

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 683 198**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/12** (2006.01)

**C07C 51/44** (2006.01)

**C07C 53/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.12.2013 PCT/JP2013/082334**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14097867**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.12.2013 E 13864464 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.07.2018 EP 2937329**

54 Título: **Método para producir ácido acético**

30 Prioridad:

**21.12.2012 JP 2012279114**

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

**25.09.2018**

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 y  
MIURA, HIROYUKI**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

ES 2 683 198 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 para producir ácido acético

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir ácido acético mediante carbonilación de metanol, particularmente se refiere a un procedimiento para producir ácido acético con impurezas reducidas eficazmente (por ejemplo, acetaldehído) y a un método para eliminar acetaldehído.

**Técnica anterior**

10 Los procedimientos industriales conocidos para producir ácido acético incluyen un procedimiento que comprende permitir que reaccione metanol de manera continua con monóxido de carbono en una fase líquida que tiene un bajo contenido en agua en presencia de un catalizador de rodio, un yoduro de metal y yoduro de metilo para producir ácido acético con una alta productividad. En el líquido de reacción, hay pequeñas cantidades de subproductos (impurezas), por ejemplo, un compuesto de carbonilo (por ejemplo, acetaldehído, butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído y un condensado de aldol de los mismos) y un yoduro orgánico (por ejemplo, un yoduro de alquilo C<sub>2-12</sub> tal como yoduro de etilo, yoduro de butilo o yoduro de hexilo). Estas impurezas dan como resultado ácido acético de baja calidad. Pueden evaluarse cantidades extremadamente pequeñas de impurezas reductoras presentes en ácido acético mediante una prueba de sustancia reductora de permanganato (tiempo de permanganato), y este método de evaluación detecta concentraciones muy pequeñas de impurezas que son difíciles de determinar cuantitativamente incluso mediante un análisis instrumental avanzado actual. Además, algunas de estas impurezas tienen efectos adversos en relación con el uso de ácido acético. Por ejemplo, en el caso en el que se produce acetato de vinilo a partir de etileno y ácido acético, se sabe que tales impurezas deterioran el catalizador de serie de paladio usado. Desafortunadamente, no puede eliminarse un compuesto de carbonilo tal como acetaldehído y un yoduro de alquilo C<sub>1-12</sub> lo suficientemente mediante medios ordinarios tales como destilación, debido a que tiene puntos de ebullición en estrecha proximidad.

25 En un procedimiento de reacción continua, se ha intentado la eliminación de un compuesto de carbonilo en una corriente de recirculación de procedimiento. Por ejemplo, la publicación de solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 4-266843 (JP-4-266843A, documento de patente 1) da a conocer un método para eliminar impurezas de carbonilo, que comprende poner en contacto una corriente de yoduro de metilo recirculada a un reactor de carbonilación con un compuesto amino para formar un derivado nitrogenado soluble en agua mediante una reacción con impurezas de carbonilo; separar una fase de yoduro de metilo orgánica de una fase de derivado acuosa; y destilar la fase de yoduro de metilo para eliminar la impurezas de carbonilo. Sin embargo, el contenido en impurezas de carbonilo en la corriente orgánica recirculada al reactor de carbonilación es todavía alta, y es difícil eliminar lo suficientemente las impurezas de carbonilo. Además, el método descrito en este documento requiere la eliminación del compuesto nitrogenado.

35 La publicación de solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 8-67650 (JP-8-67650A, documento de patente 2) da a conocer un procedimiento para producir un ácido acético altamente purificado, que comprende la etapa de permitir que reaccione metanol de manera continua con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de rodio, una sal yoduro y yoduro de metilo para producir ácido acético, en el que la concentración de acetaldehído en el líquido de reacción se mantiene a no más de 400 ppm eliminando acetaldehído del líquido de procedimiento que está recirculándose al reactor. Este documento presta atención a que las impurezas se forman principalmente en el sistema de reacción y que estas impurezas se originan en acetaldehído subproducto formado en el sistema de reacción. Por tanto, según el documento, el contenido en compuesto carbonilo o el contenido en yoduro orgánico se reduce controlando la concentración de acetaldehído en el sistema de reacción, y se obtiene ácido acético de alta pureza.

45 Además, este documento se refiere a un procedimiento para producir ácido acético al tiempo que se elimina acetaldehído y da a conocer un procedimiento que comprende separar un líquido de reacción en una fase volátil que contiene ácido acético, acetato de metilo y yoduro de metilo y una fase poco volátil que contiene un catalizador de rodio; destilar la fase volátil para formar un producto que contiene ácido acético y una corriente de cabeza que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo; poner en contacto la corriente de cabeza rica en impureza de carbonilo (particularmente acetaldehído) con agua para formar una fase orgánica que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo y una fase acuosa que contiene las impurezas de carbonilo, y recircular la fase orgánica a un reactor. Además, como método concreto para separar yoduro de metilo del concentrado que contiene la impureza de carbonilo, este documento da a conocer que se prefiere extraer selectivamente acetaldehído destilando y separando una corriente de acetaldehído que contiene yoduro de metilo de la corriente de procedimiento y sometiendo la corriente rica en acetaldehído resultante a extracción con agua.

55 Según este documento, se purifica ácido acético destilando la fase volátil (mediante una primera columna de destilación) para formar la corriente de cabeza que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo (por ejemplo, una fase inferior formada mediante separación líquido-líquido de la corriente de cabeza); destilando la corriente de cabeza mediante una columna de destilación; y sometiendo una corriente concentrada de acetaldehído de la parte

superior de la columna a extracción con agua para eliminar acetaldehído. En todo el procedimiento, aunque se concentra acetaldehído en la corriente de cabeza hasta cierto grado, la concentración de acetaldehído en la corriente de cabeza no es tan alta. Por consiguiente, el acetaldehído no puede eliminarse eficazmente en un procedimiento para tratar un líquido que tiene una baja concentración de acetaldehído.

- 5 El documento WO2010/053571 (documento de patente 3) da a conocer un procedimiento para producir ácido acético, que comprende carbonilar metanol, someter una mezcla de reacción a destilación instantánea, destilar el componente de bajo punto de ebullición resultante mediante una primera columna de destilación para formar una corriente de ácido acético y un gas de escape que contiene una fracción final ligera (por ejemplo, yoduro de metilo) y una impureza de acetaldehído (por ejemplo, acetaldehído), lavar el gas de escape con un disolvente de absorción (tal como ácido acético o metanol), separar la fracción final ligera y la impureza de aldehído del disolvente de absorción para formar una corriente final ligera, purificar la corriente final ligera mediante una segunda columna de destilación para eliminar la impureza de aldehído, someter el destilado a extracción con agua para eliminar la impureza de aldehído y recircular una fracción final ligera purificada de la corriente final ligera al sistema de reacción. Desafortunadamente, puesto que la cantidad absoluta de acetaldehído contenido en el gas de escape es pequeña, el acetaldehído no puede eliminarse eficazmente.

El documento US 2010/121101 A1 da a conocer un procedimiento para la preparación de ácido acético, que comprende la carbonilación de metanol, una etapa de evaporación instantánea y una etapa de destilación.

### Documentos de la técnica relacionada

#### Documentos de patente

- 20 Documento de patente 1: JP-4-266843A (reivindicaciones)  
Documento de patente 2: JP-8-67650A (reivindicaciones, [0007] [0018] y ejemplos)  
Documento de patente 3: WO 2010/053571 (reivindicaciones)

### Sumario de la invención

#### Problemas que van a solucionarse mediante la invención

- 25 Por tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir ácido acético al tiempo que se elimina acetaldehído eficazmente.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético de alta pureza al tiempo que se concentra acetaldehído de manera sencilla y se elimina acetaldehído eficazmente de una corriente de procedimiento.

- 30 Todavía otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético de alta calidad concentrando acetaldehído y yoduro de metilo hasta altos niveles y eliminando acetaldehído eficazmente del concentrado.

- Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético de alta calidad separando eficazmente una fase acuosa (o fase superior) muy rica en acetaldehído y una fase orgánica (o fase inferior) que contiene yoduro de metilo y separando y eliminando acetaldehído eficazmente de la fase acuosa.

#### Medios para solucionar los problemas

- Los inventores de la presente invención observaron el hecho de que, entre los componentes de ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, metanol, agua y acetaldehído, el acetaldehído, que afecta de manera adversa a la calidad del ácido acético, tiene un punto de ebullición próximo al del yoduro de metilo y tiene el menor punto de ebullición, y realizaron estudios intensivos para lograr los objetos anteriores. Tras los estudios, los inventores encontraron que (a) yoduro de metilo y una gran cantidad de acetaldehído están contenidos en una fase volátil [que se forma mediante destilación instantánea de una mezcla de reacción producida mediante carbonilación de metanol en presencia de un sistema de catalizador que contiene un catalizador de metal, un haluro de metal y yoduro de metilo], particularmente en una corriente de cabeza formada mediante destilación de la fase volátil; y (b) la condensación de la fase volátil, particularmente la corriente de cabeza, mediante una pluralidad de condensadores a una temperatura de enfriamiento secuencialmente menor (temperatura de condensado) permite que la concentración de yoduro de metilo y acetaldehído llegue a altos niveles para separar acetaldehído en forma de una fase gaseosa o un condensado de la corriente de procedimiento, y el procedimiento puede eliminar acetaldehído eficazmente en comparación con la eliminación directa de acetaldehído mediante destilación simple de la corriente de cabeza. Por ejemplo, si un gas de corriente de cabeza (una corriente de cabeza) de una primera columna de destilación que destila la fase volátil se enfría mediante un primer condensador para formar un condensado que tiene una temperatura dada y un componente gaseoso no condensado y el componente gaseoso no condensado se enfría mediante un segundo condensador que tiene una temperatura de enfriamiento menor que la del primer condensador para formar un condensado que tiene una temperatura menor que la del primer condensado, entonces

el acetaldehído, que es un componente de bajo punto de ebullición, se concentra en el condensado del segundo condensador a una mayor concentración en comparación con la concentración de acetaldehído en un líquido de procedimiento (condensado) obtenido a partir de una condensación simple de toda la cantidad de la corriente de cabeza mediante únicamente el primer condensador. Un líquido de procedimiento que comprende principalmente el acetaldehído muy condensado se somete a tratamiento de eliminación de acetaldehído (por ejemplo, destilación) para dar un concentrado que tiene a una concentración de acetaldehído más alta adicionalmente, y por tanto puede eliminarse acetaldehído eficazmente del sistema. La presente invención se logró basándose en los hallazgos anteriores.

Es decir, según la presente invención, un procedimiento para producir ácido acético comprende: una etapa de reacción para permitir que reaccione metanol de manera continua con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que contiene un catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), un haluro de metal (por ejemplo, un yoduro de metal) y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación; una etapa de evaporación instantánea para separar una mezcla de reacción, que se alimenta de manera continua desde el reactor hasta un evaporador instantáneo (o un evaporador), en una fase volátil (componente de menor punto de ebullición) (2A) que contiene ácido acético producido y yoduro de metilo y una fase menos volátil (o fase poco volátil, componente de mayor punto de ebullición) (2B) que contiene el catalizador de metal y el haluro de metal; una etapa de destilación (o una etapa de recogida de ácido acético) para separar la fase volátil (2A), que se alimenta de manera continua a al menos una columna de destilación, en una corriente de cabeza (componente de menor punto de ebullición) (3A) que contiene yoduro de metilo y acetaldehído subproducto y una corriente (3B) que contiene ácido acético; y una etapa para condensar una fase gaseosa, que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, que resulta de al menos una etapa de estas etapas, para separar acetaldehído del condensado. En el procedimiento para producir ácido acético según la presente invención, la fase gaseosa se condensa mediante una pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, y se separa o se elimina acetaldehído de un(os) condensado(s) enriquecido(s) en acetaldehído.

La fase gaseosa que contiene al menos acetaldehído puede ser un componente gaseoso de bajo punto de ebullición que resulta de al menos una etapa de la etapa de evaporación instantánea y la etapa de destilación. Por ejemplo, la fase gaseosa puede ser una fase volátil de la etapa de evaporación instantánea o pues ser una corriente de cabeza de una o una pluralidad de etapas de destilación. La fase gaseosa incluye preferiblemente al menos una corriente de cabeza (particularmente, una primera corriente de cabeza que tiene una alta concentración de acetaldehído de una primera etapa de destilación). Además, la fase gaseosa puede ser un componente gaseoso de bajo punto de ebullición contenido en un gas emitido (gas residual) descargado o emitido a partir del procedimiento. La fase gaseosa puede contener acetaldehído, yoduro de metilo, y otros.

Con el fin de separar y eliminar eficazmente acetaldehído de la corriente de cabeza (3A), la corriente de cabeza (3A) como fase gaseosa puede someterse a la pluralidad de condensadores y enfriarse para formar condensados y componentes gaseosos no condensados, en la que los condensados pueden tener una temperatura menor y una concentración de acetaldehído mayor secuencialmente en el sentido aguas abajo (o en el que un condensado en un lado más aguas abajo tiene una menor temperatura y una mayor concentración de acetaldehído); y puede separarse acetaldehído a partir de un(os) condensado(s) que tiene(n) una alta concentración de acetaldehído. Además, la fase volátil (2A) puede destilarse mediante una primera columna de destilación para formar una corriente de cabeza, y la corriente de cabeza como fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores para separar acetaldehído de un(os) condensado(s) enriquecido(s) en acetaldehído.

El componente que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído no se limita particularmente a la corriente de cabeza (3A) o un condensado de la misma, y pueden usarse diversas corrientes de procedimiento como componente de este tipo. Por ejemplo, con el fin de separar y eliminar eficazmente acetaldehído de la fase volátil (2A) separada mediante el evaporador instantáneo, la fase volátil (2A) como fase gaseosa puede someterse a la pluralidad de condensadores y enfriarse para formar condensados y componentes gaseosos no condensados, en la que los condensados pueden tener una temperatura menor y una concentración de acetaldehído mayor secuencialmente en el sentido aguas abajo; y puede separarse acetaldehído a partir de un(os) condensado(s) que tiene(n) una alta concentración de acetaldehído. Además, la fase volátil (2A) como fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, una fase superior y/o una fase inferior formada en al menos uno de un segundo condensador y posteriores [en otras palabras, al menos uno de un segundo (2º) a n-ésimo (n = de 2 a n) condensadores excepto un primer condensador, en el que el número de condensadores es n] puede destilarse mediante una primera columna de destilación y/o una segunda columna de destilación para formar una primera corriente de cabeza y/o una segunda corriente de cabeza.

Además, la fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, y un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, un condensado (concentrado) enriquecido en acetaldehído) puede almacenarse en un tanque de retención, y puede separarse acetaldehído a partir del condensado almacenado.

Además, según la presente invención, puesto que puede eliminarse acetaldehído eficazmente de una corriente de procedimiento, puede recircularse un componente útil a una etapa de procedimiento. Por ejemplo, la fase volátil (2A) separada en el evaporador instantáneo puede destilarse mediante una primera columna de destilación para formar

una primera corriente de cabeza, la corriente de cabeza como fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, y un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (en el caso en el que se separa un condensado en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede destilarse mediante una segunda columna de destilación para separar o producir una segunda corriente de cabeza rica en acetaldehído. En este procedimiento, la primera corriente de cabeza puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede almacenarse en un tanque de retención, y el líquido almacenado puede destilarse mediante una segunda columna de destilación para separar o producir una segunda corriente de cabeza rica en acetaldehído. Además, la fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, un condensado de al menos un primer condensador puede almacenarse en un decantador, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, un condensado enriquecido en acetaldehído) puede almacenarse en un tanque de retención, el líquido almacenado en el decantador y el líquido almacenado en el tanque de retención pueden combinarse, y puede separarse acetaldehído a partir del líquido combinado. Por ejemplo, la primera corriente de cabeza como fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, un condensado de al menos un primer condensador (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede almacenarse en un decantador, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede almacenarse en un tanque de retención, el condensado en el decantador y el condensado en el tanque de retención pueden combinarse y destilarse mediante una segunda columna de destilación para separar o producir una segunda corriente de cabeza rica en acetaldehído. El líquido almacenado en el decantador y el líquido almacenado (condensado enriquecido en acetaldehído) en el tanque de retención pueden combinarse en una razón en peso de aproximadamente 0/100 a 95/5 como el primero/el último y se destilan.

La segunda corriente de cabeza puede someterse a extracción con agua para formar una fase acuosa que contiene acetaldehído y una fase orgánica que contiene yoduro de metilo, y la fase orgánica puede recircularse al reactor. Por ejemplo, la mezcla de reacción puede someterse al evaporador instantáneo para formar una fase volátil (2A), la fase volátil (2A) puede destilarse mediante la primera columna de destilación para formar una primera corriente de cabeza (3A), al menos una fase gaseosa seleccionada de la fase volátil (2A) y la primera corriente de cabeza (3A) pueden condensarse mediante la pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede destilarse mediante una segunda columna de destilación para formar una segunda corriente de cabeza, la segunda corriente de cabeza (si es necesario, la fase superior y/o la fase inferior formada en el condensador) puede someterse a extracción con agua, y la fase orgánica resultante (fase pesada, fase de yoduro de metilo) puede recircularse al reactor.

La fase gaseosa puede condensarse mediante de 2 a 5 condensadores dispuestos al menos en serie. Además, puesto que el acetaldehído tiene un bajo punto de ebullición, puede separarse acetaldehído a partir de un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores entre la pluralidad de condensadores. Por ejemplo, en el caso en el que se usen dos condensadores, la fase gaseosa puede enfriarse mediante un primer condensador para formar un primer condensado y un primer componente gaseoso no condensado, el primer componente gaseoso no condensado puede enfriarse mediante un segundo condensador cuya temperatura de enfriamiento es menor que la del primer condensador para formar un segundo condensado que tiene una temperatura menor que la del primer condensado y un segundo componente gaseoso no condensado, y puede separarse acetaldehído a partir de al menos el segundo condensado.

Además, puede separarse y eliminarse acetaldehído de un gas de respiradero (gas residual) que resulta del procedimiento. Por ejemplo, de la etapa de reacción (reactor), se genera un gas de respiradero a una presión relativamente alta. Además, también se genera un gas de respiradero a partir de un condensador (en particular, el último condensador) para condensar la fase volátil de la etapa de evaporación instantánea y a partir de un condensador (en particular, el último condensador) para condensar la corriente de cabeza de la etapa de destilación. Por tanto, un gas emitido, que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, que resulta de al menos una etapa de la etapa de reacción, la etapa de evaporación instantánea, la etapa de almacenamiento (etapa de condensar-retener) y al menos una etapa de destilación puede permitirse que entre en contacto con un disolvente de absorción, el disolvente resultante puede separarse para formar una fase gaseosa que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, y puede separarse acetaldehído a partir de la fase gaseosa. Este procedimiento puede comprender una etapa de recuperación (o recogida) para recuperar (o recoger) un componente de menor punto de ebullición con un disolvente de absorción.

El procedimiento puede comprender además una etapa de separación y recirculación para separar acetaldehído de al menos una porción (porción o todo, o una mezcla que contiene una porción o todo de cada condensado) de condensados de acetaldehído formados en la pluralidad de condensadores, y recircular un líquido residual del que se ha eliminado acetaldehído (un líquido al que se le ha eliminado acetaldehído) a al menos una etapa de la etapa de reacción hasta la etapa de separación de acetaldehído. Por ejemplo, el líquido residual del que se ha eliminado acetaldehído (por ejemplo, un líquido rico en yoduro de metilo) puede recircularse, por ejemplo, al reactor, el

evaporador instantáneo, la columna separadora y la columna de destilación.

Cada uno de los condensados formados en la pluralidad de condensadores tiene una temperatura a la que una mezcla de componentes volátiles puede condensarse, por ejemplo, un condensado formado en un primer condensador puede tener una temperatura no menor que un punto de ebullición de acetaldehído, y un condensado formado en al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede tener una temperatura a la que el acetaldehído puede condensarse (por ejemplo, una temperatura menor que el punto de ebullición). Por ejemplo, el condensado formado en un primer condensador entre la pluralidad de condensadores puede tener una temperatura de no más de 110°C (por ejemplo, de aproximadamente 20 a 110°C) y preferiblemente una temperatura de no más de 105°C (por ejemplo, de aproximadamente 30 a 100°C). Además, el condensado formado en al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede tener una temperatura de no más de 45°C (por ejemplo, de aproximadamente -15°C a 45°C) y preferiblemente una temperatura de -10°C a 40°C (por ejemplo, de aproximadamente -5°C a 30°C).

Además, la presente invención también incluye un método para separar o eliminar acetaldehído de una mezcla (o mezcla de líquidos). Este método comprende: destilar una mezcla que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, metanol, agua y acetaldehído para formar una fase gaseosa que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído y una fase líquida que contiene al menos agua y metanol; y condensar la fase gaseosa con el fin de separar acetaldehído del/de los condensado(s). La fase gaseosa se condensa mediante una pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, y se separa o se elimina acetaldehído de un(os) condensado(s) enriquecido(s) en acetaldehído. Según este método, el/los condensado(s) enriquecido(s) en acetaldehído puede(n) destilarse para condensar acetaldehído a una concentración mayor y para separar o eliminar el acetaldehído condensado. Por ejemplo, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores entre la pluralidad de condensadores puede destilarse para separar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído (una corriente de cabeza enriquecida en acetaldehído). En este caso, el condensado puede separarse en una corriente de cabeza y una corriente de líquido (o corriente de fondo) mediante destilación. Además, la fase gaseosa puede condensarse mediante una pluralidad de condensadores, un condensado de al menos un primer condensador puede almacenarse en un decantador, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) (por ejemplo, un condensado enriquecido en acetaldehído) puede almacenarse en un tanque de retención, el líquido almacenado en el decantador y el líquido almacenado en el tanque de retención pueden combinarse y destilarse para separar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído. Además, con el fin de separar y eliminar acetaldehído eficazmente, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) entre la pluralidad de condensadores puede destilarse para formar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído (una corriente de cabeza enriquecida en acetaldehído), y la corriente de cabeza puede someterse a extracción con agua para formar una fase acuosa que contiene acetaldehído y una fase orgánica.

El término “un segundo condensador y posteriores” significa, suponiendo que el número de condensadores es  $n$  (condensadores  $n_1, n_2, n_3, \dots, n_n$ ), segundos, terceros, ...,  $n^{\text{ésimos}}$  condensadores (condensadores  $n_2, n_3, \dots, n_n$ ) excepto un primer condensador (condensador  $n_1$ ). Por tanto, el término “un segundo condensador y posteriores” puede reformularse como “un segundo condensador y posteriores que pueden contener un último condensador”. Si el número  $n$  es 2, el término “un segundo condensador y posteriores” significa un único condensador (es decir, un segundo condensador).

El término “fase gaseosa” puede referirse como “componente de fase gaseosa”.

Los términos “fase menos volátil” y “fase volátil” pueden referirse como “componente de fase menos volátil” y “componente de fase volátil”, respectivamente.

El término “corriente de cabeza” puede referirse como “componente de corriente de cabeza”.

El término “condensado” puede referirse como “componente condensado”.

También ha de entenderse que tal como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un”, “una” y “el/la” incluyen las referencias en plural a menos que el contexto dicte claramente lo contrario. La letra “s” tras un nombre designa tanto las formas en plural como en singular de ese nombre.

### Efectos de la invención

Según la presente invención, puesto que una fase gaseosa que contiene al menos acetaldehído se condensa mediante una pluralidad de condensadores para separar y eliminar acetaldehído de un(os) condensado(s) enriquecido(s) en (enriquecido(s) con) acetaldehído, puede producirse ácido acético con eliminación de acetaldehído eficazmente mejorada. Además, puesto que la fase gaseosa se condensa mediante la pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, puede condensarse y eliminarse acetaldehído eficazmente de una corriente de procedimiento de manera sencilla, y por tanto, puede producirse ácido acético altamente purificado. Además, la condensación de la fase gaseosa usando la pluralidad de condensadores da como resultado altas concentraciones de acetaldehído y yoduro de metilo, que tienen puntos de ebullición en estrecha proximidad. Por tanto, puede eliminarse acetaldehído eficazmente, y puede producirse ácido acético de alta calidad.

Además, la condensación de la fase gaseosa mediante una pluralidad de condensadores forma eficazmente separación líquido-líquido de una fase acuosa (o fase superior) que tiene acetaldehído altamente concentrado y una fase orgánica (o fase inferior) que contiene yoduro de metilo. Por tanto, la combinación de los condensados enriquecidos con acetaldehído (o condensados separados) formados en la pluralidad de condensadores con la destilación y/o extracción con agua separa y elimina eficazmente acetaldehído de la fase acuosa y produce un ácido acético de alta calidad recirculando eficazmente yoduro de metilo a un sistema de reacción.

### Breve descripción de 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.

10 [Fig. 2] La figura 2 es un diagrama para mostrar un sistema de absorción indicado en la figura 1.

[Fig. 3] La figura 3 es un diagrama para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según otra realización de la presente invención.

### Descripción de realizaciones

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

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

El procedimiento (o aparato de producción) comprende un reactor (sistema de reacción) 1 para llevar a cabo la reacción de carbonilación de metanol; un evaporador instantáneo 2 para separar una mezcla de reacción (o una disolución de reacción) que contiene ácido acético producto en una fase volátil (o componente de menor punto de ebullición) (2A) que contiene ácido acético producto, yoduro de metilo, acetato de metilo y agua, y una fase menos volátil (o componente de mayor punto de ebullición) (2B) que contiene el catalizador de rodio y yoduro de litio; una columna separadora (columna de destilación) 3 para separar la fase volátil (2A) del evaporador instantáneo 2 al en una corriente de cabeza (o primera corriente de cabeza, corriente de gas, componente de menor punto de ebullición) (3A) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído subproducto, agua y otros, una corriente o fase de ácido acético (3B) que contiene ácido acético como corriente lateral, y una corriente de líquido (corriente de fondo, componente de mayor punto de ebullición) (3C) que contiene ácido acético, agua, ácido propiónico y otros; un decantador 4 para condensar la primera corriente de cabeza (3A) y retener o almacenar temporalmente el condensado (componente líquido); un tanque de compensación 5 para almacenar (o retener) temporalmente el condensado (o una fase inferior o superior formada mediante separación de fases del condensado en el decantador 4) del decantador 4; una columna de destilación [o columna de separación (o eliminación) de acetaldehído] 6 para separar el condensado del decantador 4 y/o el tanque de compensación 5 (o una fase inferior o superior formada en el decantador 4 y/o el tanque de compensación 5) en una segunda corriente de cabeza (corriente gaseosa, componente de menor punto de ebullición) (4A) que contiene acetaldehído y yoduro de metilo y una corriente de líquido (corriente de fondo o componente de mayor punto de ebullición) (4B) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido acético y otros; un tanque de compensación 7 para almacenar (o retener) temporalmente la corriente de fondo (4B) de la columna de destilación 6; y una columna de extracción (unidad de extracción o extractor) 8 para someter la segunda corriente de cabeza (4A) a extracción con agua para formar una fase acuosa (fase ligera) que contiene acetaldehído y una fase orgánica (fase pesada) que contiene yoduro de metilo y para recircular la fase orgánica (fase pesada, refinado) al reactor 1. Además, el procedimiento (o aparato de producción) mostrado en la figura 1 también comprende un tanque de retención 9 para almacenar un condensado formado enfriando la fase volátil (2A) del evaporador instantáneo 2 para recircular el condensado al reactor 1; y un sistema de absorción para tratar por absorción un gas de respiradero generado a partir del procedimiento.

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

50 Al reactor 1, se le alimentan de manera continua metanol como componente líquido y monóxido de carbono como reactivo gaseoso a velocidades de flujo predeterminadas. Además, al reactor 1, puede alimentársele una mezcla de catalizador (mezcla de catalizador líquido) que contiene un sistema de catalizador de carbonilación [un sistema de catalizador que comprende un componente de catalizador de metal principal (por ejemplo, un catalizador de rodio) y un cocatalizador (por ejemplo, yoduro de litio y yoduro de metilo)] y agua.

55 Dentro del reactor 1, avanza una reacción de carbonilación de metanol con la formación de un equilibrio entre un sistema de reacción de fase líquida que contiene los reactivos y el componente de mayor punto de ebullición tal como el componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) y un sistema de

fase gaseosa que comprende monóxido de carbono, subproductos (hidrógeno, metano, dióxido de carbono) y un componente vaporizado de menor punto de ebullición (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético como producto y acetato de metilo). Con el fin de mantener constante la presión interna del reactor 1 (por ejemplo, presión de reacción, presión parcial de monóxido de carbono y presión parcial de hidrógeno), se retira un gas de respiradero (gas residual) A y se descarga de la parte superior del reactor 1, y el gas de respiradero (gas residual) A se alimenta al sistema de absorción.

Los componentes en la mezcla de reacción (disolución de reacción en bruto) del reactor 1 pueden incluir ácido acético, un componente de menor punto de ebullición o impureza 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, agua y acetaldehído como subproducto), y un componente de mayor punto de ebullición o impureza que tiene un punto de ebullición mayor que el del ácido acético [por ejemplo, un componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), yoduro de litio como cocatalizador y un ácido alcanocarboxílico C<sub>3-12</sub> tal como ácido propiónico]. Además, diversos subproductos derivados de acetaldehído, por ejemplo, se produce como subproducto un compuesto de aldehído (tal como crotonaldehído o 2-etilcrotonaldehído), y también se produce como subproducto un yoduro de alquilo C<sub>2-12</sub> (tal como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo, yoduro de hexilo). Por tanto, se prefiere separar y eliminar acetaldehído, que es un componente principal para producir subproductos a partir de la mezcla de reacción y recuperar (o recoger) un componente útil (por ejemplo, yoduro de metilo) de la corriente de procedimiento para su reutilización eficaz.

Una porción de la mezcla de reacción se retira de manera continua del reactor 1 y se introduce o se alimenta al evaporador instantáneo (columna de destilación o columna de separación de catalizador) 2 por medio de una línea de alimentación 11 para destilación instantánea.

En el evaporador instantáneo (columna de destilación instantánea) 2, la mezcla de reacción se separa en una fase volátil (corriente de menor punto de ebullición) (2A) (que contiene principalmente ácido acético, que es un producto y también desempeña un papel como disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, metanol, acetaldehído y otros) y una fase menos volátil (corriente de mayor punto de ebullición) (2B) (que contiene principalmente el componente de catalizador de metal tal como el catalizador de rodio y yoduro de litio, y otros), y la fase menos volátil (2B) se recircula al reactor 1 por medio de una línea de fondo 21 desde el fondo del evaporador instantáneo, y la fase volátil (2A) (corriente que contiene principalmente ácido acético) se alimenta de manera continua o se introduce en la columna separadora (o columna de destilación) 3 por medio de una línea de alimentación 22 desde la parte de arriba o superior del evaporador instantáneo 2. Por cierto, la fase menos volátil (2B) también contiene, además del catalizador de metal (el catalizador de rodio) y el haluro de metal (yoduro de litio), componentes no evaporados (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y una traza de ácido acético). En esta realización, la cantidad de la fase volátil (2A) que va a separarse en el evaporador instantáneo 2 es de aproximadamente el 20 al 40% en volumen de toda la mezcla de reacción.

Una porción de la fase volátil (2A) se alimenta a un primer condensador (condensador de enfriamiento, intercambiador de calor) C1 que tiene una temperatura de condensación predeterminada por medio de una línea 23 para condensar y separar la fase volátil mediante enfriamiento en un primer condensado y un primer componente gaseoso no condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído. El condensado puede separarse en dos fases líquidas. El primer condensado se alimenta al tanque de retención 9 mencionado a continuación. Además, el primer componente gaseoso no condensado se alimenta a un segundo condensador (condensador de enfriamiento, intercambiador de calor) C2 que tiene una temperatura menor que la del primer condensador C1 por medio de una línea 26 para separar en un segundo condensado que tiene acetaldehído altamente concentrado y un segundo componente gaseoso no condensado. El condensado puede separarse en dos fases líquidas. Una pluralidad de operaciones de condensación de este tipo puede formar un condensado enriquecido en acetaldehído (o un condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído). Una porción del segundo condensado se alimenta al decantador 4 por medio de líneas de decantador (una línea 27 y una línea de ramificación 28), y otra porción del mismo se alimenta al tanque de compensación (o tanque de retención) 5 por medio de una línea 29 unida a la línea 27. Al menos una porción (porción o todo) del segundo condensado se alimenta a una etapa de eliminación de acetaldehído [columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6]. En más detalle, el segundo condensado se alimenta a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio de una línea y una unidad (por ejemplo, las líneas 27, 28, 29, el decantador 4, el tanque de compensación 5 y una línea 52) para un tratamiento de eliminación de acetaldehído. El segundo componente gaseoso no condensado se envía como gas de respiradero B al sistema de absorción.

En la realización mostrada en la figura 1, el procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético comprende un recipiente de almacenamiento (tanque de retención) 9 para almacenar el condensado que se forma enfriando y condensando una porción de la fase volátil (2A) del evaporador instantáneo 2, y el condensado (componente condensado y del que se ha eliminado calor) se recircula desde el recipiente de almacenamiento 9 hasta el reactor 1 para controlar la temperatura de reacción. En más detalle, una porción (por ejemplo, de aproximadamente el 10 al 30% en volumen) de la fase volátil (2A) se enfría (o se elimina el calor) y se condensa en el primer condensador (condensador de enfriamiento, intercambiador de calor) C1; el condensado resultante se almacena en el tanque de retención 9 por medio de una línea 24; y el condensado almacenado se recircula al reactor 1 por medio de una línea 25. De esta manera, la condensación o eliminación por calor de una porción de la



fase volátil (2A) y la recirculación del condensado resultante al reactor facilita el control de temperatura del reactor 1 en el que se produce una reacción exotérmica, y puede reducir la carga a la columna separadora (por ejemplo, una columna de destilación) 3 incluso para una planta de gran tamaño. Además, puesto que la fase volátil puede condensarse hasta un líquido que tiene un volumen más pequeño, puede reducirse el tamaño (o miniaturizarse) de un aparato tal como la columna separadora (por ejemplo, una columna de destilación) 3. Por tanto, puede producirse ácido acético con una alta pureza y un alto rendimiento en un equipo que ahorra energía y recursos.

En la columna separadora (columna de destilación) 3, la fase volátil (2A) de la destilación instantánea se separa en una corriente de cabeza (gas de corriente de cabeza, corriente o componente de menor punto de ebullición) (3A) (que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, habitualmente, yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, metanol, ácido acético y otros) retirada desde la parte de arriba o superior de la columna por medio de una línea de retirada 32, una corriente lateral o corriente de fase de ácido acético (corriente de ácido acético) (3B) que se recupera por medio de una línea de alimentación 40 mediante corte lateral y contiene principalmente ácido acético, y una corriente de líquido inferior (corriente o componente de mayor punto de ebullición) (3C) (una fase líquida que contiene al menos agua y metanol, habitualmente, un componente que contiene ácido acético, agua, metanol, ácido propiónico y otros) retirada de la parte de abajo o inferior de la columna por medio de una línea de fondo 31.

En esta realización, la cantidad de la corriente de cabeza (3A) separada en la columna separadora 3 es de aproximadamente el 35 al 50% en peso en toda la fase volátil (2A). Además, tal como se describe más adelante, cuando un líquido de procedimiento de la(s) etapa(s) sucesiva(s) se recircula a la columna separadora 3, la cantidad total de la fase volátil (2A) alimentada a partir del evaporador instantáneo 2 y el componente recirculado de la(s) etapa(s) sucesiva(s) se somete a destilación en la columna separadora 3 para formar la corriente de cabeza (3A).

La corriente de ácido acético (3B) se alimenta a otra columna de destilación (no mostrada) por medio de la línea 40 y luego se destila para su purificación adicional. Además, la corriente de líquido inferior (corriente o componente de mayor punto de ebullición) (3C) puede descargarse por medio de la línea 31. En esta realización, la corriente de líquido inferior (3C) se recircula parcial o completamente al reactor 1 por medio de una línea 90.

La corriente de cabeza (3A) contiene acetaldehído y yoduro de metilo, además, ácido acético, acetato de metilo, agua, metanol, otras impurezas [por ejemplo, un aldehído o una impureza de carbonilo (tal como crotonaldehído o butiraldehído), un yoduro de alquilo  $C_{2-12}$  y un ácido alcanocarboxílico  $C_{3-12}$ ] en casos prácticos. La corriente de cabeza (3A), que es un gas de corriente de cabeza de la columna separadora 3, se alimenta al primer condensador C3 por medio de la línea de retirada 32, se enfría y se condensa a una temperatura predeterminada, y se separa en un primer condensado y un primer componente gaseoso no condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído (o que tiene acetaldehído enriquecido). El primer condensado se alimenta de manera continua al decantador (aparato decantador, recipiente de almacenamiento) 4 por medio de una línea 33 y se mantiene (almacena) temporalmente.

Además, el primer componente gaseoso no condensado se alimenta a un segundo condensador C4 por medio de las líneas 34, 35. En el segundo condensador C4, el componente se enfría y se condensa a una temperatura menor que la del primer condensador C3 para formar un segundo condensado enriquecido en acetaldehído y un segundo componente gaseoso no condensado, que se separan uno de otro.

Una porción del segundo condensado se alimenta al decantador 4 por medio de una línea de decantador (en la realización mostrada, una línea 36 y una línea 39 ramificada desde la línea 36 (la línea 39 se une a la línea 28 en un lado aguas abajo)), y otra porción del mismo se alimenta al tanque de compensación (o tanque de retención) 5 por medio de una primera línea de tanque de compensación (en la realización mostrada, las líneas 37 y 38 que se extiende en una dirección aguas abajo desde el punto de ramificación de la línea 39 (una línea 38 unida a las líneas 29, 36, 37 en un lado aguas arriba)). El segundo condensado en el decantador 4 (en el caso en el que el condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior y/o una fase inferior) puede alimentarse al tanque de compensación (o tanque de retención) 5 por medio de una segunda línea de tanque de compensación (en la realización mostrada, las líneas 41, 43a o líneas 44, 44b, 43a).

Al menos una porción (todo o porción) del segundo condensado se alimenta a la etapa de eliminación de acetaldehído [columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6]. En más detalle, el segundo condensado se alimenta a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio de una línea y una unidad (por ejemplo, las líneas 39, 38, el decantador 4, el tanque de compensación 5 y las líneas 52, 53) para un tratamiento de eliminación de acetaldehído. El segundo componente gaseoso no condensado se envía como gas de respiradero (gas residual) C al sistema de absorción. Además, el componente gaseoso no condensado del decantador 4 también se envía como gas de respiradero (gas residual) D al sistema de absorción.

La fase volátil (2A) y la corriente de cabeza (3A) se enfrían y se condensan mediante una pluralidad de condensadores de enfriamiento para condensar acetaldehído eficazmente. Más específicamente, en la producción de ácido acético, la corriente de procedimiento (mezcla), tal como la fase volátil (2A), la corriente de cabeza (3A), y otras corrientes, contiene diversos componentes con diferentes puntos de ebullición, por ejemplo, ácido acético (118°C), agua (100°C), metanol (64,1°C), acetato de metilo (57,5°C), yoduro de metilo (42,5°C), acetaldehído (21°C),

dimetil éter (-23,6°C) y yoduro de hidrógeno (-35,4°C). El punto de ebullición se proporciona en los paréntesis. Entre estos componentes, yoduro de hidrógeno y dimetil éter, que existen habitualmente en menores cantidades, tienen un punto de ebullición de no más de 0°C, y el acetaldehído tiene un punto de ebullición próximo al del yoduro de metilo.

5 Por tanto, es difícil separar y eliminar sólo o preferentemente acetaldehído de la mezcla mediante destilación simple. Además, incluso si la corriente de procedimiento (mezcla de vapor) se enfría mediante un único condensador de enfriamiento para formar un condensado que contiene acetaldehído, se condensan y se licúan diversos componentes de amplia variedad. Por tanto, no puede separarse acetaldehído del condensado eficazmente.

10 En cambio, una pluralidad de condensadores C1 y C2 (y/o C3 y C4), que tienen una temperatura de enfriamiento secuencialmente menor con un sentido más aguas abajo, puede condensar un componente predeterminado según la temperatura de enfriamiento de cada condensador para separar un componente condensado de una fase gaseosa. Por ejemplo, un primer condensado (por ejemplo, un condensado que contiene principalmente ácido acético, agua, metanol y otros) puede separarse de un primer componente no condensado (por ejemplo, un componente gaseoso que contiene principalmente acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído y otros) mediante un primer condensador C1 o C3 fijado a una temperatura de condensado de aproximadamente 25 a 15 100°C. El enfriamiento adicional del primer componente no condensado (componente de menor punto de ebullición) mediante un segundo condensador C2 o C4 fijado a una temperatura de condensado de aproximadamente -10 a 50°C puede separar un segundo condensado que contiene un concentrado de un componente de menor punto de ebullición predeterminado (por ejemplo, un condensado que contiene principalmente acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído y otros) de un segundo componente gaseoso no condensado (por ejemplo, un componente gaseoso que contiene trazas de yoduro de metilo y acetaldehído, y otros).

20 En particular, el uso de una pluralidad de condensadores puede formar un condensado enriquecido en acetaldehído (o un condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído). Por ejemplo, en el caso en el que dos condensadores, C3 y C4, se usen para condensación, un primer condensado formado en el primer condensador C3 (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una mezcla completa de una fase superior y una fase inferior) tiene una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, el 0,1 al 0,2% en peso. Un condensado formado en un único condensador tiene también la misma concentración de acetaldehído. En cambio, en un segundo condensado formado en el segundo condensador C4 (en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una mezcla completa de una fase superior y una fase inferior), puede concentrarse acetaldehído hasta una concentración de 1,2 veces o más (por ejemplo, de 1,5 a 3 veces) tan alta como la del primer condensado (la mezcla completa mencionada anteriormente). Por ejemplo, el segundo condensado puede tener una concentración de acetaldehído del 0,15 al 0,5% en peso.

35 En el caso en el que el primer condensado en el primer condensador C3 se separe en dos fases (o capas) líquidas, la fase superior puede tener una concentración de acetaldehído de aproximadamente 500 a 5000 ppm, preferiblemente de aproximadamente 1000 a 4000 ppm y más preferiblemente de aproximadamente 1200 a 3000 ppm, y la fase inferior puede tener una concentración de acetaldehído de aproximadamente 200 a 3000 ppm, preferiblemente de aproximadamente 400 a 2500 ppm, y más preferiblemente de aproximadamente 500 a 2000 ppm. En cambio, en el caso en el que el segundo condensado en el segundo condensador C4 se separe en dos fases (o capas) líquidas, la fase superior puede tener una concentración de acetaldehído de aproximadamente 2000 a 15000 ppm y preferiblemente de aproximadamente 3000 a 12000 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 5000 a 40 10000 ppm), y la fase inferior puede tener una concentración de acetaldehído de aproximadamente 1000 a 5000 ppm y preferiblemente de aproximadamente 1500 a 4000 ppm.

45 En el decantador 4, el primer condensado del primer condensador C3 no requiere necesariamente formar fases (o capas) líquidas separadas. El primer condensado forma habitualmente una capa superior (fase acuosa) que contiene principalmente agua y acetaldehído (y un aldehído) y una capa inferior (fase orgánica) que contiene principalmente yoduro de metilo. Incluso si el primer condensado se separa en dos fases (o capas) líquidas, están contenido acetaldehído y yoduro de metilo en ambas capas en un grado no pequeño. La razón en volumen de la capa superior (o fase acuosa) en relación con la capa inferior (o fase orgánica) puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,5/1 a 1,5/1 (por ejemplo, de aproximadamente 0,7/1 a 1,3/1) como el primero/el último.

50 El condensado en el decantador 4 se suministra a una línea de tanque de compensación (una línea 43 ramificada desde la línea 41, una línea 43a ramificada desde la línea 43), y al menos una porción del condensado (particularmente la fase superior y/o la fase inferior, por ejemplo, la fase orgánica inferior) se alimenta al tanque de compensación 5.

55 El decantador 4 para almacenar el primer condensado del primer condensador C3 desempeña un papel importante en el procedimiento según la presente invención. Específicamente, al decantador 4, se le alimenta el primer condensado del primer condensador C3 por medio de la línea de alimentación 33, el segundo condensado, que tiene una alta concentración de acetaldehído, del segundo condensador C4 se alimenta por medio de la línea 39, y estos condensados pueden converger y almacenarse en el decantador 4. Por tanto, el control de las velocidades de flujo de los condensados a estas líneas 33 y 39 permite un funcionamiento estable de todo el procedimiento, incluyendo la columna de destilación 6, y una mejora de la eficacia de eliminación de acetaldehído (cantidad de eliminación de 60 acetaldehído).

El segundo condensado, que tiene una alta concentración de acetaldehído, del segundo condensador C4 no requiere necesariamente alimentarse al decantador 4.

Además, el resto del condensado (el condensado no alimentado al tanque de compensación 5) puede alimentarse a la columna de destilación 6 por medio de una línea de alimentación (una línea 43b ramificada desde la línea 43). El condensado en el decantador 4 se alimenta a la columna de destilación 6 dependiendo de la composición o la concentración de acetaldehído, si es necesario, por medio de una línea de alimentación (por ejemplo, líneas de alimentación 44, 44b y/o líneas de alimentación 41, 43, 43b, 52) para eliminar acetaldehído. Específicamente, una porción del condensado (particularmente, la fase acuosa superior) puede alimentarse a la columna de destilación 6 por medio de una línea de alimentación (por ejemplo, líneas 44, 44b).

Además, el condensado puede alimentarse al reactor 1. Por ejemplo, el condensado (particularmente, la fase orgánica inferior) en el decantador 4 puede recircularse al reactor 1 mediante una línea de recirculación 90 por medio de las líneas 41 y 42. Además, una porción del condensado (particularmente, la fase superior y/o la fase inferior, por ejemplo, la fase acuosa superior) puede devolverse al reactor 1 mediante una línea de recirculación (una línea de recirculación 90 por medio de las líneas 44, 44a y una línea de ramificación 45b ramificada desde la línea 44a).

Además, el condensado también puede alimentarse a la columna separadora 3. Por ejemplo, una porción del condensado en el decantador 4 (particularmente, la fase acuosa superior) puede recircularse a la columna separadora 3 por medio de una línea de recirculación (la línea 44, la línea de ramificación 44a ramificada desde la línea 44, una línea de ramificación 45a ramificada desde la línea 44a y una línea de recirculación 46). Una porción del condensado (particularmente, la fase acuosa superior o la fase orgánica inferior) puede recircularse a cada uno de la columna separadora 3 y el reactor 1 por medio de estas líneas de recirculación (línea 45a y 45b).

Según la realización de la figura 1, la fluctuación de la cantidad almacenada (o la fluctuación del nivel de líquido) del condensado en el decantador 4 se suprime. Específicamente, la fluctuación de la cantidad almacenada (o el nivel de líquido) del condensado en el decantador 4 se suprime (o se controla) recirculando una porción del condensado al reactor 1 y/o la columna separadora 3 u otros por medio de una línea de recirculación (por ejemplo, la línea (sublínea) 44a ramificada desde la línea 44 o la línea (sublínea) 42 ramificada desde la línea 41) basándose en la fluctuación de la velocidad de flujo del condensado al decantador 4.

Al tanque de compensación (tanque de retención) 5, se le alimenta el condensado de la fase volátil (2A) y/o el de la corriente de cabeza (3A) por medio de la línea 38, y el condensado enriquecido en acetaldehído se almacena en el tanque de retención 5. Además, el condensado del decantador 4 no requiere necesariamente alimentarse al tanque de compensación 5, y el condensado del decantador 4 puede alimentarse habitualmente al tanque de retención 5 por medio de la línea 43a.

El condensado en el tanque de compensación 5 se alimenta a al menos la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 para formar una segunda corriente de cabeza rica en acetaldehído. El condensado [particularmente, en el caso en el que el condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior (fase acuosa) y/o una fase inferior (fase orgánica)] puede alimentarse a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio de una línea de alimentación (líneas 54, 56, líneas 51, 52, 53).

En el caso en el que el condensado de la línea 43a se almacene temporalmente en el tanque de compensación 5 y se alimente a la columna de destilación 6 por medio de una línea dada, la fluctuación de la velocidad de flujo del condensado (componente condensado) puede reducirse eficazmente en el tanque de compensación 5, de modo que el condensado puede alimentarse desde el tanque de compensación 5 hasta la columna de destilación 6 a una velocidad de alimentación predeterminada (o sustancialmente constante).

Tal como se describió anteriormente, puesto que la fluctuación de la velocidad de flujo del condensado en la línea 43a se inhibe significativamente, el condensado puede alimentarse directamente a la columna de destilación 6. En la realización mostrada en la figura 1, con el fin de reducir adicionalmente la fluctuación de la velocidad de flujo, el condensado se alimenta indirectamente a la columna de destilación 6 mediante un recipiente de almacenamiento (tanque de compensación) 5 que tiene una función de amortiguamiento. Es decir, el condensado de la línea 43a se almacena temporalmente en el tanque de compensación 5 y luego se alimenta a la columna de destilación 6 por medio de una línea dada 53. Por tanto, el condensado puede alimentarse desde el tanque de compensación 5 hasta la columna de destilación 6 por medio de la línea dada 53 a una velocidad de alimentación predeterminada (o sustancialmente constante) de manera estable al tiempo que se suprime eficazmente la fluctuación de la velocidad de flujo del condensado que va a alimentarse desde la línea 43a hasta el tanque de compensación 5.

El tanque de compensación (o tanque de retención) 5 para almacenar el segundo condensado del segundo condensador C4 desempeña un papel significativo en el procedimiento según la presente invención. En más detalle, a la línea de alimentación (líneas 36, 37, 38, particularmente la línea 38), se unen las siguientes líneas: la línea 37 para alimentar el segundo condensado (condensado tras ramificarse mediante la línea de ramificación 39) del segundo condensador C4, la línea 29 para alimentar el segundo condensado de la fase volátil (2A) formado en el

segundo condensador C2 y una línea 112 para alimentar el condensado de gases de respiradero A a E. Por tanto, el condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído puede almacenarse (o conservarse) en el tanque de compensación (o tanque de retención) 5, y la destilación del condensado en la columna de destilación 6 puede eliminar por destilación o eliminar acetaldehído eficazmente. Además, el aparato mostrado en la figura 1 está dotado de la línea de alimentación 43a para alimentar el condensado al tanque de retención 5 y la línea de alimentación 43b para alimentar el condensado a la columna de destilación 6, y la cantidad de eliminación de acetaldehído puede controlarse mediante ajuste de la velocidad de flujo de los condensados en estas líneas para aumentar la cantidad de eliminación de acetaldehído.

Además, el condensado (concentrado) que tiene una alta concentración de acetaldehído almacenado en el tanque de retención 5 y el condensado almacenado en el decantador 4 pueden unirse y destilarse mediante la columna de destilación 6 para aumentar la cantidad de eliminación de acetaldehído con la columna de destilación 6 que funciona de manera estable, dependiendo de la razón del condensado del decantador 4 y el condensado (concentrado) del tanque de retención 5. Por ejemplo, la cantidad de eliminación de acetaldehído puede aumentarse significativamente destilando el condensado (concentrado) almacenado en el tanque de retención 5. Además, puesto que la razón del condensado del decantador 4 en relación con el condensado (concentrado) del tanque de retención 5 es mayor, la cantidad de eliminación de acetaldehído se reduce en comparación con la eliminación de acetaldehído desde sólo el condensado en el tanque de retención 5 (pero la cantidad es todavía mayor que la cantidad de eliminación convencional), mientras que la cantidad total de eliminación de acetaldehído puede aumentarse con la columna de destilación 6 que funciona de manera estable.

Mientras tanto, el condensado puede devolverse también a la columna separadora 3 o el reactor 1. Por ejemplo, el condensado en el tanque de compensación 5 (particularmente, por ejemplo, en el caso en el que el condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior o fase acuosa) puede recircularse a la columna separadora 3 por medio de una línea de recirculación (la línea 54, la línea 57 y la línea de recirculación 46). Además, el condensado (por ejemplo, en el caso en el que el condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase inferior o fase orgánica) puede devolverse al reactor 1 por medio de una línea de recirculación (las líneas 58 y 90). El condensado (particularmente, en el caso en el que un condensado se separe en dos fases (o capas) líquidas, una fase superior o fase acuosa) puede devolverse al reactor 1 por medio de una línea de recirculación 55, que se ramifica desde la línea 54 y se conecta a la línea de recirculación 90.

El gas emitido (gas de respiradero) del tanque de retención 5 se alimenta, por medio de una línea 59, a la línea de alimentación 34, que se sitúa en el lado aguas arriba del segundo condensador C4, entre el primer condensador C3 y el segundo condensador C4. La línea 35 se conecta desde la porción unida de estas líneas al segundo condensador C4. La línea 59 puede unirse a un lado aguas arriba del primer condensador C3. Si es necesario, el gas emitido puede alimentarse como gas de respiradero al sistema de absorción.

El condensado alimentado a la columna de destilación 6 (en la realización mostrada en la figura 1, la fase inferior y/o fase superior en el decantador 4 y la fase inferior y/o fase superior en el tanque de compensación 5) se separa en una segunda corriente de cabeza (o corriente o componente de menor punto de ebullición) (4A) y una corriente de fondo (corriente de líquido, corriente o componente de mayor punto de ebullición) (4B) en la columna de destilación 6; la segunda corriente de cabeza (4A) contiene acetaldehído, una traza de yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, dimetil éter, monóxido de carbono, hidrógeno y otros, y la corriente de fondo (4B) contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido acético y otros. La segunda corriente de cabeza (4A) se alimenta desde la parte de arriba o superior de la columna a un condensador C5 por medio de una línea 63 para enfriamiento y condensación. Una porción del condensado se alimenta a la unidad de extracción de acetaldehído (columna de extracción con agua) 8 por medio de una línea 65, y otra porción del mismo se devuelve y se somete a reflujo a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio de una línea 64. Además, el componente gaseoso no condensado del condensador C5 se alimenta como gas de respiradero E al sistema de absorción.

La corriente de fondo (corriente de mayor punto de ebullición) (4B), que es un líquido residual (fracción de fondo o fracción de fondo de columna), se alimenta a la línea 90 para el reactor 1 o la columna separadora 3 con o sin alimentarse al tanque de compensación 7 por medio de una línea 61.

En la columna de destilación 6, el condensado puede destilarse sin hacerse pasarse a través del decantador 4 y/o el tanque de compensación 5.

En la unidad de extracción de acetaldehído (columna de extracción con agua) 8, la segunda corriente de cabeza (4A) que tiene acetaldehído concentrado en la columna de destilación 6 se pone en contacto con agua (en la realización mostrada en la figura 1, la segunda corriente de cabeza (4A) se pone en contacto en contracorriente con agua alimentada desde la parte inferior de la columna de extracción con agua 8) para extraer acetaldehído con agua, formando de ese modo una corriente de fase acuosa (fase ligera, disolución de aldehído acuosa) y una fase orgánica (fase pesada, refinado) que contiene yoduro de metilo. La fase orgánica (fase pesada, refinado) se retira de una línea 81 en el fondo de la columna de extracción con agua 8, y se alimenta a la columna de destilación 6 por medio de una línea 82 y/o se recircula al reactor 1 a través de una línea de recirculación 90 por medio de una línea 83. De esta manera, la destilación y/o recirculación de la fase orgánica (fase pesada, refinado) puede aumentar además el porcentaje de recuperación de yoduro de metilo. Además, puesto que la corriente de fondo (corriente de

mayor punto de ebullición) (4B) de la columna de destilación 6 también puede recircularse al reactor 1 por medio de la línea de recirculación 90, puede usarse eficazmente un componente útil que contiene yoduro de metilo. La corriente de fase acuosa (fase ligera) que tiene una alta concentración de acetaldehído puede descargarse por medio de una línea 84.

5 Al menos una porción (porción o todo) de la fase orgánica (fase pesada, refinado) (4B) alimentada a la línea de recirculación 90 puede recircularse a la columna separadora 3 por medio de una línea 91 ramificada desde la línea de recirculación 90. En la medida que se garantice una operación estable de la columna de destilación 6, al menos una porción (porción o todo) de la fase orgánica (fase pesada, refinado) (4B) alimentada a la línea 90 ó 91 puede alimentarse a la columna de destilación 6 por medio de una línea 92.

10 El gas de respiradero (gas residual) A del reactor 1, el gas de respiradero B (segundo componente gaseoso, componente no condensado) formado mediante enfriamiento y condensación de la fase volátil del evaporador instantáneo 2, el gas de respiradero C (segundo componente gaseoso, componente no condensado) formado mediante enfriamiento y condensación de la primera corriente de cabeza de la columna separadora 3, el gas de respiradero D del decantador 4 o el tanque de retención 5, y el gas de respiradero E (componente gaseoso, componente no condensado) formado mediante enfriamiento y condensación de la segunda corriente de cabeza de la columna de destilación 6 contienen trazas de acetaldehído y yoduro de metilo, y otros. El gas residual (gas de respiradero A) del reactor presurizado 1 tiene una presión mayor que la de los gases de respiradero B a E. Por tanto, el gas de respiradero (gas residual) A del reactor 1 se alimenta a una columna de absorción de alta presión 101 por medio de una línea 105 y se trata de la manera de absorción con un disolvente de absorción (metanol y/o ácido acético) alimentado desde una línea 104 mediante contacto gas-líquido para formar una mezcla que contiene acetaldehído, yoduro de metilo y otros que se absorben en el disolvente. Esta mezcla se retira de una línea de fondo 107 de la columna de absorción a alta presión 101 y se alimenta a una columna de difusión (columna de separación o separador) 103 por medio de una línea 109.

25 Además, los gases de respiradero B a E se unen (o convergen) y se alimentan a una columna de absorción de baja presión 102 por medio de una línea 106 y se tratan de la manera de absorción con un disolvente de absorción (metanol y/o ácido acético) alimentado desde una línea 104 mediante contacto gas-líquido para formar una mezcla que contiene acetaldehído, yoduro de metilo y otros que se absorben al disolvente, tal como se describió anteriormente. Esta mezcla se retira del fondo de la columna de absorción de baja presión 102 por medio de una línea 108 y se alimenta a la columna de difusión (columna de separación o separadora) 103 por medio de la línea 109.

30 En la columna de difusión (columna de separación o separadora) 103, se lleva a cabo un tratamiento de separación, y se retira una corriente de gas (5A) que contiene acetaldehído y yoduro de metilo de la parte de arriba de la columna por medio de una línea 111. La corriente de gas (5A) se enfría mediante un primer condensador C6 para formar (separar en) un condensado y un componente gaseoso no condensado. El condensado se alimenta a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio de una línea 112. En esta realización, el condensado se alimenta, a través de la línea 112, a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6 por medio del decantador 4, el tanque de retención 5 y la(s) línea(s) mencionada(s) anteriormente.

40 Este procedimiento (o aparato de producción) forma un procedimiento de producción de sistema cerrado para recuperar eficazmente un componente útil y separar y eliminar eficazmente un componente de impureza de la corriente de procedimiento.

La figura 3 es un diagrama para explicar otra realización de la presente invención. Para su explicación, el mismo elemento que en la figura 1 se denota mediante el mismo número de referencia que en la figura 1.

45 En esta realización, el diagrama del procedimiento es diferente del mostrado en la figura 1 y la figura 2 porque (i) el diagrama del procedimiento no comprende tanques de compensación 5 y 7, un tanque de retención 9 y un sistema de absorción para gases de respiradero A a E y (ii) el diagrama del procedimiento proporciona además una columna de destilación 10 además de una columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 6.

50 Específicamente, a un decantador 4, se le alimenta un condensado de una fase volátil (2A) de un evaporador instantáneo 2 (un condensado formado mediante enfriamiento y condensación secuencial de una fase volátil (2A) en los condensadores C1, C2) por medio de una línea de alimentación de ramificación (líneas 27, 28), y un condensado de una primera corriente de cabeza (3A) de una columna separadora (columna de destilación) 3 (un condensado formado mediante enfriamiento y condensación secuencial de una primera corriente de cabeza (3A) en los condensadores C3, C4) se alimenta por medio de las líneas 33, 39. En el decantador 4, el condensado forma dos capas. Al menos una porción de una fase superior (fase acuosa) que contiene acetaldehído puede alimentarse a la columna separadora 3 por medio de una línea de alimentación (líneas 44, 46) para formar una primera corriente de cabeza de la columna 3, y una pluralidad de condensadores C3, C4 puede concentrar demás acetaldehído. Además, alimentando al menos una porción de la fase superior (fase acuosa) a la columna de destilación 6 por medio de las líneas 44, 56 y sometiendo la segunda corriente de cabeza formada a extracción con agua mediante una columna de extracción con agua 8, puede eliminarse acetaldehído de una fase ligera (corriente acuosa).

Además, una porción de la fase inferior (fase orgánica) que contiene yoduro de metilo en el decantador 4 se recircula a un reactor 1 por medio de líneas de recirculación (líneas 42, 90), y otra porción de la fase inferior (fase orgánica) se alimenta a la columna de destilación 6. Un segundo componente de corriente de cabeza formado mediante destilación se somete a extracción con agua mediante la columna de extracción con agua 8 para purificar la fase pesada (refinado) que luego se recircula al reactor 1. La fase superior y/o la fase inferior en el decantador 4 pueden alimentarse a la columna de destilación 6.

Se alimenta acetaldehído retirado de una parte superior o parte de arriba de la columna de extracción con agua 8 a la columna de eliminación de acetaldehído 10. En la columna de eliminación de acetaldehído 10, se separan una fracción de acetaldehído desde la parte de arriba o superior de la columna y agua (o corriente acuosa) desde la parte de abajo o inferior de la columna. El agua separada (o corriente acuosa) se alimenta a la columna de extracción con agua 8 por medio de una línea 10a y se usa para la extracción de acetaldehído en la columna de extracción con agua 8.

También en este procedimiento, puesto que el condensado (concentrado) enriquecido en acetaldehído de una pluralidad de condensadores se somete a destilación y extracción con agua mediante la columna de destilación 6, la columna de extracción con agua 8 y la columna de eliminación de acetaldehído 10, puede eliminarse eficazmente acetaldehído de la corriente de procedimiento. Además, puesto que el condensado (concentrado) también es rico en yoduro de metilo, la eficacia de recuperación de yoduro de metilo también puede mejorarse. Por tanto, puede usarse eficazmente yoduro de metilo.

A continuación en el presente documento, cada etapa y aparato se explicará en detalle.

20 [Etapa de reacción]

En la etapa de reacción, es suficiente carbonilar de manera continua metanol con monóxido de carbono en un medio de reacción que contiene un sistema de catalizador de carbonilación (particularmente, un catalizador de rodio y un cocatalizador que contiene yoduro de litio y yoduro de metilo) y agua. El medio de reacción contiene habitualmente acetato de metilo, ácido acético y agua.

25 El sistema de catalizador de carbonilación puede comprender habitualmente un catalizador de metal (particularmente, por ejemplo, un catalizador de cobalto, un catalizador de rodio y un catalizador de iridio), un cocatalizador y un acelerador. El catalizador de metal puede usarse en forma de un metal como una sustancia simple, un óxido de metal (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido, 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 (particularmente, un catalizador de rodio).

35 Se prefiere usar el catalizador de metal en forma (la forma tal como un complejo) que puede disolverse en el medio de reacción (líquido de reacción). Como catalizador de rodio, se prefiere un complejo de yoduro de rodio [por ejemplo,  $\text{RhI}_3$ ,  $[\text{RhI}_2(\text{CO})_4]^-$  y  $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]$ ], un complejo de carbonilo de rodio, o similar. La concentración del catalizador de metal es, por ejemplo, de aproximadamente 100 a 5000 ppm (basándose en el peso, lo mismo se aplica a continuación en el presente documento), preferiblemente de aproximadamente 200 a 3000 ppm, más preferiblemente de aproximadamente 300 a 2000 ppm y particularmente de aproximadamente 500 a 1500 ppm en toda la fase líquida en el reactor. El catalizador de metal puede estabilizarse en el medio de reacción mediante la adición de un yoduro de metal alcalino y/o agua.

40 El cocatalizador o el acelerador pueden incluir un yoduro de metal, por ejemplo, un yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio, yoduro de sodio y yoduro de potasio). El cocatalizador o el acelerador incluyen preferiblemente yoduro de litio. El yoduro de metal (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino) actúa como estabilizador para el catalizador de carbonilación (por ejemplo, un catalizador de rodio) con un bajo contenido en agua y es útil para la inhibición de reacciones secundarias. Estos cocatalizadores o aceleradores pueden usarse solos o en combinación.

45 La concentración del cocatalizador o acelerador 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 en el reactor. Además, la concentración del ion yoduro en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,07 a 2,5 mol/litro y preferiblemente de aproximadamente 0,25 a 1,5 mol/litro.

55 Como acelerador contenido en el sistema de catalizador, se usa un yoduro de alquilo (por ejemplo, un yoduro de alquilo  $\text{C}_{1-4}$  tal como yoduro de metilo, yoduro de etilo o yoduro de propilo), particularmente yoduro de metilo. Puesto que la reacción se promueve a concentraciones mayores del acelerador, el acelerador puede usarse a una concentración ventajosa económicamente. La concentración del yoduro de alquilo (particularmente yoduro de metilo) es, por ejemplo, de aproximadamente el 1 al 20% 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 8 al 14% en peso) en toda la fase líquida en el reactor.

El sistema de catalizador de carbonilación preferido puede comprender un catalizador de rodio y un cocatalizador que contiene un yoduro de metal (yoduro de litio) y yoduro de metilo.

5 El medio de reacción (o fase líquida) comprende habitualmente ácido acético producto, acetato de metilo formado mediante una reacción de ácido acético producto y la materia prima metanol, y agua. El ácido acético también actúa como disolvente. Además, el medio de reacción (o fase líquida) contiene habitualmente materia prima sin reaccionar metanol. 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 todo el líquido de reacción. La concentración de agua en el sistema de reacción (medio de reacción) puede ser una concentración baja. La concentración de agua en el sistema de reacción es, por ejemplo, de aproximadamente el 0,1 al 15% en peso, preferiblemente de aproximadamente el 0,5 al 10% en peso y más preferiblemente de aproximadamente el 0,5 al 5% en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 1 al 3% 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. Mantener concentraciones específicas del yoduro de metal (por ejemplo, un yoduro de metal alcalino tal como yoduro de litio) y agua en el sistema de reacción puede disminuir la solubilidad de monóxido de carbono en el líquido alimentado al evaporador instantáneo (evaporador) y reducir la pérdida de monóxido de carbono.

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

20 La reacción de carbonilación genera hidrógeno mediante una reacción de monóxido de carbono con agua. El hidrógeno aumenta la actividad catalítica. Por tanto, al reactor 1, si es necesario, puede alimentársele hidrógeno. Además, puede alimentarse hidrógeno al sistema de reacción recirculando componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono y otros) emitidos en la(s) etapa(s) sucesiva(s), si es necesario tras purificar 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 250 kPa, preferiblemente de aproximadamente 1 a 200 kPa, y más preferiblemente de aproximadamente 5 a 150 kPa (por ejemplo, de aproximadamente 10 a 100 kPa) en cuanto a presión absoluta.

25 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), incluyendo presiones parciales de subproductos, puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 15 a 40 atmósferas.

30 Según la presente invención, puesto que puede separarse y eliminarse acetaldehído eficazmente, la concentración de acetaldehído en el reactor puede reducirse a pesar de la reacción continua. Por ejemplo, la concentración de acetaldehído en el reactor puede ser de no más 1000 ppm (por ejemplo, 0 o límite de detección hasta 700 ppm), preferiblemente no más de 400 ppm (por ejemplo, de 5 a 300 ppm), y más preferiblemente de aproximadamente 10 a 250 ppm en toda la fase líquida en el reactor.

35 En el reactor, también se producen subproductos derivados de acetaldehído (por ejemplo, crotonaldehído, que es una sustancia reductora, producida mediante condensación con aldol de acetaldehído; 2-etilcrotonaldehído producido mediante condensación con aldol de crotonaldehído y acetaldehído hidrogenados; y yoduro de hexilo producido mediante la condensación con aldol de tres moléculas de acetaldehído, hidrogenación y yodización). Estos subproductos a menudo se producen en proporción a la segunda a tercera potencia de la concentración de acetaldehído, y por tanto la reducción de acetaldehído puede suprimir eficazmente la formación de la subproducción. Según la presente invención, puesto que la fluctuación de la concentración de acetaldehído en el reactor también puede inhibirse al tiempo que se reduce la concentración de acetaldehído, la formación de subproductos derivados de acetaldehído puede inhibirse significativamente.

40 El rendimiento espacio-tiempo del ácido carboxílico objetivo (ácido acético) 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.

45 Por cierto, el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que va acompañado de generación de calor, y la temperatura de reacción puede controlarse recirculando el condensado del que se ha eliminado calor, instalación de una unidad de la que puede eliminarse calor (o de eliminación por calor) o una unidad de enfriamiento (por ejemplo, una camisa) para controlar la temperatura de reacción.

50 Con el fin de eliminar parte del calor de reacción, un componente de vapor (gas de respiradero) del reactor puede enfriarse con un condensador, un intercambiador de calor u otros medios y separarse en 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), y el componente líquido y/o el componente gaseoso puede recircularse al reactor. Además, el componente de vapor (gas de respiradero) puede retirarse desde

la parte superior del reactor, o puede someterse a un tratamiento de absorción para recuperar monóxido de carbono, que puede recircularse al reactor.

[Etapa de evaporación instantánea]

5 En la etapa de evaporación instantánea, es suficiente retirar de manera continua la mezcla de reacción de la etapa de reacción y separar la mezcla de reacción en una fase volátil (un fase volátil que contiene ácido acético y yoduro de metilo) y una fase no volátil (una fase menos volátil que contiene un componente de catalizador de alto punto de ebullición (un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de metal y un haluro de metal)). La mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido con o sin calentamiento. Por ejemplo, en evaporación instantánea adiabática, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con presión reducida, y en evaporación instantánea termostática, la mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido con calentamiento y presión reducida. La mezcla de reacción puede separarse en el componente de vapor y el componente líquido combinando estas condiciones de evaporación instantánea. La destilación instantánea puede llevarse a cabo, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 80 a 200°C a una presión (presión absoluta) de aproximadamente 50 a 1.000 kPa (por ejemplo, de aproximadamente 100 a 1.000 kPa), preferiblemente de aproximadamente 100 a 500 kPa y más preferiblemente de aproximadamente 100 a 300 kPa.

20 El componente de catalizador de alto punto de ebullición (componente de catalizador de metal) puede separarse de la fase menos volátil (2B) mediante una única o una pluralidad de etapas. Además, puede eliminarse calor de una porción de la fase volátil (2A) y condensarse usando un condensador o un intercambiador de calor y luego recircularse al reactor.

[Etapa de destilación o de separación (etapa de recogida de ácido acético)]

25 La fase volátil (2A) se alimenta de manera continua a al menos una columna separadora (columna de destilación) y se separa en una corriente de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo y acetaldehído subproducto y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético. Específicamente, en la columna de destilación, la corriente de cabeza (3A) que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído (habitualmente, que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua y otros) se separa como vapor de la fase volátil (2A) alimentada desde el evaporador instantáneo; y la corriente de líquido (corriente de corte lateral, corriente lateral) (3B) que contiene ácido acético se retira mediante corte lateral. Adicionalmente, la columna de destilación puede separar una corriente de líquido inferior (componente de mayor punto de ebullición) (3C) que contiene al menos agua y metanol (habitualmente, ácido acético, agua, metanol, ácido propiónico, un componente arrastrado de catalizador de metal, haluro de metal y otros). La corriente de líquido inferior (3C) puede eliminarse (descargarse) desde la parte inferior de la columna de destilación. Puesto que la corriente de líquido inferior (3C) contiene un componente útil tal como el componente de catalizador de metal o ácido acético que permanece sin evaporarse, y la corriente (3C) puede recircularse al reactor (o etapa de reacción), la etapa de evaporación instantánea (o columna de destilación), u otros, tal como se ilustra en la figura. Además, tal como se describe a continuación, la corriente de líquido inferior (3C) puede recircularse al sistema de reacción u otros mediante un recipiente de almacenamiento que tiene una función de amortiguamiento.

40 En la columna separadora (columna de destilación), la posición de un orificio de alimentación para alimentar la fase volátil (2A) no se limita particularmente a un sitio específico. Por ejemplo, la posición del orificio de alimentación puede estar en una parte superior, intermedia o inferior de la columna de destilación. Además, en la columna de destilación, la fase volátil (2A) puede alimentarse a una posición superior o una posición inferior en relación con un orificio de corriente lateral para cortar lateralmente la corriente de ácido acético. Además, la posición del orificio de corriente lateral para cortar lateralmente la corriente de ácido acético puede estar en una parte superior, intermedia o inferior de la columna de destilación, y preferiblemente está habitualmente en una parte intermedia o una parte inferior (o desde una parte intermedia hasta una parte inferior) de la columna de destilación.

50 Como columna separadora (columna de destilación), puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno y una columna de destilación instantánea. Puede emplearse habitualmente una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno. Por cierto, el material de (o para formar) la columna de destilación no se limita a uno específico, y puede usarse un vidrio, un metal, una cerámica u otros. Habitualmente, se usa de manera práctica una columna de destilación compuesta por un metal.

55 La presión y temperatura de destilación en la columna separadora pueden seleccionarse adecuadamente dependiendo de la condición tal como la especie de la columna de destilación, o la eliminación (objetivo) seleccionada del componente de menor punto de ebullición y el componente de mayor punto de ebullición. Por ejemplo, la temperatura interior de la columna de destilación (habitualmente, la temperatura de la parte superior de la columna) puede controlarse ajustando la presión interior 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 se limita particularmente 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 altamente acetaldehído (o con una alta precisión) en la columna de destilación, el número de platos teóricos puede ser de aproximadamente 10 a 80, preferiblemente de aproximadamente 20 a 60 y más preferiblemente de aproximadamente 25 a 50. Además, en la operación de destilación, la razón de reflujo con respecto a la columna de destilación puede seleccionarse de, por ejemplo, desde aproximadamente 0,5 hasta 3.000, y preferiblemente de aproximadamente 0,8 a 2.000 dependiendo del número de platos teóricos, o puede reducirse aumentando el número de platos teóricos.

La corriente de cabeza (3A) contiene, además de yoduro de metilo y acetaldehído, acetato de metilo, agua, metanol, ácido acético, una impureza de aldehído o carbonilo (tal como crotonaldehído o butiraldehído), un yoduro de alquilo C<sub>2-12</sub>, un ácido alcanocarboxílico C<sub>3-12</sub> y otros. La cantidad de la corriente de cabeza (3A) puede ser, por ejemplo, de aproximadamente el 5 al 70% en volumen, preferiblemente de aproximadamente el 10 al 65% en volumen y más preferiblemente de aproximadamente el 12 al 60% en volumen (por ejemplo, de aproximadamente el 15 al 50% en volumen) en relación con toda la fase volátil (2A).

Antes de recircular la corriente de líquido inferior (3C) al reactor (o etapa de reacción) o la etapa de evaporación instantánea (o columna de destilación), puede eliminarse ácido propiónico, debido al deterioro de la calidad de ácido acético como producto final. Además, habitualmente, la corriente de ácido acético (disolución de ácido acético en bruto) (3B) puede destilarse (o deshidratarse) adicionalmente en la posterior columna de destilación e introducirse adicionalmente en una columna de purificación de ácido acético para separar un componente de mayor punto de ebullición (por ejemplo, un ácido alcanocarboxílico C<sub>3-12</sub>) y un componente de menor punto de ebullición de la corriente deshidratada para dar ácido acético producto.

[Etapa de condensación y separación]

Según la presente invención, la fase gaseosa (o componente de fase gaseosa) que contiene al menos acetaldehído, particularmente al menos yoduro de metilo y acetaldehído se enfría y se condensa mediante una pluralidad de condensadores para dar un condensado rico en acetaldehído, y se separa y se elimina acetaldehído del condensado. Por tanto, la presente invención permite una eliminación eficaz de acetaldehído incluso mediante un aparato de eliminación de pequeño tamaño (por ejemplo, una columna de destilación o una unidad de extracción con agua), en comparación con la eliminación de acetaldehído mediante condensación de la fase gaseosa una vez (única condensación).

La fase gaseosa es de manera práctica una mezcla que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, metanol, agua y acetaldehído, o una mezcla que contiene, además de los componentes anteriores, yoduro de hidrógeno, dimetil éter, las impurezas mencionadas anteriormente (por ejemplo, un aldehído tal como crotonaldehído, un yoduro de alquilo tal como yoduro de hexilo, y ácido propiónico). Además, en la realización descrita anteriormente, la fase volátil (2A), la corriente de cabeza (3A) y el gas de respiradero (5A) como componente de fase gaseosa se enfrían y se condensan para dar un condensado rico en acetaldehído, y el condensado se purifica de acetaldehído. La fase gaseosa (o componente de fase gaseosa) puede ser una fase gaseosa generada a partir de al menos una etapa durante el proceso de producción de ácido acético, por ejemplo, una etapa de reacción, una etapa de evaporación instantánea y al menos una etapa de destilación. Como fase gaseosa, habitualmente, se somete una fase gaseosa generada a partir de al menos una etapa de evaporación instantánea y una etapa de destilación, particularmente a partir de al menos una etapa de destilación, a tratamiento de condensación en casos prácticos. Más específicamente, el orden del alto contenido en acetaldehído de componentes gaseosos es tal como sigue: (a) la primera corriente de cabeza (3A) de la columna separadora > (b) la fase volátil (2A) del evaporador instantáneo > (c) la segunda corriente de cabeza de la columna de destilación y el gas de respiradero. Por tanto, con el fin de separar y eliminar acetaldehído eficazmente, la fase gaseosa que va a condensarse es de manera práctica al menos un componente de menor punto de ebullición de la fase volátil (2A) formado en la etapa de evaporación instantánea y la primera corriente de cabeza (3A) formada en la primera columna de destilación, particularmente al menos la primera corriente de cabeza (3A).

Según la presente invención, la fase gaseosa se condensa enfriando en secuencia mediante una pluralidad de condensadores que tienen una temperatura de enfriamiento secuencialmente menor formar condensados, teniendo cada uno una baja temperatura, y se separa acetaldehído de un(os) producto(s) condensado(s) enriquecido(s) en acetaldehído. La pluralidad de condensadores se dispone prácticamente al menos en serie. Si es necesario, cada una de una pluralidad de condensadores dispuestos en paralelo pueden conectarse con un(os) condensador(es) de manera en serie o seriada en un sentido aguas abajo.

Además, en el enfriamiento por los condensadores, un componente que tiene un punto de ebullición mayor que la temperatura del condensado se condensa y se licúa, de manera contraria, un componente que tienen un punto de ebullición menor que la temperatura del condensado permanece en estado gaseoso. Por tanto, el enfriamiento de la fase gaseosa mediante una pluralidad de condensadores con disminución de la temperatura de enfriamiento secuencialmente en el sentido aguas abajo forma condensados de temperatura secuencialmente menor. Finalmente, un componente que va a separarse y eliminarse o que va a recuperarse (acetaldehído y/o yoduro de

metilo) contenido en la fase gaseosa puede separarse como un condensado o un componente gaseoso. Más específicamente, en el caso en el que la fase gaseosa se enfríe secuencialmente mediante dos condensadores dispuestos en serie, la fase gaseosa se condensa en el primer condensador para formar un primer condensado que contiene un componente condensado y licuado de mayor punto de ebullición y un primer componente gaseoso no condensado que contiene un componente concentrado de menor punto de ebullición (tal como acetaldehído), y el primer componente gaseoso se enfría adicionalmente en el segundo condensador para formar un segundo condensado que tiene una temperatura menor que la del primer condensado y una concentración de acetaldehído mayor y un segundo componente gaseoso no condensado que contiene un componente que tiene un punto de ebullición menor.

En la realización mostrada en los dibujos, cada una de la fase volátil (2A) y la corriente de cabeza (3A) se condensa mediante enfriamiento usando dos condensadores secuencialmente. Si es necesario, con el fin de separar adicionalmente acetaldehído del segundo componente gaseoso no condensado, el segundo componente gaseoso no condensado puede condensarse adicionalmente pasando por uno o una pluralidad de condensadores (por ejemplo, condensadores tercero y cuarto) para formar un condensado enriquecido en acetaldehído, y el condensado puede someterse a un tratamiento de eliminación de acetaldehído mediante la columna de destilación 6. Además, puesto que puede prepararse un componente deseado en forma líquida o forma gaseosa dependiendo de la temperatura de enfriamiento, no sólo el componente condensado (condensado) del segundo condensador sino también un componente condensado (condensado) enriquecido en acetaldehído formado en un condensador apropiado de los condensadores plurales (por ejemplo, el condensador sucesivo o plurales) enfriando y condensando un componente gaseoso puede recogerse y someterse a un tratamiento de eliminación de acetaldehído mediante la columna de destilación 6. El acetaldehído se condensa habitualmente mediante el segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el segundo, tercero o cuarto condensador) entre los condensadores plurales. En particular, se condensa y licúa de manera práctica acetaldehído ajustando la temperatura de enfriamiento de al menos uno del segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador), particularmente el último condensador, entre los condensadores plurales, hasta una temperatura de condensación (o una temperatura menor que el punto de ebullición) del acetaldehído.

El número de condensadores no se limita particularmente a uno específico. La fase gaseosa se somete habitualmente a tratamiento de condensación mediante aproximadamente de 2 a 5 (preferiblemente de aproximadamente 2 a 3) condensadores dispuestos en un sentido en serie. La temperatura de los condensados mediante los condensadores plurales puede seleccionarse según la fase gaseosa. La temperatura del condensado mediante el primer condensador puede ser aproximadamente una temperatura no menor que el punto de ebullición del acetaldehído, por ejemplo, no más de 110°C (por ejemplo, de aproximadamente 20 a 110°C), preferiblemente no más de 105°C (por ejemplo, de aproximadamente 30 a 105°C) y más preferiblemente de aproximadamente 35 a 100°C (por ejemplo, de aproximadamente 35 a 90°C) y puede ser habitualmente de aproximadamente 30 a 80°C (por ejemplo, de aproximadamente 30 a 70°C). Además, la temperatura de/de los condensado(s) mediante el segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) en un sentido en serie no es más de la temperatura de condensación del acetaldehído, y la temperatura puede ser menor que el punto de ebullición del acetaldehído. La temperatura de/de los condensado(s) mediante el segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede ser, por ejemplo, de no más de 50°C (por ejemplo, de aproximadamente -15°C a 50°C), preferiblemente de no más de 45°C (por ejemplo, de aproximadamente -15°C a 45°C), más preferiblemente de no más de 40°C (por ejemplo, de aproximadamente -10°C a 40°C) y particularmente de aproximadamente -10°C a 35°C (por ejemplo, de aproximadamente -5°C a 30°C) y puede ser de aproximadamente -10°C a 25°C (por ejemplo, de aproximadamente -5°C a 20°C). La temperatura de/de los condensado(s) mediante el segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede ser de aproximadamente 0 a 40°C (por ejemplo, de aproximadamente 0 a 30°C).

Con el fin de condensar acetaldehído al tiempo que se separa acetaldehído de otros componentes, es preferible que la fase gaseosa se enfríe mediante un condensador que tiene una temperatura de condensado T1 de 0 a 50°C y después la fase gaseosa resultante se enfría mediante un condensador que tiene una temperatura de condensado T2 de -15°C a 45°C para licuar y condensar acetaldehído. En particular, para licuar acetaldehído mediante condensación, la diferencia de temperatura  $\Delta(T1-T2)$  es preferiblemente de 1 a 60°C (por ejemplo, de 5 a 50°C). Con el fin de condensar yoduro de metilo mientras se separa yoduro de otros componentes, es preferible que la fase gaseosa se enfríe mediante un condensador que tiene una temperatura de condensado T3 de -15°C a 50°C y después la fase gaseosa resultante se enfría mediante un condensador que tiene una temperatura de condensado T4 de -15°C a 45°C para la condensación de yoduro de metilo. La diferencia de temperatura  $\Delta(T3-T4)$  es preferiblemente de aproximadamente 1 a 60°C (por ejemplo, de aproximadamente 5 a 50°C).

El condensador puede incluir un intercambiador de calor multitubular, un intercambiador de calor cilíndrico multitubular, un intercambiador de calor de tubería de calor, un intercambiador de calor enfriado por aire, un intercambiador de calor de doble tubería, un intercambiador de calor de bobina, un intercambiador de calor en cascada, un intercambiador de calor de platos y intercambiador de calor espiral.

Además, cuando el/los condensado(s) (concentrado(s)) del segundo condensador y posteriores provoca(n) separación de fases en dos capas de líquido, una de una fase superior (por ejemplo, una fase acuosa que contiene acetaldehído) y una fase inferior (por ejemplo, una fase orgánica que contiene yoduro de metilo) o al menos una

porción (porción o todo) de tanto la fase superior como la fase inferior pueden someterse a un tratamiento de eliminación de acetaldehído.

En el caso en el que se use la pluralidad de condensadores, el/los componente(s) gaseoso(s) no condensado(s) del segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede(n) alimentarse como un gas de respiradero al sistema de absorción.

El condensado formado condensando o eliminando calor de una porción de la fase volátil (2A) y/o la corriente de cabeza (3A) mediante el condensador no requiere necesariamente recircularse al reactor 1. Además, al menos una porción (porción o todo) de los concentrados (condensados) de acetaldehído formados mediante la pluralidad de condensadores pueden mezclarse juntos opcionalmente, y los concentrados (mezclados) pueden purificarse de acetaldehído (incluyendo eliminación o separación de acetaldehído mediante destilación, extracción con agua u otros), y el líquido residual (o líquido separado) del que se ha eliminado acetaldehído puede recircularse a una etapa de la etapa de reacción hasta la etapa de separación de acetaldehído. Por ejemplo, puede separarse acetaldehído no sólo del componente condensado formado mediante el primer condensador sino también del componente condensado formado mediante los condensadores sucesivos o plurales (por ejemplo, el segundo condensador). Por ejemplo, el líquido residual (por ejemplo, un líquido rico en yoduro de metilo) del que se ha separado acetaldehído puede, por ejemplo, recircularse al reactor 1, el evaporador instantáneo, la columna separadora 3, la columna de destilación 6 y otros. Además, por ejemplo, cuando la fase volátil (2A) no se condensa mediante enfriamiento, toda la cantidad de la fase volátil (2A) puede alimentarse a la columna separadora (columna de destilación) 3.

[Decantador y tanque de compensación]

#### Unidad de separación de líquidos

El decantador y el tanque de compensación (o tanque de retención) no se requieren necesariamente. Con el fin de concentrar adicionalmente acetaldehído y yoduro de metilo mediante separación líquido-líquido, el aparato según la presente invención está dotado de manera práctica de al menos una unidad seleccionada del decantador y el tanque de compensación (o tanque de retención). El uso del tanque de compensación inhibe la fluctuación de la velocidad de flujo tal como se describió anteriormente y proporciona una producción estable de ácido acético. Además, cuando el condensado forma dos capas en un tanque de compensación, el tanque de compensación actúa como decantador. Por tanto, tanto el decantador como el tanque de compensación pueden estar compuestos por un único decantador o tanque de compensación. A continuación en el presente documento, se describirán el decantador y el tanque de compensación como una unidad de separación de líquidos de manera simple a menos que se indique lo contrario, y se explicará el tratamiento del condensado (componente condensado).

Es suficiente que la unidad de separación de líquidos almacene un condensado de al menos una fase gaseosa seleccionada del grupo que consiste en la fase volátil (2A) de la etapa de evaporación instantánea y la corriente de cabeza (3A, 4A, ...) de una o una pluralidad de etapas de destilación. Un condensado de al menos una fase gaseosa seleccionada del grupo que consiste en la fase volátil (2A) y la primera corriente de cabeza (3A), en particular un condensado de al menos la primera corriente de cabeza (3A), se almacena de manera práctica en la unidad de separación de líquidos. Además, entre los condensados de las fases gaseosas (por ejemplo, al menos la primera corriente de cabeza (3A)), el condensado del condensador anterior (por ejemplo, al menos el primer condensador) y el condensado (concentrado) de al menos uno del segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede almacenarse de manera práctica por separado (individualmente) en unidades de separación de líquidos. Por ejemplo, la fase gaseosa puede condensarse mediante la pluralidad de condensadores, el concentrado (condensado enriquecido en acetaldehído) formado mediante al menos uno del segundo condensador y posteriores (por ejemplo, el último condensador) puede almacenarse en un tanque de retención, y puede separarse acetaldehído a partir del líquido almacenado. Además, el condensado del condensador anterior (por ejemplo, al menos el primer condensador) puede almacenarse en un decantador, y tal como se describió anteriormente, este condensado y el concentrado mencionado anteriormente pueden mezclarse y destilarse.

El condensado de la corriente de cabeza (3A), que es rico en acetaldehído, se alimenta a al menos la columna de destilación 6 desde la unidad de separación de líquidos (el decantador 4, el tanque de compensación 5) sin hacerse pasar a través de líneas complicadas, y se separa y se elimina acetaldehído del condensado.

En el caso en el que el condensado (componente condensado) provoque separación de fases en dos capas de líquido en la unidad de separación de líquidos (el decantador 4, el tanque de compensación 5), la separación de fases enriquece adicionalmente acetaldehído en la fase superior (fase acuosa) y yoduro de metilo en la fase inferior (fase orgánica). También se distribuyen acetaldehído y yoduro de metilo tanto en la fase superior (fase acuosa) como en la fase inferior (fase orgánica).

Con el fin de separar y eliminar acetaldehído, la fase superior y/o la fase inferior, particularmente la fase superior, puede destilarse mediante al menos la columna de destilación 6. Además, la fase superior y/o la fase inferior, particularmente la fase inferior, puede recircularse a al menos el reactor 1. Además, la fase superior y/o la fase inferior, particularmente la fase superior (fase acuosa), puede destilarse mediante la columna separadora 3 y condensarse después mediante la pluralidad de condensadores para condensar y separar acetaldehído.

Pueden alimentarse condensados (por ejemplo, el condensado de la primera corriente de cabeza (3A)) excepto por el condensado (el concentrado más alto) rico en acetaldehído y/o yoduro de metilo a la unidad de separación de líquidos para separación de fases, y no requieren necesariamente alimentarse a la unidad de separación de líquidos. Por ejemplo, en la realización anterior, el condensado en el primer condensador (por ejemplo, el primer condensado de la primera corriente de cabeza (3A)) no requiere necesariamente alimentarse a la unidad de separación de líquidos.

#### Decantador

En la realización mostrada en la figura 1, el condensado (componente condensado) se alimenta a una línea o unidad predeterminada del decantador 4 a través de la línea de fase inferior 41 y la línea de fase superior 44. Una porción del condensado (componente condensado) puede recircularse a través de sólo o bien la línea (una única línea) 41 o bien 44 para controlar la velocidad de flujo del condensado que va a alimentarse a la línea 43a conectada al tanque de compensación 5. Además, sin referencia a las fases líquidas separadas (la capa superior, la capa inferior), el condensado puede alimentarse o descargarse a una línea predeterminada de la unidad por medio de una única línea.

El condensado en el decantador forma habitualmente dos capas. En este caso, el condensado de cualquiera de la capa superior (fase superior) y/o la capa inferior (fase inferior) puede alimentarse al reactor, la columna separadora, la columna de destilación, u otros.

O bien la capa superior (un porción o toda la capa superior) o bien la capa inferior (una porción o toda la capa inferior) puede recircularse al sistema de reacción, o ambas capas pueden recircularse al sistema de reacción. El condensado que va a recircularse al sistema de reacción u otros puede recircularse, si es necesario, tras la separación de acetaldehído mediante una manera convencional (por ejemplo, extracción tal como se describe más adelante).

Además, en el caso en el que el condensado forme la capa superior (fase superior) y la capa inferior (fase inferior), la fluctuación del nivel de líquido (o la cantidad retenida) puede suprimirse totalmente, o la fluctuación de los niveles de fase líquida (o cada una de las cantidades retenidas) de ambas capas puede suprimirse. Por ejemplo, tal como se muestra en la figura 1, la fluctuación de los niveles de líquido de tanto la capa superior como la capa inferior puede suprimirse regulando las velocidades de flujo de descarga de la capa superior y la capa inferior, dependiendo de la fluctuación de la velocidad de flujo del condensado alimentado al decantador.

#### Tanque de compensación (tanque de retención)

El tanque de compensación no se requiere necesariamente. Si es necesario, a través del decantador 4, el/los condensado(s) de la fase volátil (2A) y/o la corriente de cabeza (3A), es decir, el/los condensado(s) rico(s) en acetaldehído, puede(n) suministrarse a la columna de destilación 6 para separar acetaldehído. Además, el condensado en el tanque de compensación 5 puede someterse a la columna de destilación 6 o la columna separadora 3, y si es necesario, puede recircularse al reactor 1. El condensado (líquido almacenado) almacenado en el tanque de compensación 5 es rico en acetaldehído y yoduro de metilo condensado mediante al menos uno de las condensadores segundo y posteriores entre la pluralidad de condensadores. En el caso en el que el condensado (líquido almacenado) provoque la separación de fases en dos capas líquidas, la separación de fases enriquece además acetaldehído en la fase superior (fase acuosa) y yoduro de metilo en la fase inferior (fase orgánica o fase pesada). Por tanto, por ejemplo, en el caso en el que el condensado provoque la separación de fases en dos capas líquidas en el tanque de compensación 5, la fase superior (fase acuosa) puede alimentarse a la columna de destilación 6 y/o el reactor 1 con o sin recirculación a la columna separadora 3, y la fase inferior (fase orgánica) puede alimentarse a la columna separadora 3 y/o el reactor 1 con o sin alimentación a la columna de destilación 6.

La fase inferior o la fase orgánica del condensado en el tanque de compensación 5 puede alimentarse a la columna de destilación 6 (columna de eliminación de acetaldehído) por medio de la línea de alimentación (las líneas 51, 52, 53). La fase superior o la fase acuosa en el tanque de compensación 5 puede recircularse a la columna separadora 3 por medio de la línea de recirculación (la línea 54, la línea 57 y la línea de recirculación 46). Además, la fase superior o la fase acuosa en el tanque de compensación 5 pueden alimentarse a la columna de destilación 6 por medio de la línea de alimentación (la línea 54, las líneas 56 y 53). La destilación de la fase superior (fase acuosa) mediante la columna de destilación 6 permite una separación y eliminación eficaces de acetaldehído como segunda corriente de cabeza. Además, la destilación de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) mediante la columna de destilación 6 permite una recuperación eficaz de yoduro de metilo como corriente de fondo.

Además, puesto que el condensado en el tanque de compensación 5 contiene acetaldehído a la mayor concentración, puede separarse acetaldehído del condensado (pequeña cantidad de líquido almacenado) mediante un equipo de tamaño pequeño, lo que es industrialmente ventajoso. Aunque se separa acetaldehído del condensado (líquido almacenado) en el tanque de compensación 5, la cantidad absoluta de acetaldehído que va a eliminarse es algunas veces menor que la cantidad absoluta de acetaldehído producido como subproducto. Por tanto, con el fin de separar acetaldehído, es ventajoso agrupar el condensado (líquido almacenado) en el tanque de compensación 5 y una porción del condensado almacenado en el decantador 4 y separar acetaldehído de la mezcla agrupada. Según

esta manera para la separación de acetaldehído, un líquido (condensado) que tiene una concentración de acetaldehído mayor en comparación con un procedimiento convencional puede tratarse para aumentar la cantidad de eliminación de acetaldehído incluso usando un equipo convencional. Por ejemplo, en el caso en el que el condensado (líquido almacenado) en el tanque de compensación 5 se destile mediante la columna de destilación 6, si la cantidad de alimentación del condensado a la columna de destilación 6 (las líneas 51, 54, 53) es la misma, el condensado tiene una concentración de acetaldehído mayor en comparación con la manera convencional, y por tanto puede eliminarse acetaldehído en una mayor cantidad.

Cuando el líquido almacenado en el decantador y el líquido almacenado en el tanque de retención se combinan (o se agrupan) y se separa acetaldehído de los mismos (por ejemplo, cuando el líquido combinado se destila mediante la segunda columna de destilación), la razón en peso del líquido en el decantador en relación con el líquido en el tanque de retención puede seleccionarse a partir del intervalo de aproximadamente 0/100 a 95/5 como el primero/el último y puede ser de aproximadamente 0/100 a 75/25 (por ejemplo, de aproximadamente 3/97 a 90/10), preferiblemente de aproximadamente 0/100 a 85/15 (por ejemplo, de aproximadamente 5/95 a 80/20), más preferiblemente de aproximadamente 0/100 a 75/25 (por ejemplo, de aproximadamente 7/93 a 70/30) o puede ser de aproximadamente 5/95 a 50/50 o de aproximadamente 5/95 a 30/70.

En el caso en el que el condensado almacenado en el decantador 4 y/o el tanque de retención 5 provoque separación de fases en dos capas líquidas, es suficiente separar acetaldehído de al menos una fase seleccionada de una fase superior (fase acuosa) y una fase inferior (fase orgánica). En una realización preferida, se separa acetaldehído de una fase superior (fase acuosa) que tiene una alta concentración de acetaldehído con distribución predominante. Por ejemplo, con el fin de aumentar la eficacia de eliminación de acetaldehído, una fase superior que tiene una alta concentración de acetaldehído del condensado del primer condensador C3 y una fase superior que tiene una alta concentración de acetaldehído del condensado del segundo condensador C4 pueden combinarse (o agruparse) y destilarse mediante la columna de destilación 6.

Resulta útil separar acetaldehído del segundo condensado de la primera corriente de cabeza (3A). Con respecto a un condensado, el segundo condensado (por medio de las líneas 27, 29) de la fase volátil (2A), el segundo condensado (por medio de las líneas 36, 37, 38) de la primera corriente de cabeza (3A) y el condensado (por medio de la línea 112) del sistema de absorción de gas emitido (respiraderos A a E) son diferentes entre sí en la concentración de acetaldehído. Cada uno del segundo condensado de la primera corriente de cabeza (3A) y el condensado del sistema de absorción de gas emitido (respiraderos A a E) tienen una concentración relativamente alta de acetaldehído. Por tanto, puede separarse acetaldehído a una alta concentración almacenando toda la cantidad del segundo condensado de la fase volátil (2A) en el decantador 4 por medio de líneas de alimentación (líneas 27, 28), almacenando o reteniendo el segundo condensado de la primera corriente de cabeza (3A) y el condensado del sistema de absorción de gas emitido (respiraderos A a E) en el tanque de compensación 5 por medio de la línea de alimentación 38, y tratando (tratamiento eliminación de acetaldehído) estos condensados (líquidos almacenados), preferiblemente al menos el condensado en el tanque de compensación 5.

[Etapa para eliminar acetaldehído y recircular un componente útil]

En la etapa (etapa de separación y recirculación) para eliminar acetaldehído y recircular un componente útil, se separa acetaldehído del condensado y el líquido residual del que se ha eliminado acetaldehído se recircula a una etapa del sistema de reacción a la etapa de separación de acetaldehído.

El condensado contiene de manera práctica acetaldehído, yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, agua, metanol, un aldehído (tal como crotonaldehído o butiraldehído), un yoduro de alquilo C<sub>2-12</sub>, un ácido alcanocarboxílico C<sub>3-12</sub>, y otros. En el condensado, el contenido en acetaldehído puede ser de aproximadamente el 0,05 al 50% en peso, el contenido en yoduro de metilo puede ser de aproximadamente el 0,5 a 90% en peso, el contenido en acetato de metilo puede ser de aproximadamente el 0 al 15% en peso, el contenido en ácido acético puede ser de aproximadamente el 0 al 80% en peso y el contenido en agua puede ser de aproximadamente el 0,1 al 40% en peso.

El método para separar acetaldehído no se limita particularmente a uno específico y puede utilizarse un método convencional tal como extracción, destilación (destilación de un líquido de procedimiento que contiene acetaldehído mediante una o una pluralidad de columnas de destilación), una combinación de los mismos, o destilación extractiva. De manera representativa, al menos una porción (porción o todo) del condensado (los condensados de la fase volátil (2A), la corriente de cabeza (3A) y/o el gas de respiradero (los gases de respiradero del reactor, la columna de destilación y el condensador)) se alimenta a la columna de destilación (columna de separación de acetaldehído) para formar la segunda corriente de cabeza (4A) que contiene acetaldehído y el líquido residual (corriente de fondo, fracción de fondo o fracción de fondo de columna) del que se ha eliminado acetaldehído. Como columna de separación de acetaldehído, por ejemplo, puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno y una columna de destilación instantánea. Puede emplearse habitualmente una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno.

En la realización anterior, el condensado se somete a un tratamiento de eliminación de acetaldehído (destilación) mediante una única columna de destilación. El condensado puede someterse a una pluralidad de tratamientos de

eliminación de acetaldehído, por ejemplo, puede destilarse mediante una pluralidad de columnas de destilación. Para la eliminación de acetaldehído mediante una columna de destilación, el líquido de alimentación (el condensado que va a tratarse) puede alimentarse tal cual, o puede alimentarse después de que el líquido de alimentación se desgasifique para eliminar gas (tal como N<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>). En este caso, el gas puede separarse después de que el líquido de alimentación se caliente y se someta a vaporización instantánea en una marmita de separación, o el gas puede eliminarse calentando la marmita de separación. Puesto que el sobrecalentamiento elimina acetaldehído junto con el gas, disminuyendo de ese modo la concentración de acetaldehído en el líquido de alimentación, resulta útil regular la temperatura de calentamiento.

La temperatura (la temperatura de la parte superior de la columna) y la presión (la presión de la parte superior de la columna) en la columna de separación de acetaldehído pueden seleccionarse dependiendo de las concentraciones de acetaldehído y yoduro de metilo así como la especie de la columna de destilación y otros factores siempre que al menos pueda separarse acetaldehído utilizando la diferencia entre acetaldehído y otros componentes (particularmente yoduro de metilo) en el punto de ebullición. Por ejemplo, para una columna de platos, la presión de la parte superior de la columna presión es de aproximadamente 10 a 1000 kPa, preferiblemente de aproximadamente 10 a 700 kPa, y más preferiblemente de aproximadamente 100 a 500 kPa en cuanto a presión absoluta. La temperatura interna de la columna (la temperatura de la parte superior de la columna) puede ser por ejemplo de aproximadamente 10 a 80°C, preferiblemente de aproximadamente 20 a 70°C, y más preferiblemente de aproximadamente 40 a 60°C. El número de platos teóricos puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 a 80, preferiblemente de aproximadamente 8 a 60, y más preferiblemente de aproximadamente 10 a 50.

Si es necesario, se alimenta agua a la columna de destilación (columna de separación de acetaldehído) para aumentar la presión y/o la temperatura de destilación en la columna con el fin de inhibir la formación de paraldehído y metaldehído. Alternativamente, puede generarse positivamente un condensado de aldehído (por ejemplo, paraldehído y metaldehído) cambiando las condiciones de destilación, y puede separarse acetaldehído y eliminarse en forma de un condensado de aldehído de la columna de destilación. En este caso, el bloqueo y la obstrucción de las tuberías debido a la cristalización del condensado de aldehído pueden inhibirse alimentando un disolvente (por ejemplo, metanol) que disuelve el aldehído condensado en la columna.

La destilación del condensado separa habitualmente el líquido residual (componente de mayor punto de ebullición (4B)) que contiene un componente útil, yoduro de metilo, como corriente de fondo. El líquido residual puede recircularse a una etapa del sistema de reacción a la etapa de separación de acetaldehído, por ejemplo, cualquiera de la etapa de reacción (o reactor), la etapa de destilación instantánea (o columna de destilación instantánea), la etapa de recogida de ácido acético (o columna separadora), y otras etapas. El líquido residual se recircula de manera práctica a al menos el reactor.

En la realización anterior, el líquido residual puede recircularse a la columna de separación de acetaldehído. En la columna de separación de acetaldehído, la razón de reflujo puede seleccionarse de desde aproximadamente 1 hasta 1000, preferiblemente de aproximadamente 10 a 800, más preferiblemente de aproximadamente 50 a 600 (por ejemplo, de aproximadamente 100 a 600) dependiendo del número de platos teóricos.

[Tanque de compensación]

El líquido residual (corriente de fondo o componente de mayor punto de ebullición (4B)) de la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) puede recircularse directamente al sistema de reacción sin necesidad del tanque de compensación 7 o puede recircularse al sistema de reacción mediante un recipiente de almacenamiento (tal como un tanque de compensación) que tiene una función de amortiguamiento. El uso del recipiente de almacenamiento que tiene una función de amortiguamiento suprime la fluctuación de la velocidad de flujo en el recipiente de almacenamiento y permite una recirculación fácil del líquido residual a una velocidad de flujo constante o sustancialmente constante, incluso si la velocidad de flujo del líquido residual fluctúa. Por tanto, el recipiente de almacenamiento puede reducir la influencia adversa de la fluctuación de la velocidad de flujo sobre la etapa de recirculación.

Además, en el recipiente de almacenamiento que tiene una función de amortiguamiento, tal como es el caso con la etapa de condensación, la velocidad de flujo puede controlarse basándose en el grado de la fluctuación de la velocidad de flujo o basándose en el tiempo de retención del líquido residual. En el recipiente de almacenamiento, el tiempo de retención del líquido residual puede ser, por ejemplo, no menor de 1 minuto (por ejemplo, de aproximadamente 2 minutos a 3 horas), preferiblemente no menor de 3 minutos (por ejemplo, de aproximadamente 4 a 60 minutos), y más preferiblemente no menor de 12 minutos (por ejemplo, de aproximadamente 15 a 40 minutos).

[Etapa de extracción]

La segunda corriente de cabeza (4A) puede descargarse tal cual. Puesto que la segunda corriente de cabeza (4A) contiene algunas veces un componente útil tal como yoduro de metilo, puede recuperarse yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo, por ejemplo, un componente que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, y otros) de la segunda corriente de cabeza (4A) para la recirculación.

El método para separar cada uno de acetaldehído y yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo) de la segunda corriente de cabeza (4A) puede incluir un método convencional (por ejemplo, extracción, destilación). Los ejemplos representativos del método pueden incluir (i) un método para separar cada uno de yoduro de metilo y acetaldehído destilando la segunda corriente de cabeza (4A), (ii) un método de extracción con agua para separar cada uno de yoduro de metilo y acetaldehído sometiendo la segunda corriente de cabeza (4A) a extracción con agua, basándose en la miscibilidad de acetaldehído con agua y la immiscibilidad de yoduro de metilo con agua. Desde el punto de vista de la inhibición de la formación de un condensado de aldehído tal como metaldehído, se prefiere el método de extracción con agua (ii). Según el método de extracción con agua, puesto que la concentración de protones en la disolución de destilación aumenta debido a la descomposición del éster u otros e inhibe la formación de un condensado de aldehído (por ejemplo, paraldehído y metaldehído), puede concentrarse muy eficazmente acetaldehído y eliminarse de la corriente de procedimiento.

La segunda corriente de cabeza (4A) sometida a extracción con agua forma (o se separa en) una fase acuosa (fase ligera o fase superior) que contiene acetaldehído y una fase orgánica (fase pesada, fase de yoduro de metilo o refinado) que contiene yoduro de metilo. La extracción con agua puede llevarse a cabo mediante un único extractor o una pluralidad de extractores. Puede ser posible llevar a cabo el procedimiento de manera que la(s) fase(s) gaseosa(s) se enfría(n) o refrigera(n) con la pluralidad de condensadores, toda la cantidad del segundo condensado y posteriores (líquido enfriado) (o bien la capa superior o bien la capa inferior en el caso en el que el condensado provoque separación de fases en dos capas líquidas) puede alimentarse a la columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído), y puede someterse un destilado de la columna de destilación a extracción con agua.

Con respecto a la extracción con agua, la temperatura de extracción y el tiempo de extracción no están particularmente limitados a unos específicos. Por ejemplo, la extracción puede llevarse a cabo a una temperatura de 0°C a 100°C durante de aproximadamente 1 segundo a 1 hora. La presión de extracción no se limita particularmente a una específica, y puede seleccionarse una condición ventajosa debido a los costes, y otros factores. Como extractor, por ejemplo, puede usarse una combinación de una mezcladora con una decantadora, una combinación de una mezcladora estática con una decantadora, un RDC (contactor de disco rotatorio), una columna Karr, una columna de pulverización, una columna de relleno, una columna de platos perforados, una columna con deflectores, una columna de pulsos, y otros. El extractor (columna de extracción) puede ser una unidad de extracción de una única fase para extraer un objeto de una mezcla del objeto y agua y separar la mezcla en fases líquidas, o puede ser una pluralidad de las unidades de extracción de una sola fase dispuestas de una manera en cascada. Por ejemplo, el extractor puede ser una unidad de extracción de múltiples fases que comprende una pluralidad de extractores (teniendo cada extractor un número de platos teóricos de 1) para la extracción secuencial. Además, el extractor puede ser una unidad de extracción de múltiples fases en la que se ha instalado una pluralidad de extractores en una única unidad, por ejemplo, una única unidad de extracción que tiene el número de platos teóricos equivalente a una unidad de extracción de múltiples fases (el número de platos teóricos correspondiente a extracción de múltiples fases). Además, la extracción puede ser o bien un sistema discontinuo o bien un sistema continuo, o puede ser una extracción en paralelo o bien una extracción en contracorriente.

La fase orgánica puede descargarse fuera del sistema. La fase orgánica puede recircularse a cualquier etapa del sistema de reacción a la etapa de separación de acetaldehído, por ejemplo, la etapa de reacción (o reactor), la etapa de destilación instantánea (o columna de destilación instantánea), la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación), u otras etapas. Tal como se muestra en los dibujos, la fase orgánica puede recircularse a la columna de separación de acetaldehído (recirculado como componente de mayor punto de ebullición (4B)) o puede recircularse a etapas plurales. La fase orgánica (fase pesada o refinado) se recircula a al menos el reactor.

La fase acuosa (fase ligera o fase superior) puede alimentarse además a la columna de eliminación de acetaldehído por medio de la línea 84 y se separa en una fracción de aldehído y agua. El agua puede usarse para la extracción de acetaldehído en la columna de extracción de agua 8, o si es necesario, el agua puede devolverse al reactor 1.

Además, si es necesario, la(s) fase(s) gaseosa(s) puede(n) enfriarse mediante una pluralidad de condensadores de una manera de múltiples fases, y el concentrado (o condensado) de acetaldehído/yoduro de metilo puede someterse a extracción con agua.

[Tratamiento de gas emitido]

El gas emitido (gas de respiradero) producido a partir del procedimiento de producción de ácido acético contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído. Por tanto, según la presente invención, pueden concentrarse o recuperarse al menos yoduro de metilo y acetaldehído del gas emitido (gas de respiradero) y luego pueden separarse o usarse eficazmente. Por ejemplo, puede producirse ácido acético poniendo un gas de escape (gas de respiradero) producido a partir de al menos una etapa seleccionada del grupo que consiste en la etapa de reacción, la etapa de evaporación instantánea, al menos una etapa de destilación y al menos una etapa de mantenimiento (almacenamiento) en contacto con un disolvente de absorción; separando el disolvente para formar una fase gaseosa (5A) que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído; y separando y eliminando acetaldehído de la fase gaseosa. Como disolvente de absorción, puede usarse al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol y ácido acético. Incluso si el gas emitido (gas de respiradero) tiene una baja concentración de un componente volátil (por ejemplo, principalmente yoduro de metilo, acetaldehído, acetato de metilo, agua y ácido

acético, en particular, acetaldehído y yoduro de metilo), un procedimiento de este tipo puede concentrar el componente volátil hasta una alta concentración mediante separación. Además, la recirculación (recirculación de la fase orgánica que contiene yoduro de metilo al sistema de reacción) permite una utilización eficaz de un componente útil.

5 Como la figura 2, puede llevarse a cabo un tratamiento de absorción en la columna de absorción de alta presión 101 poniendo el gas emitido en contacto con un disolvente de absorción (metanol y/o ácido acético) a una alta presión (por ejemplo, de 0,7 a 4 MPa, preferiblemente de 1 a 3,5 MPa); también puede llevarse a cabo un tratamiento de absorción en la columna de absorción de baja presión 102 poniendo el gas emitido en contacto con un disolvente de absorción a de 0 a 0,2 MPa (por ejemplo, de 0,05 a 0,15 MPa). Por ejemplo, la temperatura del disolvente de absorción puede ser de aproximadamente 0 a 40°C, la temperatura de metanol puede ser de aproximadamente 0 a 40°C (por ejemplo, de aproximadamente 10 a 30°C), y la temperatura de ácido acético puede ser de aproximadamente 17 a 40°C (por ejemplo, de aproximadamente 18°C a 30°C). La separación en la columna de difusión (columna de separación) 103 puede llevarse a cabo a una presión (por ejemplo, de aproximadamente 0 a 0,2 MPa), una temperatura de la parte superior de la columna (por ejemplo, de aproximadamente 50 a 120°C) y una temperatura de la parte inferior de la columna (por ejemplo, de aproximadamente 90 a 170°C). Por ejemplo, la separación del gas emitido con metanol puede realizarse a una temperatura de la parte superior de la columna de aproximadamente 40 a 70°C y una temperatura de la parte inferior de la columna de aproximadamente 90 a 110°C; la separación del gas emitido con ácido acético puede realizarse a una temperatura de la parte superior de la columna de aproximadamente 100 a 115°C y una temperatura de la parte inferior de la columna de aproximadamente 130 a 155°C. Cuando se usa metanol como disolvente de absorción, puede someterse a reflujo un condensado del condensador C6 en la columna de difusión (columna de separación) 103. Aunque la concentración mediante un condensador en el tratamiento del gas emitido no es esencial, el gas emitido tal como la fase gaseosa (5A) puede concentrarse mediante un condensador si es necesario, tal como se describió anteriormente.

El tratamiento del gas emitido (gas de respiradero) no es esencial y, por ejemplo, puede descargarse un gas de respiradero del reactor, el condensador, la columna de destilación u otros. Además, el gas de respiradero A del reactor 1 puede enfriarse o refrigerarse adicionalmente mediante un intercambiador de calor para formar 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), y el componente líquido puede recircularse al reactor 1 y el componente gaseoso (gas residual) puede descargarse. Además, de manera diferente del procedimiento mostrado en la figura 1, puede ser útil tratar un gas emitido (gas de respiradero) producido a partir de al menos una etapa seleccionada del grupo que consiste en la etapa de reacción, la etapa de evaporación instantánea y al menos una etapa de destilación. Por ejemplo, el gas emitido (gas de respiradero) de la etapa de reacción y el de la etapa de evaporación instantánea pueden tratarse, el gas emitido (gas de respiradero) de la etapa de evaporación instantánea y el de la etapa de destilación pueden tratarse, o el gas emitido (gas de respiradero) de la pluralidad de etapas de destilación puede tratarse.

En el tratamiento del gas de respiradero, un componente gaseoso no condensado que no se ha licuado mediante un condensador puede separarse adicionalmente en un componente condensado y un componente gaseoso mediante un condensador posterior o una pluralidad de condensadores (por ejemplo, condensadores segundo, tercero y cuarto). El líquido enriquecido en acetaldehído resultante puede tratarse mediante la columna de eliminación de acetaldehído (etapa de eliminación de acetaldehído). En un tratamiento de este tipo, puede alimentarse un componente gaseoso de al menos uno de los condensadores segundo y posteriores (por ejemplo, el último condensador) como gas de respiradero al sistema de absorción.

### Ejemplos

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

(Ejemplo comparativo 1)

Según el ejemplo comparativo 1, se condensó la corriente de cabeza (3A) de la columna separadora 3 mediante el primer condensador sin el segundo condensador, y se alimentó el condensado resultante al decantador 4. Es decir, en el aparato (o procedimiento) mostrado en la figura 1, se alimentó el primer condensado (temperatura: 38°C) de la corriente de cabeza (3A) de la columna separadora 3 al decantador 4 para formar una capa superior y una capa inferior, y se alimentó el 75% en volumen de la capa inferior formada en el decantador a la columna de destilación 6 (en la línea 53) a través del tanque de retención 5 (en la línea 43a). La cantidad alimentada a la columna de destilación 6 correspondía al 37% en volumen de la totalidad del primer condensado de la corriente de cabeza (3A) alimentada al decantador 4. Además, se sometió a reflujo una porción de la capa superior (fase superior) en la columna separadora 3 por medio de la línea 46 sin alimentarse a la línea 43a o la línea 43, y se recirculó otra porción de la misma al reactor 1 por medio de la línea 45b.

Es decir, se suministró el 37% en volumen de la totalidad del primer condensado de la corriente de cabeza (3A) alimentada al decantador 4 a la columna de destilación 6 por medio de la línea 43a, y se recirculó el 63% en volumen de la totalidad del primer condensado a la columna separadora 3 y el reactor 1. Los siguiente fueron los



detalles de la recirculación: se recircularon el 3% en volumen de la totalidad del primer condensado de la corriente de cabeza (3A) alimentada al decantador 4 [el 100% en volumen de la capa superior, el 0% en volumen de la capa inferior] y el 11% en volumen de la totalidad del primer condensado (la capa inferior) al reactor 1, y se alimentó el 47% en volumen de la totalidad del primer condensado a la columna separadora 3 (por cierto, el resto era un componente gaseoso que no se había licuado).

La composición del primer condensado (en la línea 43a) alimentado al tanque de retención 5 era tal como sigue: el 86,8% en peso de yoduro de metilo, el 11% en peso de acetato de metilo, el 0,9% en peso de ácido acético, el 1,0% en peso de agua, el 0,163% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. Después de eso, se recirculó el gas emitido a partir del tanque de retención 5 hasta la línea 34 por medio de la línea 59 y se introdujo al sistema de absorción, en el que se recogió acetaldehído, sin necesidad del segundo condensador, y luego se alimentó al decantador 4 por medio de la línea 112. La cantidad del líquido (líneas 51, 52) que fluye fuera del tanque de retención 5, es decir, la cantidad del primer condensado de la corriente de cabeza (3A) alimentada a la columna de destilación 6 era el 96% de la cantidad total (el primer condensado (en la línea 43a)) alimentada al tanque de retención 5, y la composición del mismo era tal como sigue: el 86,8% en peso de yoduro de metilo, el 11% en peso de acetato de metilo, el 0,8% en peso de ácido acético, el 0,9% en peso de agua, el 0,138% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno.

Además, se suministró la fase volátil (componente de menor punto de ebullición) (2A) de la etapa de evaporación instantánea (evaporador) a dos condensadores (C1, C2), se alimentó al tanque 9 y se recirculó al reactor 1 sin alimentarse al decantador 4.

Se sometió la segunda corriente de cabeza (4A) retirada de la columna de destilación de 80 platos 6 a extracción con agua en el extractor 8 para formar refinado que contenía yoduro de metilo del que se había extraído acetaldehído con agua. Se recirculó una porción del refinado tal cual al 10º plato de la parte inferior de la columna de destilación 6, y se recirculó otra porción del refinado tal cual al reactor 1. La velocidad de flujo del refinado recirculado a la columna de destilación 6 se mantuvo constante. La velocidad de extracción de acetaldehído de la segunda corriente de cabeza (4A) era del 98%. Se eliminó acetaldehído (20 kg/h) mediante tratamiento de extracción del líquido completo (51 kg/h) retirado de la parte superior de la columna de destilación de 80 platos. Mediante un procedimiento de este tipo, se produjo acetaldehído en el reactor, y se eliminó el 47% del acetaldehído producido (43 kg/h).

Tras realizarse de manera continua el procedimiento anterior durante un tiempo predeterminado (210 horas), se determinó que la concentración de acetaldehído en el reactor era de 300 ppm. El producto de ácido acético resultante tenía un tiempo de permanganato de 290 minutos. Además, el ácido acético tenía una concentración de ácido propiónico de 81 ppm.

(Ejemplo 1)

Según el aparato (o procedimiento) mostrado en la figura 1, el procedimiento para producir ácido acético se realizó de manera continua. Específicamente, se enfrió la primera corriente de cabeza (3A) mediante el primer condensador C3 a una temperatura de refrigerante controlada para formar un primer condensado que tiene una temperatura de 38°C (y un primer componente gaseoso que tiene una temperatura de aproximadamente 38°C). Se enfrió el primer componente gaseoso mediante el segundo condensador C4 a una temperatura de refrigerante controlada, y se alimentó la totalidad del segundo condensado del segundo condensador C4 al tanque de retención (que funcionó como decantador cuando el condensado forma fases líquidas separadas) 5 por medio de las líneas 36 y 38, en donde la línea 36 tenía una temperatura de 12°C, la velocidad de flujo en la línea 39 era cero "0". Además, se alimentó el primer condensado al decantador 4 para formar una capa superior y una capa inferior. Se alimentó la capa inferior (fase inferior) al tanque de retención 5 por medio de las líneas 41, 43 y 43a (en el que la velocidad de flujo en la línea 43b era cero "0"). Aunque el segundo condensado del segundo condensador C4 y la capa inferior del decantador 4 se mantuvieron en el tanque de retención 5, una mezcla de estos líquidos no formó fases líquidas separadas. Se alimentó la mezcla en el tanque de retención 5 a la columna de destilación 6 por medio de las líneas 51, 52, 53. Las condiciones eran las mismas que las del ejemplo comparativo 1 excepto porque la línea 38 no se unió al decantador 4 sino al tanque de retención 5, porque la cantidad alimentada a la columna de destilación 6 por medio de la línea 53 era la misma que en el ejemplo comparativo 1 ajustando la velocidad de flujo de la línea 43a y la de la línea 38, y porque la línea 28 no se unió al tanque 9 sino al decantador 4.

Es decir, se combinaron el primer condensado y el segundo condensado de la corriente de cabeza (3A) de la columna separadora 3 para formar una mezcla de estos condensados, y se alimentó el 37% en volumen de la totalidad de la mezcla de condensados (el condensado de la línea 33 y la línea 36) a la línea 53 (o la columna de destilación 6). Además, se recirculó el 13% en volumen de la totalidad de la mezcla de condensados (el condensado de la línea 33 y la línea 36) [el 3% en volumen de la capa superior, el 10% en volumen de la capa inferior] al reactor 1, y se alimentó el 47% en volumen de la totalidad del condensado a la columna separadora 3 (por cierto, el resto era un componente gaseoso que no se había licuado).

La composición del primer condensado (en la línea 43a) alimentado al tanque de retención 5 era tal como sigue: el 86,8% en peso de yoduro de metilo, el 11% en peso de acetato de metilo, el 0,9% en peso de ácido acético, el 1,0%

en peso de agua, el 0,163% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. La composición del segundo condensado (en la línea 38) era tal como sigue: el 86,1% en peso de yoduro de metilo, el 10,8% en peso de acetato de metilo, el 0,1% en peso de ácido acético, el 2,4% en peso de agua, el 0,338% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. La razón de alimentación del primer condensado en relación con el segundo condensado era del 91,4% en peso en relación con el 8,6% en peso. Después de eso, se recirculó el gas emitido a partir del tanque de retención 5 hasta la línea 35 por medio de la línea 59. La cantidad (en la línea 51) de la mezcla del primer condensado y el segundo condensado retirada del tanque de retención 5, es decir, la cantidad (en la línea 53) de la mezcla alimentada a la columna de destilación 6, era el 87% de la cantidad total (la cantidad total del primer condensado (en la línea 43a) y el segundo condensado (en la línea 38)) alimentada al tanque de retención 5. Además, la composición de la mezcla alimentada a la columna de destilación 6 era tal como sigue: el 86,9% en peso de yoduro de metilo, el 11,1% en peso de acetato de metilo, el 0,9% en peso de ácido acético, el 0,8% en peso de agua, el 0,151% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno.

Además, se sometió la segunda corriente de cabeza (4A) de la parte superior de la columna a extracción con agua en el extractor 8 para formar un refinado que contenía yoduro de metilo del que se había eliminado el acetaldehído. Se recirculó una porción del refinado tal cual al 10° plato de la parte inferior de la columna de destilación 6, y se recirculó otra porción del refinado tal cual al reactor 1. Se mantuvo constante la velocidad de flujo del refinado recirculado a la columna de destilación 6. La tasa de extracción de acetaldehído del componente de menor punto de ebullición (4A) era del 98%. Se eliminó acetaldehído (22 kg/h) mediante tratamiento de extracción del líquido completo (51 kg/h) retirado de la parte superior de la columna de destilación de 80 platos. Mediante un procedimiento de este tipo, se produjo acetaldehído en el reactor, y se eliminó el 51% del acetaldehído producido (43 kg/h).

El procedimiento anterior pudo realizarse de manera continua y estable. Tras realizarse el procedimiento de manera continua durante un tiempo predeterminado (210 horas), se determinó que la concentración de acetaldehído en el reactor era de 250 ppm, lo que reveló que el procedimiento podía realizarse de manera estable al tiempo que se eliminaba acetaldehído a un alto nivel. El producto de ácido acético resultante tenía un tiempo de permanganato de 330 minutos. Además, el ácido acético tenía una concentración de ácido propiónico de 71 ppm.

(Ejemplo 2)

Se llevó a cabo el experimento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la temperatura del primer condensado era de 50°C.

La composición del primer condensado (en la línea 43a) alimentado al tanque de retención 5 era tal como sigue: el 86,9% en peso de yoduro de metilo, el 10,9% en peso de acetato de metilo, el 0,9% en peso de ácido acético, el 1,0% en peso de agua, el 0,169% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. La composición del segundo condensado (en la línea 38) era tal como sigue: el 85,7% en peso de yoduro de metilo, el 11,6% en peso de acetato de metilo, el 0,2% en peso de ácido acético, el 2,0% en peso de agua, el 0,354% en peso de acetaldehído, y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. La razón de alimentación del primer condensado en relación con el segundo condensado era del 84,2% en peso en relación con el 15,8% en peso. Después de eso, se recirculó el gas emitido desde el tanque de retención 5 hasta la línea 35 por medio de la línea 59. La cantidad (en la línea 51) de la mezcla del primer condensado y el segundo condensado retirada del tanque de retención 5, es decir, la cantidad (en la línea 53) de la mezcla alimentada a la columna de destilación 6, era el 80% de la cantidad total (la cantidad total del primer condensado (línea 43a) y el segundo condensado (línea 38)) alimentada al tanque de retención 5. Además, la composición de la mezcla alimentada a la columna de destilación 6 era tal como sigue: el 86,9% en peso de yoduro de metilo, el 11,0% en peso de acetato de metilo, el 1,0% en peso de ácido acético, el 0,9% en peso de agua, el 0,156% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno.

Además, la tasa de extracción de acetaldehído del componente de menor punto de ebullición (4A) era del 98%. Se eliminó acetaldehído (23 kg/h) mediante tratamiento de extracción del líquido completo (51 kg/h) retirado de la parte superior de la columna de destilación de 80 platos. Mediante un procedimiento de este tipo, se produjo acetaldehído en el reactor, y se eliminó el 53% del acetaldehído producido (43 kg/h).

El procedimiento anterior pudo realizarse de manera continua y estable. Tras realizarse el procedimiento de manera continua durante un tiempo predeterminado (250 horas), se determinó que la concentración de acetaldehído en el reactor era de 230 ppm, lo que reveló que el procedimiento podía realizarse de manera estable al tiempo que se eliminaba acetaldehído a un alto nivel. El producto de ácido acético resultante tenía un tiempo de permanganato de 350 minutos. Además, el ácido acético tenía una concentración de ácido propiónico de 67 ppm.

(Ejemplo 3)

Se llevó a cabo el experimento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la temperatura del primer condensado era de 63°C.

El primer condensado (en la línea 43a) alimentado al tanque de retención 5 era cero. La composición del segundo condensado (en la línea 38) era tal como sigue: el 85,2% en peso de yoduro de metilo, el 12,3% en peso de acetato de metilo, el 0,3% en peso de ácido acético, el 1,8% en peso de agua, el 0,212% en peso de acetaldehído y el

- 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno. La razón de alimentación del primer condensado en relación con el segundo condensado era del 0% en peso en relación con el 100% en peso. Después de eso, se recirculó el gas emitido a partir del tanque de retención 5 hasta la línea 35 por medio de la línea 59. La cantidad (en la línea 51) de la mezcla del primer condensado y el segundo condensado retirada del tanque de retención 5, es decir la cantidad (en la línea 53) del condensado alimentada a la columna de destilación 6, era el 95% de la cantidad total (el segundo condensado (línea 38)) alimentada al tanque de retención 5. Además, la composición del condensado alimentado a la columna de destilación 6 era tal como sigue: el 85,3% en peso de yoduro de metilo, el 12,4% en peso de acetato de metilo, el 0,3% en peso de ácido acético, el 1,7% en peso de agua, el 0,195% en peso de acetaldehído y el 0,001% en peso de yoduro de hidrógeno.
- 5
- 10 La cantidad alimentada a la columna de destilación 6 es justo la misma en el ejemplo comparativo 1 y los ejemplos 1 a 3. En el ejemplo 3, se compensó el líquido alimentado a la columna de destilación 6 mediante sólo el condensado (en la línea 38) del segundo condensador C4.
- Además, la tasa de extracción de acetaldehído del componente de menor punto de ebullición (4A) era del 98%. Se eliminó acetaldehído (26 kg/h) mediante tratamiento de extracción del líquido completo (51 kg/h) retirado de la parte superior de la columna de destilación de 80 platos. Mediante un procedimiento de este tipo, se produjo acetaldehído en el reactor, y se eliminó el 60% del acetaldehído producido (43 kg/h).
- 15
- El procedimiento anterior pudo realizarse de manera continua y estable. Tras realizarse el procedimiento de manera continua durante un tiempo predeterminado (280 horas), se determinó que la concentración de acetaldehído en el reactor era de 190 ppm, lo que reveló que el procedimiento podía realizarse de manera estable al tiempo que se eliminaba acetaldehído a un alto nivel. El producto de ácido acético resultante tenía un tiempo de permanganato de 400 minutos. Además, el ácido acético tenía una concentración de ácido propiónico de 57 ppm.
- 20

#### **Aplicabilidad industrial**

La presente invención es significativamente útil como procedimiento para producir de manera estable ácido acético de alta calidad al tiempo que se separa y elimina eficazmente acetaldehído.

#### **25 Descripción de los números de referencia**

- 1 ... Reactor
- 2 ... Evaporador instantáneo (evaporador)
- 3 ... Columna separadora (columna de destilación)
- 4 ... Decantador
- 30 5, 7 ... Tanque de compensación
- 6 ... Columna de destilación (Columna de separación de acetaldehído)
- 8 ... Unidad de extracción
- 9 ... Tanque de retención

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir ácido acético que comprende:
  - 5 una etapa de reacción para permitir que reaccione metanol de manera continua con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que contiene un catalizador de metal, un haluro de metal y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación,
  - una etapa de evaporación instantánea para separar una mezcla de reacción en una fase volátil (2A) que contiene ácido acético producido y yoduro de metilo y una fase menos volátil (2B) que contiene el catalizador de metal y el haluro de metal,
  - 10 una etapa de destilación para separar la fase volátil (2A) en una corriente de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo y acetaldehído subproducto, y una corriente (3B) que contiene ácido acético, y
  - una etapa para condensar una fase gaseosa, que contiene al menos acetaldehído, que resulta de al menos una etapa de estas etapas,
  - 15 en el que la fase gaseosa se condensa mediante una pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, y se separa acetaldehído de un condensado o condensados enriquecidos en acetaldehído.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la fase gaseosa, que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, que resulta de al menos una etapa de la etapa de evaporación instantánea y la etapa de destilación se condensa mediante la pluralidad de condensadores.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que al menos una fase gaseosa seleccionada del grupo que consiste en la corriente de cabeza (3A) y la fase volátil (2A) se somete a la pluralidad de condensadores y se enfría para formar condensados y componentes gaseosos no condensados, en el que los condensados tienen una temperatura menor y una concentración de acetaldehído mayor secuencialmente en el sentido aguas abajo, y se separa acetaldehído de un condensado o condensados muy enriquecidos en acetaldehído.
- 25 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la fase gaseosa se condensa mediante la pluralidad de condensadores y un condensado enriquecido en acetaldehído de al menos uno de un segundo condensador y posteriores se almacenan en un tanque de retención, y se separa acetaldehído del condensado almacenado.
- 30 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la fase gaseosa se condensa mediante la pluralidad de condensadores, un condensado de al menos un primer condensador se almacena en un decantador, un condensado enriquecido en acetaldehído de al menos uno de un segundo condensador y posteriores se almacena en un tanque de retención, el condensado en el decantador y el condensado en el tanque de retención se combinan y se destilan para separar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído; o
  - 35 el condensado en el decantador y el condensado en el tanque de retención se combinan en una razón en peso de 0/100 a 95/5 como el primero/el último y se destilan mediante una segunda columna de destilación.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la fase volátil (2A) se destila mediante una primera columna de destilación para formar una primera corriente de cabeza, la corriente de cabeza como fase gaseosa se condensa mediante la pluralidad de condensadores, y
  - 40 (i) un condensado enriquecido en acetaldehído de al menos uno de un segundo condensador y posteriores se destila mediante una segunda columna de destilación,
  - (ii) un condensado de al menos uno de un segundo condensador y condensadores posteriores se almacena en un tanque de retención, y el condensado almacenado se destila mediante una segunda columna de destilación, o
  - 45 (iii) un condensado de al menos un primer condensador se almacena en un decantador, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y condensadores posteriores se almacena en un tanque de retención, el condensado en el decantador y el condensado en el tanque de retención se combinan y se destilan mediante una segunda columna de destilación,

para separar una segunda corriente de cabeza enriquecida en acetaldehído.
- 50 7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que la segunda corriente de cabeza se somete a extracción con agua para formar una fase acuosa que contiene acetaldehído y una fase orgánica que contiene yoduro de metilo, y la fase orgánica se recircula al reactor.

- 5 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la fase volátil (2A) como fase gaseosa se condensa mediante la pluralidad de condensadores, un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores se destila mediante una primera columna de destilación y/o una segunda columna de destilación para formar una primera corriente de cabeza y/o una segunda corriente de cabeza.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la fase gaseosa se condensa mediante de 2 a 5 condensadores dispuestos al menos en serie;  
o un condensado en un primer condensador tiene una temperatura de no más de 110°C, un condensado en al menos uno de un segundo condensador y posteriores tiene una temperatura de no más de 45°C.
- 10 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores entre la pluralidad de condensadores se destila para separar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído.
- 15 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la fase gaseosa se enfría mediante un primer condensador para formar un primer condensado y un primer componente gaseoso no condensado, el primer componente gaseoso no condensado se enfría mediante un segundo condensador cuya temperatura de enfriamiento es menor que la del primer condensador para formar un segundo condensado que tiene una temperatura menor que la del primer condensado y un segundo componente gaseoso no condensado, y se separa acetaldehído de al menos el segundo condensado.
- 20 12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que, además, un gas emitido (5A), que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, que resulta de al menos una etapa de la etapa de reacción, la etapa de evaporación instantánea, una etapa de almacenamiento y al menos una etapa de destilación se permite que entre en contacto con un disolvente de absorción, el disolvente resultante se separa para formar una fase gaseosa que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, y se separa acetaldehído de la fase gaseosa.
- 25 13. Método para separar o eliminar acetaldehído, que comprende:  
destilar una mezcla que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, metanol, agua y acetaldehído para formar una fase gaseosa que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído y una fase líquida que contiene al menos agua y metanol, y  
condensar la fase gaseosa para separar acetaldehído de la fase gaseosa,  
30 en el que la fase gaseosa se condensa mediante una pluralidad de condensadores para formar condensados de temperatura secuencialmente menor, y se separa acetaldehído de un condensado o condensados enriquecidos en acetaldehído.
- 35 14. Método según la reivindicación 13, en el que un condensado en un primer condensador tiene una temperatura de 20 a 110°C, y un condensado en al menos uno de un segundo condensador y posteriores tiene una temperatura de -5°C a 30°C.
- 40 15. Método según la reivindicación 13 ó 14, en el que un condensado de al menos uno de un segundo condensador y posteriores se destila para formar una corriente de cabeza que contiene acetaldehído, y la corriente de cabeza se somete a extracción con agua para formar una fase acuosa que contiene acetaldehído y una fase orgánica.

Fig. 1

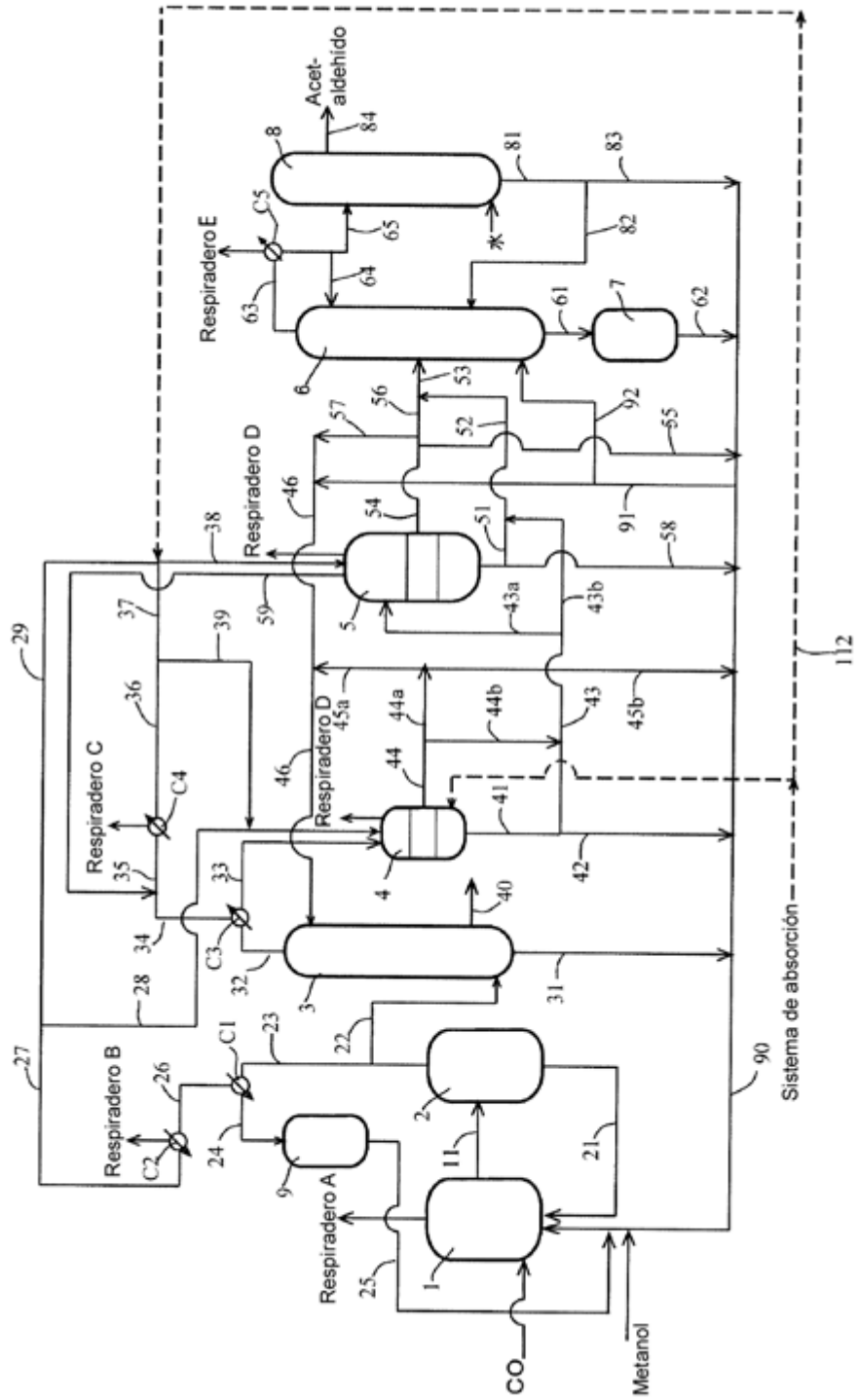


Fig. 2

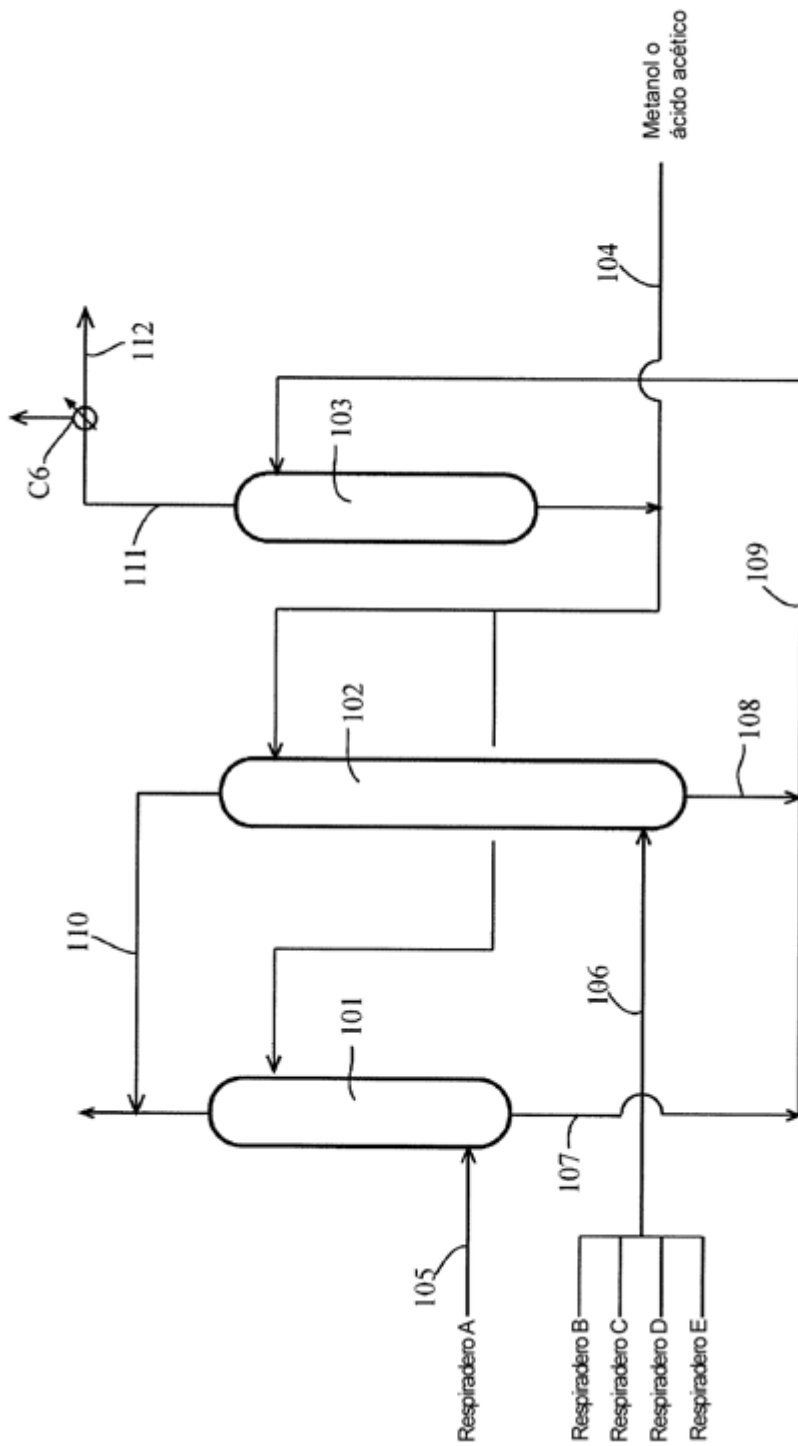


Fig. 3

