descarga 21 para descargar un componente gaseoso, que es un componente no condensable en el condensador 8; y una línea 24 para descargar una fracción de punto de ebullición superior en la primera columna de destilación 3 y recircular la fracción de punto de ebullición superior al reactor 1. Por otro lado, el componente líquido recirculado a la primera columna de destilación 3 se usa para someter a reflujo la primera columna de destilación 3.

Además, la segunda columna de destilación 4 está equipada con un condensador 9 para condensar un componente condensable en la fracción de punto de ebullición inferior o sobrecarga descargada a través de una línea de descarga 25; una línea de recirculación 27 para recircular (o someter a reflujo) un componente líquido o fracción de punto de ebullición inferior condensado por el condensador 9 a la segunda columna de destilación 4; una línea de descarga (línea de recirculación) 26 para separar parte o todo el componente líquido o fracción de punto de ebullición inferior condensado por el condensador 9 de la línea 27 y recircular el componente separado o fracción al reactor 1; y una línea 28 para alimentar un gas separado en el condensador 9 a un lavador químico 10 a través de

una línea 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) u otros 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 línea para recircular el componente gaseoso u otros del sistema de lavador químico 10 al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor 1).

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

Pueden alimentarse de manera continua metanol como componente líquido y monóxido de carbono como reactante gaseoso al reactor 1 a una velocidad predeterminada, y puede alimentarse de manera continua 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 al reactor 1. Además, también puede(n) alimentarse fracción/fracciones (por ejemplo, en forma de líquido) que contiene(n) fracción/fracciones de punto de ebullición inferior y/o fracción/fracciones de punto de ebullición superior de la(s) etapa(s) sucesiva(s) (por ejemplo, el evaporador ultrarrápido 2, las columnas de destilación primera y segunda 3 y 4, el intercambiador de calor 7, y el sistema de lavador químico 10) al reactor 1. Entonces, dentro del reactor 1, un sistema de reacción de fase líquida que contiene el reactivo y el componente de punto de ebullición superior 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 de fase de vapor que comprende monóxido de carbono, subproductos de la reacción (hidrógeno, metano, dióxido de carbono), y un componente vaporizado de punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético como producto y acetato de metilo), y se produce una reacción de carbonilación de metanol 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 una 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 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 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 de calor generado en el reactor puede eliminarse enfriando parte del calor de reacción transferido de la disolución de reacción al vapor con el condensador 5.

Al reactor 1, si es necesario, puede alimentarse hidrógeno 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 equiparse con una unidad que puede eliminar calor (o que elimina calor) o de enfriamiento (por ejemplo, una camisa) para controlar la temperatura de reacción. Por otro lado, tal como se describe posteriormente, 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, incluso cuando el reactor no está equipado con la unidad que puede eliminar calor o de 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 inferior o impureza de punto de ebullición inferior 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 superior o impureza de punto de ebullición superior 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 superior (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 evaporador ultrarrápido (evaporador) 2. En el evaporador ultrarrápido 2, se evapora un componente volátil o una fracción de punto de ebullición inferior (que contiene principalmente ácido acético que es un producto y también actúa como disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, yoduro de hidrógeno y otros) mediante destilación instantánea para separar una mezcla de catalizador líquida o una fracción de punto de ebullición superior (que contiene principalmente un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de rodio, yoduro de litio y otros) de la mezcla de reacción. Por otro lado, en la mezcla de catalizador líquida, también están contenidos el componente de catalizador de metal, y además, componentes que quedan sin evaporación (por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, agua y acetato de metilo).

Dentro del evaporador ultrarrápido 2, la destilación instantánea se lleva a cabo de manera que puede mantenerse al

menos acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida a una concentración predeterminada (por ejemplo, no menos del 0,6% en peso). La destilación instantánea en la condición evita que se eleve la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo. Por tanto, la corrosión del evaporador instantáneo se evita notablemente. 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 se produzca de manera predominante, y otros. 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, se proporciona una línea 30, que se une a la línea 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 línea 30 con la mezcla de reacción del reactor 1.

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

Por otra parte, el componente volátil o fracción de punto de ebullición inferior (corriente de ácido acético) se retira de la parte de arriba de la columna o parte superior del evaporador ultrarrápido 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 que va a condensarse. El componente volátil enfriado por el intercambiador de calor 7 produce un componente líquido (que contiene ácido acético, metanol, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido propiónico, acetaldehído y otros) 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 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 oscilación de presión), y se recircula al reactor 1. La fracción de punto de ebullición inferior se retira del evaporador ultrarrápido para introducirla en el intercambiador de calor, y parte del calor de reacción transferido de la disolución de reacción al vapor instantáneo se enfría mediante el intercambiador de calor. Por consiguiente, puede eliminarse el calor eficazmente. Por tanto, puesto que la sucesiva columna de destilación o condensador puede reducirse en tamaño (o miniaturizarse) incluso para una planta de tamaño grande, puede producirse ácido acético con una alta pureza y un alto rendimiento en un equipo de ahorro de recursos y de ahorro de energía. Además, puede eliminarse el calor sin instalar una unidad de enfriamiento de circulación externa en el reactor, lo que conduce a que se evite la pérdida de monóxido de carbono y la mejora de la eficacia de la reacción o la reducción del coste del equipo.

Por otro lado, haciendo (manteniendo) que la temperatura y/o presión interna del evaporador ultrarrápido 2 sean más bajas 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, la fracción de punto de ebullición inferior (o sobrecarga) que contiene el componente de punto de ebullición inferior (que contiene yoduro de metilo, metanol, acetato de metilo, acetaldehído, agua y otros) se separa de la parte de arriba o parte superior de la columna y se alimenta al condensador 8, y se separa una fracción de punto de ebullición superior que contiene el componente de punto de ebullición superior (por ejemplo, agua, ácido propiónico, un catalizador arrastrado, y yoduro de litio) de la parte del abajo o parte inferior de la columna a través de una línea de abajo 24 y se recircula al reactor 1. La fracción de punto de ebullición superior (primera fracción de punto de ebullición superior) contiene el componente de punto de ebullición superior, así como el componente de punto de ebullición inferior que permanece sin evaporación, ácido acético, y otros. Parte de la fracción de punto de ebullición superior descargada a través de la línea 24 puede recircularse al evaporador ultrarrápido 2 a través de una línea 24a, si es necesario. Se retira una corriente lateral (corriente de ácido acético o corriente de ácido acético en bruto) que contiene principalmente ácido acético de la primera columna de destilación 3 mediante corte lateral y se alimenta o se introduce en la segunda columna de destilación 4.

La fracción de punto de ebullición inferior (sobrecarga o primera sobrecarga o primera fracción de punto de ebullición inferior) retirada de la parte de arriba o parte superior de la primera columna de destilación 3 contiene ácido acético y otros, y se alimenta al condensador 8. La fracción de punto de ebullición inferior retirada de la primera columna de destilación 3 puede condensarse mediante el condensador 8 para enfriar parte del calor de reacción transferido de la disolución de reacción a la fracción de punto de ebullición inferior 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 inferior 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, acetaldehído y otros. El componente gaseoso separado en el condensador 8 se alimenta al sistema de lavador químico 10, y si es necesario, se recircula al sistema de reacción (por ejemplo, el 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 línea 22a. Por otro lado, el componente líquido puede ser un sistema de disolución uniforme o una 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), en las que la fase acuosa contiene ácido acético, acetaldehído, y otros, y la fase oleosa contiene yoduro de metilo y otros. 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.

5 En la corriente de ácido acético 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 inferior (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 tiene una mayor pureza (corriente de ácido acético purificada) como corriente lateral. En la segunda columna de destilación 4, una fracción de punto de ebullición inferior que contiene el
10 componente de punto de ebullición inferior se alimenta de la parte de arriba o parte superior de la columna al condensador 9, y se destila una corriente lateral (corriente de ácido acético) rica en ácido acético mediante corte lateral. Si es necesario, la fracción de punto de ebullición inferior (sobrecarga o segunda sobrecarga o segunda fracción de punto de ebullición inferior) 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 agua como
15 componente de punto de ebullición inferior 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 la purificación. Por otro lado, una fracción de punto de ebullición superior (una segunda fracción de punto de ebullición superior) tal como un componente de punto de ebullición superior (por ejemplo, ácido propiónico) puede descargarse de la parte de abajo o parte inferior de la columna, y si es necesario, puede
20 recircularse al reactor 1 o puede eliminarse del sistema (no mostrado).

La fracción de punto de ebullición inferior 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, y otros, y se condensa mediante el condensador 9. Entonces, la fracción de punto de ebullición inferior condensada en el condensador 9 puede recircularse al reactor 1 a través de la línea 26 o recircularse a la segunda columna de destilación 4 a través de la
25 línea 27. Además, el gas separado en el condensador 9 puede alimentarse al lavador químico 10 a través de la línea 13. Además, para el componente líquido que contiene una cantidad predeterminada de agua, de la misma manera que en la primera columna de destilación, el componente líquido puede separarse en una fase acuosa y una fase oleosa, y pueden recircularse estas fases. La fracción de punto de ebullición inferior retirada de la segunda columna de destilación 4 se condensa mediante el condensador 9 para enfriar parte del calor de reacción transferido de la disolución de reacción a la fracción de punto de ebullición inferior a través del vapor instantáneo con el condensador
30 9.

(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 directa o indirectamente, o puede recircularse metanol y/o un derivado del mismo retirado de diversas etapas de destilación y alimentarse al sistema de reacción.
35

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 el 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 sencilla 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, y otros. 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
40 (particularmente, un catalizador de rodio).
45

Además, se prefiere usar el catalizador de metal en la forma que puede disolverse en una disolución de reacción. Por otro lado, puesto que existe rodio habitualmente como complejo en la disolución de reacción, la forma del catalizador de rodio no está limitada particularmente a una específica siempre que el catalizador pueda cambiar para dar un complejo en la disolución de reacción, y puede usarse de 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 $[Rh(CO)_2I_2]$], o similares. 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.
50

La concentración del catalizador de metal es, por ejemplo, de aproximadamente 10 a 5000 ppm (en base al peso, lo mismo se aplica a continuación en el presente documento), preferiblemente de aproximadamente 100 a 4000 ppm, más preferiblemente de aproximadamente 200 a 3000 ppm, y particularmente de aproximadamente 300 a 2000 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 500 a 1500 ppm) en toda la fase líquida en el reactor.
55

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, en un bajo contenido en agua. La sal de yoduro no está particularmente limitada a una específica

siempre que la sal de yoduro produzca un ión 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 del 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 trifenilfosfina) o 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, un compuesto de imida, o similares 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 actúa 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).

En el reactor (mezcla de reacción líquida), la concentración del yoduro iónico es, por ejemplo, de aproximadamente el 1 al 25% en peso, preferiblemente de aproximadamente el 2 al 22% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente el 3 al 20% en peso en toda la fase líquida (o mezcla de reacción líquida) en el reactor.

Como acelerador contenido en el sistema de catalizador, se utiliza un yoduro de alquilo (por ejemplo, un yoduro de alquilo C₁₋₄ 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 mayores concentraciones del acelerador, puede seleccionarse adecuadamente una concentración económicamente ventajosa en consideración de la recuperación del acelerador, el tamaño de la planta de una etapa para circular el acelerador recuperado al reactor, la cantidad de energía necesaria para la recuperación o circulación, y otros. En el sistema de reacción, la concentración del yoduro de alquilo (particularmente yoduro de metilo) es, por ejemplo, de aproximadamente el 1 al 25% en peso, preferiblemente de aproximadamente el 5 al 20% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente el 6 al 16% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 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 de aproximadamente el 0,1 al 30% en peso, preferiblemente de aproximadamente el 0,3 al 20% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente el 0,5 al 10% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,5 al 6% en peso) en toda la disolución de reacción.

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) de gas de escape que contiene(n) monóxido de carbono obtenido(s) de la(s) etapa(s) sucesiva(s) puede(n) recircularse al sistema de reacción. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 202,65 kPa a 3,04 MPa (de 2 a 30 atmósferas) y preferiblemente de aproximadamente 405 kPa a 1,52 MPa (de 4 a 15 atmósferas).

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 gas mezclado con monóxido de carbono como material de partida al sistema de reacción. Además, el hidrógeno puede alimentarse al sistema de reacción recirculando componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono y otros) emitido(s) en la(s) etapa(s) de destilación sucesiva(s) (columna de destilación), si es necesario tras purificar adecuadamente el/los componente(s) gaseoso(s). La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,5 a 200 kPa, preferiblemente de aproximadamente 1 a 150 kPa, y más preferiblemente de aproximadamente 5 a 100 kPa (por ejemplo, de aproximadamente 10 a 50 kPa) en cuanto a la presión absoluta.

La presión parcial de monóxido de carbono o presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ajustarse, por ejemplo, ajustando adecuadamente la cantidad del monóxido de carbono e 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, y otros.

En la reacción de carbonilación, la temperatura de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 150 a 250°C, preferiblemente de aproximadamente 160 a 230°C, y más preferiblemente de aproximadamente 180 a 220°C. Además, la presión de reacción (presión de reactor total) puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 15 a 40 atmósferas.

La reacción puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. El disolvente de reacción no está limitado a uno específico siempre que la reactividad, o la eficacia de separación o purificación no se reduzcan, y puede usarse una variedad de disolventes. En casos habituales, puede usarse ácido acético como producto de manera práctica como disolvente.

La concentración de agua en el sistema de reacción no está limitada 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

5 peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,1 al 12% en peso), preferiblemente de no más del 10% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,1 al 6% en peso), y más preferiblemente de aproximadamente el 0,1 al 5% en peso y puede ser habitualmente de aproximadamente el 1 al 15% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 2 al 10% en peso) en toda la fase líquida del sistema de reacción. La solubilidad de monóxido de carbono en la disolución alimentada al evaporador ultrarrápido se reduce llevando a cabo la reacción al tiempo que se mantiene un

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

15 En el sistema de reacción, puede reducirse o inhibirse la generación de aldehídos 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 al proporción del cocatalizador tal como un yoduro de alquilo y/o la presión parcial de hidrógeno. Además, puede reducirse o inhibirse la generación de hidrógeno en el sistema de reacción ajustando la concentración de agua.

El rendimiento en el espacio de tiempo (velocidad de producción o velocidad de formación) del ácido acético objetivo en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 mol/lh a 50 mol/lh, preferiblemente de aproximadamente 8 mol/lh a 40 mol/lh, y más preferiblemente de aproximadamente 10 mol/lh a 30 mol/lh.

20 El componente de vapor retirado de la parte de arriba del reactor con el fin controlar la presión del reactor u otros se enfría preferiblemente con un condensador, un intercambiador de calor u otros medios para eliminar parte del calor de la 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 y otros) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno y otros), el componente líquido se recircule al reactor y el componente gaseoso se introduzca en el sistema de lavador químico.

25 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, de aproximadamente el 0 al 0,8% en peso), preferiblemente de no más del 0,5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0 al 0,3% en peso), más preferiblemente de no más del 0,3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0 al 0,2% en peso), y habitualmente de 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 anteriormente de acetato de metilo en el evaporador ultrarrápido.

(Etapa de destilación instantánea o etapa de separación del catalizador)

35 En la etapa de destilación instantánea (evaporador ultrarrápido), a partir de la mezcla de reacción alimentada desde la etapa de reacción o el reactor hasta el evaporador ultrarrápido (evaporador instantáneo o columna de destilación instantánea), se separa un componente poco volátil o mezcla de catalizador líquida (una fracción de punto de ebullición superior) que contiene al menos un componente de catalizador de punto de ebullición superior (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 inferior) que contiene ácido acético como vapor (componente) .

40 En la etapa de destilación instantánea (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 evaporación adiabática, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con presión reducida, y en evaporación 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.

45 En la destilación instantánea, la temperatura de reacción puede ser por ejemplo de aproximadamente 100 a 260°C (por ejemplo, de aproximadamente 110 a 250°C), preferiblemente de aproximadamente 120 a 240°C (por ejemplo, de aproximadamente 140 a 230°C), más preferiblemente de aproximadamente 150 a 220°C (por ejemplo, de aproximadamente 160 a 210°C) y particularmente de aproximadamente 170 a 200°C. Además, en la destilación instantánea, la temperatura de la mezcla de catalizador líquida (o la temperatura de la disolución de la parte de abajo de la columna de destilación instantánea) puede ser por ejemplo de aproximadamente 80 a 200°C (por ejemplo, de aproximadamente 90 a 180°C), preferiblemente de aproximadamente 100 a 170°C (por ejemplo, de aproximadamente 120 a 160°C), y más preferiblemente de aproximadamente 130 a 160°C. Además, en la destilación instantánea, la presión absoluta puede ser de aproximadamente 0,03 a 1 MPa (por ejemplo, de aproximadamente 0,05 a 1MPa), preferiblemente de aproximadamente 0,07 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa (por ejemplo, de aproximadamente 0,15 a 0,4 MPa). Se produce fácilmente yoduro

de hidrógeno (o la concentración de yoduro de hidrógeno tiende a aumentar) en una condición de temperatura relativamente alta (y alta presión) de este tipo. Según la presente invención, sin embargo, incluso en una condición de este tipo, la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en el evaporador instantáneo puede inhibirse eficazmente.

- 5 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 por medio de destilación instantánea en combinación con un método de recogida de neblina o un método de recogida de sólido que se usa ampliamente en la aplicación industrial.

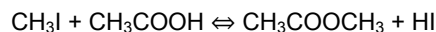
- 10 El material de (o para formar) el evaporador ultrarrápido no está particularmente limitado a uno específico y puede ser un metal, una cerámica, un vidrio u otros. De manera práctica, se usa un evaporador ultrarrápido hecho de un metal. En particular, según la presente invención, puesto que la concentración de yoduro de hidrógeno en el interior del evaporador instantáneo puede inhibirse significativamente, y otros, la corrosión del evaporador instantáneo también puede inhibirse a un alto nivel. Por tanto, como evaporador instantáneo en la presente invención, puede usarse no sólo un evaporador instantáneo hecho de un material caro que tiene una alta resistencia a la corrosión (tal como zirconio) sino también un evaporador instantáneo hecho de un material relativamente económico que no tiene una alta resistencia a la corrosión, por ejemplo, un metal como sustancia sencilla (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 y otros)), 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].

- 15 La etapa de separación de la mezcla de catalizador líquida puede estar compuesta por una única etapa, o puede estar compuesta por una pluralidad de etapas en combinación. La mezcla de catalizador líquida o componente de catalizador de punto de ebullición superior (componente de catalizador de metal) separada mediante tal(es) etapa(s) 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 mejorarse con la eficacia de eliminación de calor del sistema completo.

- 20 La mezcla de catalizador líquida separada (o componente poco volátil o fracción de punto de ebullición superior) 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 evaporación (por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno).

- 25 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 aproximadamente 10/90 a 50/50, preferiblemente de aproximadamente 15/85 a 40/60, y más preferiblemente de aproximadamente 20/80 a 35/65 en una razón del primero/el último.

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



- 35 La concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede seleccionarse desde el intervalo de no menos del 0,6% en peso (por ejemplo, del 0,6 al 20% en peso), y puede ser por ejemplo no menor del 0,7% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,7 al 15% en peso), preferiblemente no menor del 0,8% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,8 al 10% en peso), más preferiblemente de aproximadamente el 0,9 al 5% en peso, y habitualmente de aproximadamente el 0,7 al 5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,7 al 3% en peso, preferiblemente de aproximadamente el 0,8 al 2% en peso, y más preferiblemente de aproximadamente el 0,9 al 1,5% en peso). Además, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede ser tan alta como no menor del 1% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 1,2 al 10% en peso), preferiblemente no menor del 1,3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 1,4 al 8% en peso), más preferiblemente no menor del 1,5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 1,7 al 7% en peso), y particularmente no menor del 2% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 2,2 al 5% en peso).

Por otro lado, cuando la concentración de acetato de metilo en el evaporador ultrarrápido es excesivamente alta, la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno puede inhibirse, mientras que las etapas sucesivas se ven dificultadas por la separación disminuida de la fase orgánica y la fase acuosa, u otros. Por tanto, hay algunos

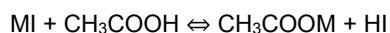
casos en los que el procedimiento no puede realizarse de manera estable.

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, de aproximadamente el 0,5 al 10% en peso), preferiblemente de no más del 8% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,8 al 8% en peso), más preferiblemente de no más del 4% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,8 al 4% en peso), y particularmente de no más del 2% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,8 al 2% 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, de aproximadamente el 35 al 95% en peso), preferiblemente de no menos del 40% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 45 al 90% en peso), y más preferiblemente de no menos del 50% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 50 al 85% en peso) y puede ser habitualmente de aproximadamente el 60 al 90% 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, de aproximadamente el 0,005 al 6% en peso), preferiblemente de no más del 5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,01 al 4% en peso), más preferiblemente de no más del 3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,05 al 2,5% en peso), particularmente de no más del 2% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,1 al 1,8% en peso) y puede ser habitualmente de aproximadamente el 0,1 al 3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,3 al 2,5% en peso y preferiblemente de aproximadamente el 0,5 al 2% 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, aproximadamente el 1 al 55% en peso), preferiblemente de no más del 50% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 2 al 45% en peso), más preferiblemente de no más del 40% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 3 al 37% en peso), y particularmente de no más del 36% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 5 al 35% en peso) y puede ser habitualmente de aproximadamente el 5 al 25% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 8 al 20% en peso). También están implicados múltiples factores en el motivo por el que el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno se evita ajustando la concentración del yoduro iónico, y uno de los factores incluye el consumo de yoduro de hidrógeno por la siguiente reacción en equilibrio.



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

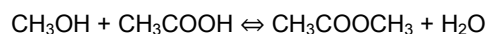
Por otro lado, en cuanto a la inhibición de la corrosión, es preferible que la cantidad del componente (tal como yoduro de metilo o yoduro de litio) que produce yoduro de hidrógeno en una reacción en equilibrio sea pequeña.

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 aproximadamente 150 a 10000 ppm), preferiblemente de no menos de 200 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 250 a 5000 ppm), y más preferiblemente de no menos de 300 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 350 a 3000 ppm) en base al 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, de aproximadamente el 0 al 0,8% en peso), preferiblemente de no más del 0,5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0 al 0,3% en peso), y más preferiblemente de no más del 0,3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0 al 0,2% en peso). Tal como se describe posteriormente, a medida que la concentración de metanol es más alta, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida aumenta fácil y eficazmente.

El ajuste de las concentraciones de los constituyentes en la mezcla de catalizador líquida (aumento o disminución en la concentración) no está particularmente limitado a uno específico, y las concentraciones pueden ajustarse mediante la condición de destilación instantánea, la cantidad de la disolución de procedimiento que va a recircularse desde la(s) etapa(s) de reacción sucesiva (s), y otros. Si es necesario, con el fin de ajustar la concentración de cada componente, puede añadirse un componente para aumentar o disminuir la concentración de cada componente [por ejemplo, un éster (por ejemplo, un éster de acetato), un alcohol y un éter] a la mezcla de reacción y/o el evaporador instantáneo. Un componente de este tipo puede ser un componente (un componente básico) reactivo con yoduro de hidrógeno.

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 el metanol con ácido acético para producir acetato de metilo (reacción en equilibrio). Por tanto la reacción de producción de acetato de metilo se produce fácilmente a medida que aumenta la concentración de metanol. Como resultado, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida puede aumentarse.



En el intervalo en el que la eficacia de producción de ácido acético se garantiza suficientemente, la concentración de metanol puede aumentarse 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 adecuadamente 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), y otros. La concentración de metanol puede ajustarse añadiendo metanol directamente, tal como se describe más adelante.

Por otro lado, a medida que la concentración de acetato de metilo o metanol en la disolución de reacción es más alta, la cantidad de producción de ácido acético puede aumentarse, y la concentración de yoduro de hidrógeno en el evaporador ultrarrápido puede reducirse fácilmente. Sin embargo, hay algunos casos en los que la reacción es inestable y es difícil controlar la temperatura o la presión. Por consiguiente, es preferible que la concentración de acetato de metilo o metanol como fuente de acetato de metilo se disminuya en la disolución de reacción y que la concentración de acetato de metilo en el evaporador ultrarrápido (o la mezcla de catalizador líquida) se ajuste a la concentración mencionada anteriormente.

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 el metanol reaccione con ácido acético para producir acetato de metilo; y se permite que el dimetil éter reaccione con yoduro de hidrógeno u otros para dar metanol, que se permite que reaccione con ácido acético para producir acetato de metilo. Si es necesario, puede añadirse un componente para aumentar o disminuir la concentración de cada componente o mezclarse en forma de una mezcla que contiene un disolvente.

Cuando se añade el componente creciente o decreciente a la mezcla de reacción, la posición (o el momento) de adición no está particularmente limitado a uno específico siempre que el componente creciente o decreciente se añada antes de que la mezcla de reacción se alimente al evaporador instantáneo. El componente creciente o decreciente puede alimentarse al reactor. En cuanto a la eficacia del procedimiento, el componente creciente o decreciente puede alimentarse a la mezcla de reacción después de que la mezcla de reacción se descargue 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 creciente o decreciente puede alimentarse a una línea para alimentar al evaporador instantáneo la mezcla de reacción descargada del reactor).

Además, cuando el componente creciente o decreciente se añade al evaporador instantáneo (o el componente creciente o decreciente se mezcla con la mezcla de reacción en el evaporador instantáneo), la posición (nivel de altura) de adición no está particularmente limitada a una específica. El componente creciente o decreciente puede añadirse a o bien la porción de fase líquida o bien la porción de fase gaseosa en el evaporador instantáneo, o ambos. El componente creciente o decreciente puede añadirse a la disolución de procedimiento que va a recircularse desde la(s) etapa(s) sucesiva(s) hasta el evaporador instantáneo.

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

Según la presente invención, tal como se describió anteriormente, la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en el evaporador ultrarrápido puede inhibirse. 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 aproximadamente el 0 o límite de detección al 0,8% en peso), preferiblemente no más del 0,6% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,001 al 0,5% en peso), más preferiblemente no más del 0,3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,01 al 0,2% en peso), y particularmente no más del 0,1% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,02 al 0,09% 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 aproximadamente el 0 o límite de detección al 0,8% en peso), preferiblemente no más del 0,6% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,001 al 0,5% en peso), más preferiblemente no más del 0,3% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,01 al 0,2% en peso), y particularmente no más del 0,1% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,02 al 0,09% en peso).

La concentración de yoduro de hidrógeno puede medirse directamente o medirse (o calcularse) indirectamente. Por ejemplo, la concentración del ión yoduro derivado de la sal de yoduro [por ejemplo, un yoduro derivado del cocatalizador tal como LiI, 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 el calor, como la realización ilustrada en la figura. Puesto que el calor de reacción transferido desde la disolución de reacción hasta el 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, como la realización ilustrada en la figura. Por otro lado, 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 recoge ácido acético separando una corriente que contiene ácido acético del componente volátil. El método de separación no está particularmente limitado a uno específico. Habitualmente, el componente volátil separado se alimenta a la columna de destilación (columna separadora), y se separa en una fracción de punto de ebullición inferior (sobrecarga) que contiene un componente de punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y subproducto de acetaldehído) y una corriente que contiene ácido acético (corriente de ácido acético) mediante destilación. La etapa de recogida de ácido acético no es necesariamente la realización mostrada en la figura, y puede ser una etapa en la que se llevan a cabo un tratamiento para eliminar el componente de punto de ebullición inferior y un tratamiento para eliminar agua 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 inferior y un tratamiento para eliminar agua en una primera columna de destilación van seguidos por una etapa de purificación adicional en una segunda columna de destilación. Considerando la eficacia de purificación y otros, una etapa que puede utilizarse preferiblemente incluye una etapa de destilación en la que el tratamiento para eliminar el componente de punto de ebullición inferior 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.

(Primera columna de destilación)

Parte de la corriente de ácido acético (fracción de punto de ebullición inferior) alimentada desde el evaporador ultrarrápido se introduce en el intercambiador de calor, y la corriente de ácido acético restante (residual) se alimenta a la primera columna de destilación. En la primera columna de destilación, se separan una fracción de punto de ebullición inferior (o primera fracción de punto de ebullición inferior o primera sobrecarga) que contiene al menos parte de un componente de punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo y acetaldehído) y una fracción de punto de ebullición superior (o fracción inferior) que contiene al menos parte de un componente de punto de ebullición superior (por ejemplo, ácido propiónico y agua) de la corriente de ácido acético, y se retira una corriente que contiene al menos ácido acético. En la realización de la figura 1, la corriente que contiene ácido acético se retira como una corriente lateral mediante corte lateral. La corriente que contiene ácido acético puede retirarse de la parte de abajo de la columna.

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 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, el componente de punto de ebullición inferior, el componente de punto de ebullición superior, y otros; o simplemente puede ser una mezcla de estos componentes.

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 evaporador ultrarrápido. Según la presente invención, la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en la etapa de destilación instantánea puede inhibirse. Por tanto, como primera columna de destilación, puede usarse una columna de destilación hecha del mismo material, que es un material relativamente económico (por ejemplo, una aleación), como el del evaporador instantáneo.

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 sujeto principal (objetivo) para la eliminación seleccionado del componente de punto de ebullición inferior y el componente de punto de ebullición superior. 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 aproximadamente 0,01 a 1 MPa, preferiblemente de aproximadamente 0,01 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de aproximadamente 0,05 a 0,5 MPa en cuanto a presión manométrica.

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 aproximadamente 20 a 180°C, preferiblemente de aproximadamente 50 a 150°C, y más preferiblemente de aproximadamente 100 a 140°C.

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

En la primera columna de destilación, la razón de reflujo puede seleccionarse de, por ejemplo, aproximadamente 0,5 a 3.000, y preferiblemente de aproximadamente 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.

Puesto que la fracción de punto de ebullición inferior 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 inferior puede recircularse directamente al sistema de reacción (o reactor) y/o la primera columna de destilación, o puede licuarse eliminando el 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 luego recircularse al reactor y/o la primera columna de destilación. Por ejemplo, la fracción de punto de ebullición inferior retirada de la primera columna de destilación no es necesario que se recircule a la primera columna de destilación tras la condensación mediante el condensador como la realización de la figura 1. La fracción de punto de ebullición inferior retirada puede recircularse directamente, o simplemente enfriarse para eliminar un componente de gas de escape (por ejemplo, monóxido de carbono e hidrógeno) y luego el componente líquido restante (residual) puede recircularse. Además, entre los componentes de punto de ebullición inferior en la fracción de punto de ebullición inferior, el acetaldehído deteriora la calidad del ácido acético como producto final. Por tanto, si es necesario, tras eliminar el acetaldehído (por ejemplo, tras eliminar el acetaldehído sometiendo la fracción que contiene las impurezas de punto de ebullición inferior a la etapa de separación de acetaldehído mencionada posteriormente (etapa de separación de acetaldehído)), el/los componente(s) restante(s) puede(n) recircularse al sistema de reacción y/o la primera columna de destilación. Por otro lado, el componente de gas de escape puede introducirse en el sistema de lavador químico.

La fracción de punto de ebullición superior (fracción inferior o primera fracción de punto de ebullición superior) 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 inferior, y otros. Por tanto, si es necesario, la fracción de punto de ebullición superior puede recircularse al sistema de reacción (reactor) y/o el evaporador ultrarrápido. Por otro lado, antes de la recirculación, el ácido propiónico, que deteriora la calidad del ácido acético como producto final, puede eliminarse.

(Segunda columna de destilación)

En la segunda columna de destilación, se eliminan yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición inferior, y un componente de punto de ebullición superior, cada uno de los cuales permanece sin separarse, 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. El material de (o que forma) la segunda columna de destilación puede incluir el mismo material que el de la primera columna de destilación. Además, la temperatura interna de la columna, la presión interna de la columna, el número de platos teóricos y la razón 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 (similar) intervalo que el intervalo de la primera columna de destilación anterior.

Puesto que la fracción de punto de ebullición inferior (segunda fracción de punto de ebullición inferior o segunda sobrecarga) 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 inferior 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 inferior retirada de la primera columna de destilación, la fracción de punto de ebullición inferior puede licuarse mediante un condensador, un intercambiador de calor u otros medios y luego recircularse. Además, puesto que la fracción de punto de ebullición inferior contiene algunas veces acetaldehído, la fracción de punto de ebullición inferior puede recircularse por ejemplo tras eliminar acetaldehído con la columna de separación de aldehído mencionada posteriormente, si es necesario. Por otro lado, el componente de gas de escape puede introducirse en el sistema de lavador químico.

Además, la fracción de punto de ebullición superior (segunda fracción de punto de ebullición superior) puede descargarse desde la parte de abajo o inferior de la columna. Puesto que la fracción de punto de ebullición superior separada de la segunda columna de destilación contiene ácido propiónico, y otros, la fracción de punto de ebullición superior puede desecharse directamente (o eliminarse). Además, puesto que la fracción de punto de ebullición superior contiene algunas veces además ácido acético, si es necesario, la fracción de punto de ebullición superior de la que se elimina y/o se recupera ácido propiónico puede recircularse al sistema de reacción (por ejemplo, el reactor).

En la segunda columna de destilación, la corriente de ácido acético purificado se retira mediante corte lateral en la realización de la figura 1. La posición del orificio de corriente lateral puede estar habitualmente en el medio o la parte inferior de la columna de destilación, o la corriente de ácido acético puede retirarse de la parte de abajo de la columna. Por otro lado, al retirar la corriente de ácido acético del orificio de corriente lateral que sale en una posición superior en relación con el orificio inferior para retirar la fracción de punto de ebullición superior, la corriente lateral y la fracción de punto de ebullición superior pueden separarse eficazmente.

(Etapa de eliminación de yoduro)

El ácido acético purificado recuperado se introduce habitualmente en una columna para producto de ácido acético y se obtiene como producto de ácido acético. Antes o después de la introducción en la columna para producto de ácido acético, el ácido acético purificado puede someterse además 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 (o etapa que elimina yoduro), la corriente de ácido acético puede ponerse en contacto con un eliminador (material o agente de eliminación) que tiene una capacidad de eliminación de yoduro o capacidad de adsorción de yoduro (por ejemplo, una zeolita, un carbono activado y una resina de intercambio iónico). Con el fin de eliminar 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 eliminación de yoduro o capacidad de adsorción de yoduro, particularmente una columna de eliminación de yoduro con la resina de intercambio iónico en la misma.

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) se sustituye o se intercambia por 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 ácido fuerte y una resina de intercambio catiónico ácido débil (leve), y la preferida incluye una resina de intercambio catiónico ácido fuerte, por ejemplo, una resina de intercambio iónico macrorreticular, y similar.

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

Poner en contacto al menos la corriente de ácido acético de la segunda columna de destilación con la resina de intercambio iónico (preferiblemente hacer 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 es necesario, la temperatura de la corriente de ácido acético puede aumentarse (o elevarse) gradualmente. La elevación gradual de la temperatura garantiza que se inhiba el flujo de salida o efusión del metal de la resina de intercambio iónico, así como que se elimine el yoduro eficazmente.

Los ejemplos de la columna de eliminación de yoduro pueden incluir una columna de relleno con relleno dentro de la misma de 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 particulada) (un lecho protector) y similares. La columna de eliminación de yoduro puede estar dotada de la resina de intercambio iónico con metal 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. Aun cuando el metal sale de la resina de intercambio iónico con metal intercambiado, la disposición de la resina de intercambio catiónico en el lado aguas abajo de la resina de intercambio iónico con metal intercambiado (por ejemplo, la disposición de la resina de intercambio catiónico mediante relleno, o la disposición de la resina de intercambio catiónico como un lecho de resina) permite que el metal que sale se capture con la resina de intercambio catiónico y se elimine de la corriente de ácido carboxílico.

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

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

En la etapa de eliminación de yoduro, la corriente de ácido acético puede ponerse en contacto al menos con la resina de intercambio iónico con metal intercambiado. Por ejemplo, la columna de eliminación de yoduro puede comprender una columna dotada de la resina de intercambio iónico con metal intercambiado y una columna dotada de otra resina de intercambio iónico. Por ejemplo, la columna de eliminación de yoduro puede comprender una columna de resina de intercambio aniónico, y una columna de resina de intercambio iónico con metal intercambiado en el lado aguas abajo de la columna de resina de intercambio aniónico, o puede comprender una columna de

resina de intercambio iónico con metal intercambiado, y una columna de intercambio catiónico en el lado aguas abajo de la columna de resina de intercambio iónico con metal intercambiado. El documento WO02/062740 hace referencia a los detalles del primer ejemplo, y otros.

(Etapa de separación de acetaldehído)

5 Cuando la fracción que contiene acetaldehído generada mediante la reacción se recircula y circula al sistema de reacción, la cantidad de subproducto(s) tal(es) como ácido propiónico, un aldehído insaturado o un yoduro de alquilo, aumenta. Por tanto, se prefiere eliminar el acetaldehído en la disolución que va a recircularse. En particular, se prefiere la eliminación del acetaldehído, porque no es necesario separar y eliminar el ácido propiónico, lo que hace que el ácido acético sea deficiente, 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 inferior que contiene acetaldehído y una fracción de punto de ebullición superior que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, y otros, y luego separar el acetaldehído de la parte de arriba o 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 eliminarse previamente con un condensador o una unidad de enfriamiento, antes de la separación del acetaldehído. Además, puesto que la fracción de punto de ebullición superior obtenida eliminando el acetaldehído como fracción de punto de ebullición inferior contiene yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, y similares, la fracción de punto de ebullición superior puede recircularse al sistema de reacción.

20 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, y otros.

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 y otros, y no se limita particularmente a una específica siempre que pueda separarse al menos acetaldehído como fracción de punto de ebullición inferior de la disolución de recirculación [por ejemplo, la fracción/las fracciones de punto de ebullición inferior obtenida(s) en la(s) primera(s) y/o la(s) segunda(s) columna(s) de destilación] utilizando la 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 puede ser de aproximadamente 0,01 a 1 MPa, preferiblemente de aproximadamente 0,01 a 0,7 MPa, y más preferiblemente de aproximadamente 0,05 a 0,5 MPa como presión manométrica. La temperatura interna de la columna es, por ejemplo, de aproximadamente 10 a 150°C, preferiblemente de aproximadamente 20 a 130°C, y más preferiblemente de aproximadamente 40 a 120°C. El número de platos teóricos puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 a 150, preferiblemente de aproximadamente 8 a 120, y más preferiblemente de aproximadamente 10 a 100.

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

Ejemplos

Los siguientes ejemplos pretenden describir esta invención en mayor detalle y no deben interpretarse de ningún modo como que definen el alcance de la invención.

40 Cuando se aplicó el procedimiento de producción de ácido acético descrito en la figura 1, se observó el cambio del estado de corrosión del evaporador ultrarrápido en presencia de acetato de metilo. Específicamente, se alimentaron yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, yoduro de litio, un catalizador de rodio al reactor 1, y se permitió que el metanol reaccionara con monóxido de carbono para dar disoluciones de reacción con diferentes composiciones. Se sometió cada una de las disoluciones de reacción resultantes a destilación instantánea en el evaporador ultrarrápido 2 (presión: 0,2 MPa, temperatura: 140°C), se alimentó el vapor resultante (componente volátil) a la primera columna de destilación 3 y se sometió a destilación para dar ácido acético en bruto. Se recircularon los componentes distintos del ácido acético en bruto al sistema de reacción. La concentración del catalizador de rodio en la mezcla de catalizador líquida (la fracción inferior del evaporador ultrarrápido) era de 1200 ppm, y se recirculó la fracción inferior del evaporador ultrarrápido al reactor 1.

50 Se añadieron piezas de prueba de diversos materiales a la mezcla de catalizador líquida del evaporador ultrarrápido 2, y se realizó el procedimiento de producción continuo de ácido acético durante 100 horas en un estado en el que las piezas de prueba se dejaron en el evaporador ultrarrápido. Tras completarse el procedimiento de producción continuo durante 100 horas, se examinó cada pieza de prueba para una prueba de corrosión.

55 Se evaluó la prueba de corrosión basándose en los siguientes criterios en los ejemplos comparativos 1 a 2 y los ejemplos 1 a 3 y se evaluó la cantidad de corrosión observada en los ejemplos comparativos 3 a 5 y los ejemplos 4 a 8.

“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.

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

5 La composición de la mezcla de catalizador líquida y los resultados de la prueba de corrosión se muestran en las tablas 1 y 2. En las tablas 1 y 2, “% p” significa % en peso, “Ac” representa ácido acético, “MA” representa acetato de metilo, “MeOH” representa metanol, “MeI” representa yoduro de metilo, “Zr” representa zirconio, “HB2” representa una aleación a base de níquel (HASTELLOY B2 fabricada por Oda Koki Co., Ltd.), “HC” representa una aleación a base de níquel (HASTELLOY C fabricada por Oda Koki Co., Ltd.), y la unidad “mm/Y” significa la velocidad de corrosión de la pieza de prueba por año (la disminución de grosor (mm) de la pieza de prueba por año). La concentración del ión yoduro derivado de la sal de yoduro se restó de la concentración total de iones yoduro (I⁻) para calcular la concentración de yoduro de hidrógeno (HI).

[Tabla 1]

Tabla 1

	Mezcla de catalizador líquida							Prueba de corrosión		
	Ac	MA	MeOH	HI	MeI	H ₂ O	LiL	Zr	HB2	HC
	% p	% p	% p	% p	% p	% p	% p			
Ejemplo comparativo 1	76,5	0,1	menos del 0,1	0,3	1	7	15	A	B	D
Ejemplo comparativo 2	75,4	0,1	menos del 0,1	0,4	2	7	15	A	B	D
Ejemplo 1	75,7	0,9	menos del 0,1	menos del 0,1	1	7	15	A	A	C
Ejemplo 2	74,8	0,9	menos del 0,1	menos del 0,1	2	7	15	A	A	C
Ejemplo 3	74,7	1,9	menos del 0,1	menos del 0,1	1	7	15	A	A	B

[Tabla 2]

15

Tabla 2

	Mezcla de catalizador líquida							Prueba de corrosión		
	Ac	MA	MeOH	HI	MeI	H ₂ O	LiL	Zr	HB2	HC
	% p	% p	% p	% p	% p	% p	% p	mm/Y	mm/Y	mm/Y
Ejemplo comparativo 3	80,9	0,1	menos del 0,1	0,1	0,7	3,1	15,0	menos de 0,03	0,1	0,52
Ejemplo comparativo 4	76,5	0,1	menos del 0,1	0,2	5,0	3,0	15,0	menos de 0,03	0,12	0,62
Ejemplo comparativo 5	70,5	0,1	menos del 0,1	0,2	5,0	9,0	15,0	menos de 0,03	0,12	0,62
Ejemplo 4	80,3	0,9	menos del 0,1	menos del 0,1	0,9	3,0	14,7	menos de 0,03	0,04	0,16
Ejemplo 5	79,3	0,9	menos del 0,1	menos del 0,1	1,6	3,0	15,0	menos de 0,03	0,05	0,20
Ejemplo 6	79,3	1,9	menos del 0,1	menos del 0,1	1,4	2,9	14,3	menos de 0,03	menos del 0,03	0,04
Ejemplo 7	82,1	0,7	menos del 0,1	menos del 0,1	1,2	1,0	14,8	menos de 0,03	0,05	0,15
Ejemplo 8	80,8	1,8	menos del 0,1	menos del 0,1	0,9	1,5	14,8	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03

Tal como resulta evidente a partir de las tablas, la producción y concentración aumentada de yoduro de hidrógeno (HI) y la corrosión de las piezas de prueba, se evitaron ajustando la composición de la mezcla de catalizador líquida en el evaporador ultrarrápido a componentes específicos y proporciones específicas.

Aplicabilidad industrial

20 El procedimiento de producción de la presente invención es extremadamente útil como procedimiento para producir ácido acético al tiempo que inhibe eficazmente la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno en

el evaporador instantáneo para destilar la mezcla de reacción obtenida a partir del reactor.

Descripción de números de referencia

- 1 Reactor
- 2 Evaporador ultrarrápido (evaporador)
- 5 3 Primera columna de destilación
- 4 Segunda columna de destilación
- 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 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 y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación,

10 una etapa de destilación instantánea para alimentar de manera continua un evaporador ultrarrápido con una mezcla de reacción del reactor y evaporar un componente volátil que contiene al menos ácido acético producto, acetato de metilo y yoduro de metilo mediante destilación instantánea para separar el componente volátil y una mezcla de catalizador líquida que contiene al menos el catalizador de metal y el yoduro iónico, y

una etapa de recogida de ácido acético para separar una corriente que contiene ácido acético del componente volátil para recoger ácido acético,

en el que el catalizador de metal comprende un catalizador de rodio, y

15 en la etapa de destilación instantánea, la destilación instantánea se lleva a cabo en la condición de que la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida no sea de menos del 0,6% en peso y la concentración de agua en la mezcla de catalizador líquida no sea de más del 8% en peso.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida es de no menos del 1% en peso.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida es de no menos del 1,5% en peso.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la concentración de agua en la mezcla de catalizador líquida es del 0,8 al 8% en peso.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el yoduro iónico comprende un yoduro de metal alcalino, y la concentración del catalizador de metal en la mezcla de catalizador líquida es de no menos de 300 ppm en base al peso.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la concentración de ácido acético en la mezcla de catalizador líquida es de no menos del 40% en peso.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 6, en el que, en la mezcla de catalizador líquida, la concentración del yoduro iónico es de no más del 50% en peso, la concentración de yoduro de metilo es de no más del 5% en peso, la concentración de ácido acético es del 45 al 90% en peso, la concentración de acetato de metilo es del 0,6 al 3% en peso y la concentración de agua es del 0,8 al 8% en peso.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 7, en el que, en la mezcla de catalizador líquida, la concentración del yoduro iónico es de no más del 40% en peso, la concentración de yoduro de metilo es del 0,01 al 4% en peso, la concentración de ácido acético es del 50 al 85% en peso, la concentración de acetato de metilo es del 0,6 al 2% en peso y la concentración de agua es del 0,8 al 4% en peso.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que, en la etapa de destilación instantánea, la destilación instantánea se lleva a cabo a una presión absoluta de 0,1 a 0,5 MPa al tiempo que se mantiene la temperatura de la mezcla de catalizador líquida a de 100 a 170°C.
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la concentración de acetato de metilo en la mezcla de catalizador líquida se ajusta añadiendo acetato de metilo y/o un componente que produce acetato de metilo a la mezcla de reacción y/o el evaporador ultrarrápido.
11. Procedimiento o método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el material del evaporador ultrarrápido comprende una aleación a base de níquel.

Fig. 1

