

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 766**

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: **27.09.2011 PCT/JP2011/072059**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.04.2012 WO12046593**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.09.2011 E 11830526 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2018 EP 2628720**

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

30 Prioridad:

**06.10.2010 JP 2010226664**

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

**05.03.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIMIZU MASAHIKO**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI , Peter**

**ES 2 702 766 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

Proceso de producción de ácido acético

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para producir ácido acético de forma estable mediante carbonilación de metanol en presencia de un catalizador de metal (tal como un catalizador de rodio) y yoduro de metilo.

**Antecedentes de la técnica**

- 10 Se conocen diversos procesos de producción industrial de ácido acético. Entre otros, un proceso industrialmente excelente incluye un proceso que comprende permitir que el metanol reaccione de manera continua con monóxido de carbono con el uso de un catalizador de rodio y yoduro de metilo en presencia de agua para dar ácido acético. Además, recientemente se ha investigado la mejora en las condiciones de reacción y los catalizadores, y se ha desarrollado un proceso industrial para producir ácido acético con una producción altamente eficaz mediante la adición de un estabilizador de catalizador (tal como una sal de yoduro) y la reacción en una condición de bajo contenido de agua en comparación con la condición convencional. Este proceso permite que los productos secundarios incluyendo dióxido de carbono o ácido propiónico se reduzcan debido a una disminución del contenido de agua en la mezcla de reacción. En la mezcla de reacción, sin embargo, existen productos secundarios (impurezas) en cantidades menores de otros componentes distintos a estos, por ejemplo, un compuesto de carbonilo (por ejemplo, acetaldehído, butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído, y un producto de condensación aldólica del mismo), un yoduro orgánico (por ejemplo, un yoduro de alquilo que no sea yoduro de metilo, tal, yoduro de etilo, yoduro de butilo, o yoduro de hexilo). A medida que la producción de ácido acético aumenta, la producción de las impurezas aumenta, lo que deteriora la calidad del ácido acético. Por ejemplo, en un ensayo de calidad mediante el cual se comprueban las cantidades muy pequeñas de las impurezas reductoras presentes en el ácido acético, que se denomina ensayo de sustancia reductora de permanganato (tiempo de permanganato), se pueden detectar impurezas que tienen concentraciones muy bajas, que son difíciles de determinar de forma cuantitativa incluso con los análisis instrumentales altamente avanzados que existen en la actualidad, y éstas impurezas conducen al deterioro de la calidad del producto. Además, algunas de estas impurezas ejercen una mala influencia en relación con el uso de ácido acético. Por ejemplo, en un proceso para producir acetato de vinilo a partir de etileno y ácido acético, se sabe que las impurezas deterioran un catalizador de la serie del paladio usado en el proceso.

Desafortunadamente, el compuesto de carbonilo o el yoduro de alquilo es difícil de retirar suficientemente con medios ordinarios, tales como destilación, porque el punto de ebullición del compuesto de carbonilo o de yoduro de alquilo está cerca de un punto de ebullición de un acelerador de catalizador de yoduro, o por otras razones.

35 Por lo tanto, por ejemplo, se ha desarrollado el tratamiento de ácido acético sin procesar que contiene estas impurezas diminutas con ozono o un agente oxidante. Dado que el tratamiento tiene la limitación en las concentraciones de impurezas a tratar, el compuesto de carbonilo y el yoduro orgánico no se pueden retirar de forma eficaz.

40 Mientras tanto, en un proceso de reacción continua, también se está intentando la eliminación de un compuesto de carbonilo en un líquido de circulación de proceso. Por ejemplo, la Publicación Abierta a Consulta por el Público de la Solicitud de Patente Japonesa N.º 4-266843 (JP-4-266843A, Documento de Patente 1) describe un proceso para eliminar una impureza de carbonilo, que comprende permitir que una corriente de yoduro de metilo se recicle a un reactor de carbonilación para entrar en contacto con un compuesto amino que se permite que reaccione con una impureza de carbonilo para formar un derivado nitrogenado soluble en agua, separando la fase orgánica resultante de yoduro de metilo de la fase acuosa del derivado resultante, y destilando la fase de yoduro de metilo. La concentración de la impureza de carbonilo en la corriente orgánica a recircular al reactor de carbonilación todavía es elevada, y es difícil para retirar la impureza de carbonilo suficientemente. Además, el proceso que se describe en este documento de patente requiere la eliminación del compuesto nitrogenado.

55 La Publicación Abierta a Consulta por el Público de la Solicitud de Patente Japonesa N.º 8-67650 (JP-8-67650A, Documento de Patente 2) describe un proceso para producir ácido acético de pureza elevada, que comprende permitir que el metanol reaccione continuamente sobre monóxido de carbono en presencia de un catalizador de rodio, una sal de yoduro, un yoduro de metilo, donde la reacción se realiza mediante eliminación de acetaldehído a partir de un líquido de proceso que se hace circular en un reactor para mantener la concentración de acetaldehído en la mezcla de reacción a 400 ppm o un contenido menor. Este documento de patentes centra su atención en que la mayor parte de las impurezas se forman en el sistema de reacción y la formación de tales impurezas se debe al producto secundario acetaldehído producido en el sistema de reacción. Por lo tanto, la concentración de acetaldehído en el sistema de reacción se reduce a la disminución del compuesto de carbonilo o el yoduro orgánico, y, como resultado, se puede obtener ácido acético de pureza elevada.

65 Además, este documento de patente describe, con respecto a un proceso para producir ácido acético a la vez que se elimina acetaldehído, que el proceso comprende la separación de la mezcla de reacción en una fase volátil que contiene ácido acético, acetato de metilo y yoduro de metilo y una fase de baja volatilidad que contiene el catalizador

de rodio, destilar la fase volátil para obtener una mezcla de producto que contiene ácido acético y Una fracción superior que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo, y recircular la fracción superior resultante en el reactor, en el que se permite que la fracción superior o un condensado de impureza de carbonilo (en particular acetaldehído) de la misma entre en contacto con agua para separar una fase orgánica que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo y una fase acuosa que contiene la impureza de carbonilo, y la fase orgánica se recircula en el reactor. Además, el presente documento desvela que un proceso concreto para obtener yoduro de metilo a partir del condensado de impureza de carbonilo incluye preferentemente un proceso que comprende separar un líquido de acetaldehído que contiene yoduro de metilo del líquido de proceso por destilación, y extraer de forma selectiva el líquido de acetaldehído resultante con agua.

De forma secundaria, el presente documento no desvela que el caudal de la fracción superior se controla en la recirculación de la fracción superior en el reactor.

#### Documentos de la técnica relacionados

##### Documentos de patente

Documento de Patente 1: JP-4-266843A (Reivindicaciones)

Documento de Patente 2: JP-8-67650A (Reivindicaciones), corresponde al documento EP 0687 662 A2.

#### Sumario de la invención

##### Problema a resolver por la invención

Por lo tanto un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para producir de forma estable ácido acético a la vez que se elimina acetaldehído de forma eficaz y para producir ácido acético a la vez que se recircula el yoduro de metilo como un catalizador con una eficacia elevada.

##### Medios para resolver los problemas

En una serie de procesos continuos de producción de ácido acético con un sistema catalizador que contiene un catalizador de metal, una sal de haluro y yoduro de metilo, el inventor de la presente invención investigo un proceso para eliminar acetaldehído a partir de un componente de punto de ebullición más bajo (una fracción superior) que se obtiene después de separar una corriente que contiene ácido acético y que contiene al menos yoduro de metilo y acetaldehído, recoger un componente útil (tal como yoduro de metilo) de manera eficaz, y recircular el componente útil al sistema de reacción u otros. El inventor encontró que la eliminación directa de acetaldehído De la fracción superior por destilación u otro medio realmente hacía difícil hacer funcionar el proceso de forma estable.

De forma específica, para eliminar acetaldehído de la fracción superior, se necesitan las siguientes etapas: la fracción superior se condensa y se retiene temporalmente en un decantador, y adicionalmente la fracción superior condensada (o condensado de la fracción superior) se alimenta desde el decantador a un proceso de separación de acetaldehído (por ejemplo, un proceso de destilación), a través de la serie de etapas de producción continua, el caudal de la fracción superior alimentada al decantador normalmente fluctúa con la fluctuación de la presión en el proceso. Sin embargo, dado que el decantador tiene un límite de capacidad permisible, la alimentación directa de la fracción superior produce la fluctuación del nivel de líquido en el decantador con la fluctuación del caudal de la fracción superior, y la fluctuación del nivel de líquido en ocasiones impide un funcionamiento estable del proceso dependiendo del alcance de la fluctuación. Por el contrario, un intento para alimentar el proceso de separación de acetaldehído con la fracción superior con el fin de corresponder a la fluctuación del caudal del mismo con el fin de reducir la fluctuación del nivel de líquido en el decantador puede no facilitar lo suficiente (o absorbe) la fluctuación del caudal de la fracción superior alimentada desde el decantador en el proceso de separación de acetaldehído. Por lo tanto, la separación de acetaldehído en ocasiones es insuficiente (de modo que la concentración de acetaldehído en el sistema de reacción aumenta), o un aparato de separación de acetaldehído (tal como una columna de destilación) en ocasiones fracasa al no funcionar de manera estable. Además, dado que la fluctuación del caudal de la fracción superior no se puede moderar en el proceso de separación de acetaldehído, el nivel de líquido en el decantador (La etapa previa adicional) fluctúa a pesar de todo.

Por consiguiente, el inventor de la presente invención realizó amplios estudios para conseguir los objetos que se han mencionado anteriormente y finalmente encontró que, mediante (i) circulación de parte (una porción) de la fracción superior condensada que se va a alimentar al decantador al sistema de reacción sin enviar al proceso de separación de acetaldehído o (ii) alimentación de la fracción superior desde el decantador to el proceso de separación de acetaldehído a través del tanque de tampón, la cantidad de la fracción superior a almacenar en el decantador se ajusta o se controla dependiendo de la fluctuación de la cantidad de alimentación de la fracción superior, y a continuación la cantidad de la fracción superior a alimentar desde el decantador al proceso de separación de acetaldehído se ajusta o se controla; de este modo, una serie de procesos de producción de ácido acético, que comprenden la eliminación de acetaldehído y la recogida de yoduro de metilo, se realiza de forma estable y eficaz.

La presente invención se consiguió basándose en los hallazgos que se han mencionado anteriormente.

Es decir, la presente invención incluye un proceso (un proceso cerrado) para producir ácido acético, que comprende las siguientes etapas:

- 5 (a) una etapa de reacción para permitir que el metanol reaccione continuamente con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal, una sal de haluro, y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación,
- 10 (b) una etapa de evaporación instantánea para alimentar continuamente un aparato de evaporación instantánea con una mezcla de reacción del reactor y separar un componente de punto de ebullición más bajo (2A) que contiene como producto ácido acético y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición más elevado (2B) que contiene el catalizador de metal y la sal de haluro,
- 15 (c) una etapa de recogida de ácido acético para alimentar continuamente una columna de destilación con el componente de punto de ebullición más bajo (2A), y separar un componente de punto de ebullición más bajo (3A) que contiene yoduro de metilo y producto secundario acetaldehído y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético,
- 20 (d) una etapa de condensación para condensar y mantener temporalmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) en un decantador y descargar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) del decantador, y
- 25 (e) una etapa de separación y recirculación para separar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador en acetaldehído y un residuo líquido y recircular el residuo líquido a una etapa desde la etapa de reacción a la etapa de separación de acetaldehído, donde en la etapa de separación y recirculación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta a una columna de separación de acetaldehído y se separa en un componente de punto de ebullición más bajo (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición más elevado (4B), como el residuo líquido para recirculación, que contiene yoduro de metilo por destilación,
- 30

en el que el proceso es un proceso continuo en el cual,

- 35 en la etapa de recogida de ácido acético (c), el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación es de 90 a 110, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación sea 100; y

- 40 en la etapa de condensación (d), el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador es de 80 a 120, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador sea 100;

- 45 en el que en la etapa de condensación (d), la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener se ajusta o se controla basándose en un caudal de fluctuación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador, y la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación (e) se ajusta o se controla recirculando parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador al reactor de carbonilación y/o a la columna de destilación, de modo que, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación sea 100. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta para que sea de 90 a 110.
- 50

- 55 En la etapa de condensación de la presente invención, suponiendo que cada uno del nivel medio de líquido (o cantidad media) y el nivel medio de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador sea 100, el nivel de líquido (o cantidad media) y/o nivel de superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador se puede ajustar [de forma específica, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede descargar desde el decantador para ajustar el nivel de líquido] de 90 a 110 (por ejemplo, de 95 a 105) en el funcionamiento del proceso. El nivel de líquido se refiere a una altura de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo condensado (3A) con gas (fase gaseosa) en el decantador. Cuando el componente de punto de ebullición más bajo condensado (3A) se separa en dos fases (fase superior y fase inferior), el nivel de la superficie de contacto se refiere a una altura del límite entre dos fases (o una altura de la fase inferior). Por lo tanto el concepto del nivel de la superficie de contacto se usa cuando el componente de punto de ebullición más bajo (3A) experimenta separación de capas (separación de fases).
- 60

- 65 De acuerdo con la presente invención, para llevar a cabo todo el proceso de forma estable, en la etapa de

condensación la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener se ajusta o se controla basándose en la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador, y además la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) [o el componente condensado (3A') en el componente de punto de ebullición más bajo (3A)] que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta se controla. En particular, en la etapa de condensación, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta con el fin de que sea constante o casi constante (o que se mantenga esencialmente constante) [es decir, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta de 90 a 110 (por ejemplo, de 95 a 105) en el funcionamiento del proceso].

El método para ajustar o controlar la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación incluye el siguiente método (a) y opcionalmente al menos uno seleccionado entre los siguientes métodos (b), y (c): (a) un método para recircular parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador al sistema de reacción (reactor o etapa de reacción) y/o la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación), en particular al menos el sistema de reacción (o reactor) o etapa de reacción]; (b) un método para alimentar la etapa de separación y recirculación con el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento; y (c) un método para ajustar la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador para mantenerse constante (o casi constante, por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador sea 100, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador en el funcionamiento del proceso se ajusta de 90 a 110 (por ejemplo, de 95 a 105)).

Para el método (a), en la etapa de condensación, la cantidad (o caudal) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta mediante circulación de parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador a una etapa diferente de la etapa de separación y recirculación. En el método (a), se puede recircular no menos de un 10 %, preferentemente no menos de un 20 % (por ejemplo, de un 20 a un 90 %), del caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador, en particular, se puede recircular no menos de un 40 % (por ejemplo, de un 40 a un 90 %) del caudal medio. Además, en el método (a), el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede separar en una fase superior y una fase inferior en el decantador, y la fase superior y/o la fase inferior se puede circular. Además, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se recircula como una sola fase sin separación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en dos fases.

Para el método (b), el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento puede ser no inferior a 0,5 minutos (por ejemplo, no inferior a 1 minuto). Además, en el método (b), el tiempo total del tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador y el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento puede ser no inferior a 1,5 minutos (por ejemplo, no inferior a 2 minutos).

Para el método (c), por lo general, un decantador que tiene una función de tamponamiento se usa como el decantador, y el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador puede ser no inferior a 1 minuto.

El método (a) se puede realizar sólo o en combinación con (b) y/o (c) (por ejemplo, al menos el método (a)).

De acuerdo con la presente invención, no solamente la eliminación de acetaldehído sino también la recogida (recirculación) de yoduro de metilo se consigue de forma eficaz. La etapa de separación y recirculación comprende la alimentación de la columna de destilación de acetaldehído con el componente de punto de ebullición más bajo (3A), la separación de un componente de punto de ebullición más bajo (4A) (o una segunda fracción superior (4A)) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición más elevado (4B) (o una corriente inferior (4B)) que contiene yoduro de metilo por destilación, y recirculación del componente de punto de ebullición más elevado (4B) como un residuo líquido [por ejemplo, al menos un miembro seleccionado entre el grupo que consiste en el sistema de reacción (reactor o etapa de reacción), la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación), y la columna de eliminación de acetaldehído].

Además, de acuerdo con la presente invención, el residuo líquido separado en la etapa de separación y recirculación se puede recircular a la vez que se reduce la fluctuación del caudal del residuo líquido. De forma específica, en la etapa de separación y recirculación, el residuo líquido se puede recircular a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento.

El componente de punto de ebullición más bajo (4A) que se ha mencionado anteriormente en ocasiones contiene yoduro de metilo que no se puede separar. Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, cuando el componente de punto de ebullición más bajo (4A) también contiene yoduro de metilo, en la etapa de separación y

recirculación yoduro de metilo se puede recoger del componente de punto de ebullición más bajo (4A) para recirculación [por ejemplo, para recircular a una etapa desde el sistema de reacción a la separación de acetaldehído, por ejemplo, se puede recircular al menos un miembro seleccionado entre el grupo que consiste en el sistema de reacción (reactor o etapa de reacción), la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación), y la columna de destilación de acetaldehído].

A lo largo de la presente descripción, la expresión "componente de punto de ebullición más bajo (3A)" en la etapa de condensación y las etapas que siguen a la etapa de condensación se refiere a un componente condensado (un condensado un componente líquido) en el componente de punto de ebullición más bajo (o fracción superior) (3A) separado en la etapa de recogida de ácido acético. En ocasiones el componente condensador se menciona con el término "componente condensado (3A)", "condensado (3A)" o similares a distinguir del componente de punto de ebullición más bajo (3A).

### Efectos de la invención

De acuerdo con la presente invención, el ácido acético (ácido acético con una pureza elevada) se puede producir de forma estable a la vez que se elimina acetaldehído de forma eficaz mediante el ajuste de la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo a almacenar en el decantador como respuesta a la fluctuación de la cantidad de alimentación del componente de punto de ebullición más bajo que contiene yoduro de metilo y acetaldehído. Además, de acuerdo con la presente invención, dado que el acetaldehído supera separar del componente de punto de ebullición más bajo de forma eficaz y confiable, se puede producir ácido acético a la vez que el cocatalizador, yoduro de metilo, se recircula de forma altamente eficaz separado del componente de punto de ebullición más bajo.

### Breve descripción de las figuras

[Fig. 1] La Fig. 1 es un diagrama para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de acuerdo con una realización de la presente invención.

[Fig. 2] La Fig. 2 es un diagrama para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de acuerdo con otra realización de la presente invención.

### Descripción de realizaciones

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se explicará con detalle con referencia a las figuras. La Fig. 1 es un diagrama (una lámina de flujo, una figura de proceso esquemático, o una figura de colocación de planta esquemática) para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de acuerdo con una realización de la presente invención.

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

El proceso (o aparato de producción) comprende un reactor (sistema de reacción) 1 para realizar la reacción de carbonilación de metanol; un aparato de evaporación instantánea 2 para separar un componente de punto de ebullición más bajo o fase volátil (2A) que contiene productos de ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, y agua y un componente de punto de ebullición más elevado o fase de baja volatilidad (2B) que contienen catalizador de rodio y yoduro de litio a partir del medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción o una solución de reacción) que contiene ácido acético generado por la reacción; una columna de separación 3 para separar un componente de punto de ebullición más bajo o fracción superior (una primera fracción superior) (3A) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, producto secundario acetaldehído, agua, y otros, una corriente o fase de ácido acético (3B) que contiene ácido acético como una corriente lateral, y un componente de punto de ebullición más elevado (3C) que contiene ácido acético, agua, ácido propiónico, y otros, del componente de punto de ebullición más bajo (2A) alimentado al aparato de evaporación instantánea 2; un decantador 4 para mantener o almacenar temporalmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) condensado por enfriamiento [o un componente condensado (3A') en el componente de punto de ebullición más bajo (3A)]; un tanque de tampón 5 para almacenar (o retener) temporalmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) [o el componente condensado (3A') en el componente de punto de ebullición más bajo (3A)] alimentado o descargado desde el decantador 4; una columna de destilación (una columna de destilación de acetaldehído) 6 para separar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) [el componente condensado (3A') en el componente de punto de ebullición más bajo (3A)] alimentado o descargado desde el decantador 4 o el tanque de tampón 5 en un componente de punto de ebullición más bajo (4A) que contiene acetaldehído y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición más elevado (4B) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido acético, y otros; un tanque de tampón 7 para almacenar (o retener) temporalmente el componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado en la

columna de destilación 6; un aparato de extracción o extractor 8 para separar acetaldehído del componente de punto de ebullición más bajo (4A) por extracción (por ejemplo, extracción con agua) para recircular yoduro de metilo; y diversas líneas para alimentarlo circular cada componente a estos aparatos.

5 En lo sucesivo en el presente documento, el proceso que se muestra en la Fig. 1 se explicará con más detalle.

10 El reactor 1, se alimenta continuamente con metanol como un componente líquido a una tasa determinada previamente, y continuamente se alimenta monóxido de carbono como un reactivo gaseoso. Además, el reactor 1, se puede alimentar con una mezcla de catalizador (mezcla de catalizador líquido) que contiene un sistema catalizador de carbonilación [un sistema 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. Además, una corriente (por ejemplo, en forma de líquido) que contiene el componente o componentes de punto de ebullición más bajos o el componente o componentes de punto de ebullición más elevados de la etapa o etapas posteriores se alimenta al reactor 1 a través de una línea 13 y/o una línea 40.

15 A continuación, dentro del reactor 1, sistema de reacción en fase líquida que contiene el reactivo y el componente de punto de ebullición más elevado tal como el componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) está en equilibrio con un sistema de fase de vapor que comprende monóxido de carbono, productos secundarios mediante la reacción (hidrógeno, metano, dióxido de carbono), y un componente de punto de ebullición más bajo vaporizado (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético como producto, y acetato de metilo), y una reacción de carbonilación de metanol evoluciona. Con el fin de mantener la presión interna del reactor 1 (por ejemplo, presión de reacción, presión parcial de monóxido de carbono, y presión parcial de hidrógeno) constante, un vapor se puede extraer y descargar de la parte superior del reactor 1. Además, la extracción de vapor del reactor 1 se puede enfriar mediante un intercambiador de calor para dar un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, y otros) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, y otros). El componente líquido resultante se puede recircular al reactor 1 (no se muestra), y el componente gaseoso resultante (gas residual) se puede descargar.

20 El reactor 1, si fuera necesario, se puede alimentar con hidrógeno con el fin de aumentar la actividad catalítica. El hidrógeno se puede alimentar en conjunto con monóxido de carbono o se puede alimentar por separado. Además, dado que el sistema de reacción es un sistema de reacciones exotérmico que va acompañado por generación de calor, el reactor 1 puede estar equipado con una unidad de retirada de calor (o que retira calor) o una unidad de enfriamiento (por ejemplo, una camisa) para controlar una temperatura de la reacción.

25 Los componentes contenidos en la mezcla de reacción (líquido de reacción sin procesar) generados en el reactor 1 pueden incluir ácido acético, un componente de punto de ebullición más bajo o impureza de punto de ebullición más bajo que tiene un punto de ebullición más bajo al del ácido acético (por ejemplo, yoduro de metilo como un cocatalizador, acetato de metilo como un producto de reacción de ácido acético con metanol, y acetaldehído y un yoduro más elevado (tal como yoduro de hexilo) como productos secundarios), y un componente de punto de ebullición más elevado o impureza con un punto de ebullición más elevado que tiene un punto de ebullición más elevado que el del ácido acético [por ejemplo, un componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), yoduro de litio como cocatalizador, ácido propiónico, si agua].

30 Con el fin de separar principalmente el componente de punto de ebullición más elevado (tal como el componente de catalizador de metal) de la mezcla de reacción, parte de la mezcla de reacción se extrae continuamente del reactor 1 y se introduce o se alimenta en el aparato de evaporación instantánea (columna de destilación o columna de separación de catalizador) 2 a través de una línea de alimentación 11.

35 La cantidad de la mezcla de reacción a alimentar desde el reactor 1 al aparato de evaporación instantánea 2 no es constante y fluctúa (o varía) en el proceso continuó debido a la fluctuación de presión causada por el rociado de monóxido de carbono para que se va a alimentar a la fase líquida y otras. Por ejemplo, suponiendo que el caudal medio de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea 2 sea 100, el caudal (o velocidad de flujo, en lo sucesivo en el presente documento, lo mismo se aplica en el caudal) de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea 2 es de 98 a 102 en el funcionamiento del proceso. Como se describe a continuación, para un proceso cerrado, la fluctuación de la cantidad de alimentación influye en la etapa o etapas posteriores y es un factor que produce una fluctuación de la cantidad de alimentación del componente de punto de ebullición más bajo que se va a alimentar al decantador.

40 En el aparato de evaporación instantánea (columna de destilación instantánea) 2, de la mezcla de reacción, una corriente de punto de ebullición más elevado o componente de punto de ebullición más elevado o fase de producto volátil (2B) (que contiene principalmente el componente de catalizador de metal tal como el catalizador de rodio o yoduro de litio, y otros) y una corriente de punto de ebullición más bajo o componente de punto de ebullición más bajo (2A) (que contiene principalmente ácido acético que es un producto y también funciona como un disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, acetaldehído, y otros) se separan, y el componente de punto de ebullición más elevado (2B) se extrae de la parte inferior del aparato de evaporación instantánea a través de una

línea inferior 13 y se recircula al reactor 1, y el componente de punto de ebullición más bajo (2A) (corriente de ácido acético) se extrae de la parte superior de la columna o parte superior del aparato de evaporación instantánea 2 a través de una línea de alimentación 12 y se alimenta o introduce a la columna de separación (o columna de destilación) 3. De forma secundaria, el componente de punto de ebullición más elevado (2B) también contiene el catalizador de metal (el catalizador de rodio) y la sal de haluro (yoduro de litio), y en componentes adicionales que permanecen sin evaporación (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, y una traza de ácido acético). La proporción de volumen del componente de punto de ebullición más bajo (2A) a separar en el aparato de evaporación instantánea 2 es de un 20 a un 40 % en toda la mezcla de reacción.

Parte del componente de punto de ebullición más bajo (2A) se puede retirar mediante calor y recircular al reactor. En una realización de la Fig. 1, parte del componente de punto de ebullición más bajo vaporizado (2A) (por ejemplo, de un 10 a un 30 % en volumen) se alimenta a un recipiente de almacenamiento (tanque de mantenimiento) y/o intercambiador de calor 9 a través de una línea 12a y se condensa mediante eliminación de calor, y se recircula al reactor 1 a través de una línea 12b. De este modo, la eliminación de calor de parte del componente de punto de ebullición más bajo (2A) y la circulación del componente al reactor permite un aparato tal como una columna de destilación (por ejemplo, una columna de separación) para su reducción de tamaño (o miniaturizado) incluso para una planta de tamaño grande. De ese modo el ácido acético se puede producir con una pureza elevada y un rendimiento elevado en un equipo de ahorro de recursos y ahorro de energía.

La cantidad (cantidad de alimentación) del componente de punto de ebullición más bajo (2A) a alimentar desde el aparato de evaporación instantánea 2 a la columna de separación 3 también fluctúa en el proceso continuo con la fluctuación de la cantidad (cantidad de alimentación) de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea 2. Por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de separación 3 sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de separación 3 es de 98 a 102 en el funcionamiento del proceso.

En la columna de separación 3, normalmente, un componente de punto de ebullición más bajo (o fracción superior) (3A) (que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, ácido acético, y otros) se separa de la parte superior de la columna o parte superior de la columna a través de una línea de extracción 14, y una corriente de punto de ebullición más elevado o componente de punto de ebullición más elevado (3C) (un componente que contiene ácido acético, agua, ácido propiónico, y otros) se separa (o se retira) de la parte inferior o de la parte más baja de la columna a través de una línea inferior 16. El componente de punto de ebullición más elevado separado (3C) se puede descargar a través de una línea 16, o se puede recircular parcial o totalmente al reactor 1 a través de una línea 40. Una corriente lateral o corriente de fase de ácido acético (3B) (corriente de ácido acético) que contiene principalmente ácido acético se recoge desde la columna de separación 3 a través de una línea de alimentación 15 mediante corte lateral. De forma secundaria, la corriente (3B) que contiene ácido acético recogido mediante el corte lateral normalmente se puede alimentar a otra columna de destilación (no se muestra) a través de la línea 15 y a continuación se puede destilar para purificación (no se muestra). La proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a separar en la columna de separación 3 es de aproximadamente un 35 a un 50 % en peso en el componente de punto de ebullición más bajo total (2A). Como se describe a continuación, cuando un líquido de proceso de la etapa o etapas posteriores se circula o se recircula a la columna de separación 3, la cantidad total del componente a alimentar desde el aparato de evaporación instantánea 2 y el componente a recircular desde la etapa o etapas posteriores se somete a destilación en la columna de separación 3 para separar el componente de punto de ebullición más bajo (3A).

La cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a alimentar desde la columna de separación 3 al decantador 4 se ve afectada por la fluctuación de la cantidad de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea 2 y la fluctuación de la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (2A) a alimentar desde el aparato de evaporación instantánea 2 a la columna de separación 3, tuvo en el proceso continuo. Por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4 sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4 es de 90 a 110 en el funcionamiento del proceso (es decir, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) fluctúa dentro del intervalo de un 0 a  $\pm 10$  % en volumen). El componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta al decantador 4 con una fluctuación relativamente grande de ese tipo.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) separado a través de la línea 14 se condensa mediante enfriamiento, se alimenta continuamente al decantador (recipiente de almacenamiento) 4, y se mantiene temporalmente (se almacena) en el decantador 4. Dentro del decantador 4, el componente de punto de ebullición más bajo condensado (fracción condensada) (3A) en ocasiones se separa en una fase superior que contiene agua (capa de agua o fase acuosa) y una fase más baja (capa orgánica o fase orgánica). Cuando el componente (3A) se separa, acetaldehído y yoduro de metilo están contenidos en ambas fases. Una cantidad más grande de acetaldehído está contenida en la fase superior (fase acuosa) en comparación con la fase inferior en muchos casos. En el componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4, la proporción de volumen de la fase superior (o componente de la fase superior) con respecto a la fase inferior (o componente de la

fase inferior) [el primero/el último] es, por ejemplo, de 0,5/1 a 1,5/1 (por ejemplo, de 0,7/1 a 1,3/1). La fluctuación de la cantidad de alimentación en la fase superior y en la fase inferior está dentro del mismo intervalo que se ha mencionado anteriormente.

5 El componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) mantenido en el decantador 4 se alimenta a la columna de destilación de acetaldehído 6 a través de una línea de alimentación 17 y/o una línea de alimentación 18. En la realización de la Fig. 1, el almacenamiento (o el nivel de líquido) del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a mantener en el decantador 4 se limita de forma significativa a partir de la fluctuación de la parte de recirculación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) al sistema de reacción u otros a través de una línea 17a (sub-línea 17a) ramificada desde la línea 17 o una línea 18a (sub-línea 18a) ramificada desde la línea 18 basándose en la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) que se va a alimentar al decantador 4.

15 Es decir, la cantidad de componente de punto de ebullición más bajo (3A) a alimentar continuamente al decantador 4 (por ejemplo, la cantidad a alimentar por unidad de tiempo) no es constante en la reacción continua, y como se ha descrito anteriormente, la cantidad fluctúa a través de la reacción de carbonilación, la destilación instantánea, y el recirculación del yoduro de metilo (por ejemplo, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a alimentar por unidad de tiempo aumenta o disminuye). Por consiguiente, la alimentación directa del componente de punto de ebullición más bajo (3A) al decantador 4 produce una puntuación grande del nivel de líquido del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) condensado y almacenado en el decantador 4, y el funcionamiento del proceso en ocasiones se ve impedida dependiendo del alcance de la fluctuación. Con el fin de facilitar(o reducir) la fluctuación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede alimentar desde el decantador 4 a la columna de destilación de acetaldehído 6 a un caudal suficiente para facilitar la fluctuación del caudal. Sin embargo, tal alimentación produce un proceso insuficiente en la columna de destilación de aldehído 6.

30 A continuación, en la realización de la Fig. 1, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a mantener en el decantador 4 se ajusta o se controla recirculando parte del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) al reactor 1 y/o la columna de separación 3 como se muestra en la realización de la Fig. 1, sin alimentación desde el decantador 4 a la columna de destilación 6 basándose en la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3<sup>a</sup>) que se va a alimentar al decantador 4.

35 De forma específica, en la realización de la Fig. 1, el componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) se descarga desde la fase superior y la fase inferior en el decantador 4 a través de la línea 17 y la línea 18, respectivamente. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a descargar desde el decantador 4 se regula de modo que cada uno de los niveles del líquido de la fase superior y la fase inferior puede ser constante (o casi constante) incluso bajo la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4. Es decir, el decantador 4 se proporciona con sensores de nivel de líquido para detectar la fluctuación del nivel de líquido (no se muestra), y uno de los sensores detecta la fluctuación del nivel de líquido de la fase superior y el otro detecta la de la fase inferior. La cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a descargar desde la fase superior y la fase inferior en el decantador 4 se regula basándose en la información del nivel de líquido detectado por los sensores de modo que los niveles del líquido determinado previamente de estas fases se pueden mantener. De forma más específica, basándose en la información obtenida por los sensores del nivel de líquido u otra información, cuando el caudal que se va a alimentar al decantador es grande, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a descargar, aumenta para evitar que el nivel de líquido aumente; cuando el caudal que se va a alimentar al decantador es pequeño, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) a descargar disminuye. De este modo, el nivel de líquido del componente de punto de ebullición más bajo (fracción condensada) (3A) en el decantador 4 (el nivel de líquido de la fase superior y el de la fase inferior) se mantiene constante o casi constante ajustando (controlando) el caudal en el funcionamiento del proceso [por ejemplo, con respecto a cada una de la fase superior y la fase inferior, suponiendo que el nivel de líquido medio sea 100, el nivel de líquido se regula (o se ajusta) de 99 a 101 en el funcionamiento del proceso, es decir, la fluctuación del nivel de líquido se ajusta como máximo a un 1 % en todo el proceso].

55 Además, una parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargada a través de la línea 17 y la línea 18 se alimenta a una línea 19 a través de la línea 17b y la línea 18b. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se ajusta (se controla) para que se mantenga constante o casi constante ajustando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular a través de la línea 17a y/o la línea 18a. Es decir, en la realización de la Fig. 1, como se ha descrito anteriormente, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargada desde cada una de la fase superior y la fase inferior en el decantador 4 actúa de modo que el nivel de líquido en el decantador 4 puede ser constante o casi constante. Cambiando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular a través de la línea 17a y/o la línea 18a como respuesta a la fluctuación, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se regula para evitar (o casi evitar) la fluctuación [por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 sea 100 en

términos de volumen de líquido, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se regula (o se ajusta) de 98 a 102 en el funcionamiento del proceso, es decir, la fluctuación del caudal se ajusta como máximo a un 2 % en todo el proceso]. De forma secundaria, en la realización de la Fig. 1, la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se debe controlar principalmente ajustando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular, y además se puede controlar adicionalmente regulando el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4.

Es suficiente que el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se regule ajustando el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular a la línea 17a y/o la línea 18a. Siempre y cuando no se produzca una fluctuación grande del caudal que se va a alimentar a la línea 19, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular a la línea 17a o a la línea 18a se puede mantener constante (en otras palabras, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 17b o la línea 18b puede fluctuar).

Además, en la realización de la Fig. 1, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se descarga a través de la línea 17 y la línea 18. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se puede regular mediante la descarga del componente de punto de ebullición más bajo (3A) solamente a través de una de las líneas 17 y 18 y con circulación de parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A). Además, sin hacer referencia a la fase superior y la fase inferior, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede alimentar o descargar a través de una sola línea.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 17a se puede alimentar a una línea 30 a través de una línea 17a1 y circular a la columna de separación 3, se puede alimentar a una línea 40 a través de una línea 17a2 y se puede recircular (o devolver) al reactor 1, o se puede recircular a través de ambas líneas 17a1 y 17a2. Además, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 18a se alimenta a línea 40 y se recircula al reactor 1.

Dado que la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 se inhibe de forma significativa como se ha descrito anteriormente, el componente de punto de ebullición (3A) se puede alimentar directamente a la columna de destilación 6. En la realización de la Fig. 1, con el fin de facilitar (o reducir) adicionalmente la fluctuación del caudal, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta a la columna de destilación 6 a través de un recipiente de almacenamiento (tanque de tampón) 5 que tiene una función de tamponamiento. Es decir, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 se alimenta al tanque de tampón 5 y a continuación se alimenta a la columna de destilación 6 a través de una línea 20. Manteniendo temporalmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el tanque de tampón 5 de ese modo, incluso cuando la cantidad a alimentar desde el tanque de tampón 5 a la línea 20 se mantiene constante (o casi constante), la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 en el tanque de tampón 5 se puede facilitar (o reducir) de manera eficaz.

Con el fin de que el tanque de tampón 5 pueda mostrar la función de facilitar suficientemente la fluctuación del caudal, es importante que el tanque de tampón 5 tenga una capacidad suficiente como para mantener el componente de punto de ebullición más bajo (3A) y para facilitar adicionalmente la fluctuación del caudal. La capacidad depende del alcance de la fluctuación del caudal y generalmente se puede representar en asociación con el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el tanque de tampón 5. La capacidad del tanque de tampón al caudal se puede ajustar generalmente de modo que el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) pueda no ser menos de 1 minuto (por ejemplo, preferentemente no menos de 3 minutos, y más preferentemente no menos de 6 minutos). Es preferente que el tanque de tampón 5 pueda mantener el componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el tiempo que se ha mencionado anteriormente. Como se ha descrito anteriormente, en el caso en el que la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 17 se suprima de antemano recirculando el componente de punto de ebullición más bajo (3A) o manteniendo el tiempo de retención suficiente en el decantador como se describe a continuación, incluso un tanque de tampón que tiene un tiempo de retención más corto que el intervalo que se ha mencionado anteriormente es capaz de funcionar de forma estable. El tiempo de retención (tiempo de retención general) se puede calcular a partir del caudal (o velocidad de flujo) y la capacidad del tanque de tampón. Por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a el tanque de tampón 5 sea  $A \text{ m}^3/\text{hora}$  y la cantidad de almacenamiento media del componente de punto de ebullición más bajo a mantener en el tanque de tampón 5 sea  $B \text{ m}^3$ , el tiempo de retención se puede calcular como  $(B/A)$  horas.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la columna de destilación 6 se separa en una corriente de punto de ebullición más bajo o componente de punto de ebullición más bajo (o una segunda fracción superior) (4A) y una corriente de punto de ebullición más elevado o componente de punto de ebullición más elevado (4B) en la columna de destilación 6; en la que la corriente del punto de ebullición más bajo (4A) contiene una traza de yoduro de metilo, monóxido de carbono, hidrógeno, y otros además de acetaldehído, y la corriente de punto de

ebullición más elevado (4B) contiene acetato de metilo, agua, ácido acético y otros.

El componente de punto de ebullición más bajo (4A) separado se alimenta desde la parte superior de la columna o parte más elevada a un aparato de extracción de acetaldehído (columna de extracción de agua) 8 a través de una línea (línea de descarga) 21, y el acetaldehído se extrae desde el componente de punto de ebullición más bajo (4A) usando agua. El acetaldehído extraído (solución acuosa de aldehído) se descarga a través de una línea 21b. De forma secundaria, parte del componente de punto de ebullición más bajo (4A) se puede devolver a la columna de destilación 6 a través de una línea 21a. Además, la fracción refinada que contiene una traza de yoduro de metilo, y otros se puede eliminar por descarga del sistema. En la realización de la Fig. 1, la fracción refinada descargada a través de una línea 24 se alimenta a la columna de destilación 6 a través de una línea 24a, y/o se alimenta a una línea 40 a través de una línea 24b para su recirculación al reactor 1. De este modo, la destilación o recirculación de la fracción refinada puede mejorar adicionalmente un porcentaje de recuperación de yoduro de metilo.

Además, el componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado se alimenta con un residuo líquido (fracción inferior o fracción de la parte inferior de la columna) a través de una línea 22 a una línea 40, que conduce al reactor 1 o a la columna de separación 3. De ese modo, el componente útil que contiene yoduro de metilo se circula (recircula) al sistema de reacción y otros. El componente de punto de ebullición más elevado (4B) se puede alimentar directamente a la línea 40 a través de la línea 22. En la realización de la Fig. 1, el componente de punto de ebullición más elevado (4B) se alimenta al tanque de tampón 7 y a continuación a la línea 40 a través de una línea 23. Es decir, aunque, la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) que se va a alimentar a través de la línea 22 se inhibe con el caudal altamente controlado del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 como se ha descrito anteriormente, el recirculación de la fracción refinada después de la extracción de acetaldehído que se ha mencionado anteriormente, y otros factores en ocasiones produce la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B). Sin embargo, incluso si el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) actúa, la retención temporal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) que se va a alimentar a través de la línea 22 en el tanque de tampón 7 permite que se facilite la fluctuación en el tanque de tampón 7. De ese modo el componente de punto de ebullición más elevado (4B) se puede alimentar a la línea 40 la vez que se mantiene el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) que se va a alimentar a la línea 23 constante (o casi constante). Por lo tanto, la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) a recircular se puede inhibir (por reducir).

El componente de punto de ebullición más elevado (4B) alimentado a la línea 40 se puede recircular parcial o totalmente a la columna de separación 3 a través de una línea 40a. El componente de punto de ebullición más elevado (4B) alimentado a la línea 40a se puede alimentar parcial o totalmente a la columna de destilación 6 a través de una línea 40a1 siempre y cuando se pueda asegurar el funcionamiento estable de la columna de destilación 6.

La Fig. 2 es un diagrama para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de acuerdo con además otra realización de la presente invención. El proceso (o aparato) de la Fig. 2 es el mismo que el de la Fig. 1 excepto porque se usa un decantador 4A que tiene una función de tamponamiento en lugar del decantador 4 en la Fig. 1 y porque el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta directamente a la columna de destilación 6 a través de la línea 17.

Es decir, como la realización de la Fig. 1, normalmente, el decantador no puede facilitar totalmente la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a alimentar desde la columna de separación 3. Por el contrario, en una realización de la Fig. 2, se usa el decantador 4A que tiene una capacidad lo suficientemente grande como para facilitar (reducir) la fluctuación del caudal, y el caudal a descargar a la línea 17 Se pone mantener constante casi constante facilitando la fluctuación del caudal dentro del decantador 4A (por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a través de la línea 14 sea 100 en términos de volumen de líquido, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar o que se va a alimentar a la línea 17 en el funcionamiento del proceso se puede regular (o ajustar) de 98,5 a 101,5, es decir, la fluctuación del caudal se puede ajustar como máximo a un 1,5 %) en el funcionamiento del proceso.

De forma específica, en la realización de la Fig. 2, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde la línea 17 (y la línea 18) se mantiene constante o casi constante, mientras que en la realización de la Fig. 1, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde la línea 17 (y la línea 18) cambia. Cuando the caudal se mantiene constante, normalmente el proceso no puede funcionar de manera estable. Sin embargo, el uso del decantador 4A que tiene una capacidad suficiente permite un funcionamiento estable del proceso por la siguiente razón: la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener dentro del decantador 4A ruptura debido a la fluctuación del caudal mientras que el decantador 4A tiene una capacidad suficiente como para facilitar la fluctuación. En esta realización, al igual que en la realización de la Fig. 2, la capacidad del decantador 4A es importante. El proceso se puede realizar de forma estable en muchos casos ajustando el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) dentro del decantador 4A en el mismo intervalo como se ha descrito anteriormente (por ejemplo, no menos de 1 minuto, preferentemente no

menos de 3 minutos, y más preferentemente no menos de 6 minutos).

En la realización de la Fig. 2, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta como la fase superior a la columna de destilación 6 a través de la línea 17. El componente de punto de ebullición más bajo (3A) Se puede alimentar como la fase inferior a través de la línea 18 como se muestra en la realización de la Fig. 1, o se puede alimentar tanto a través de la línea 17 como de la línea 18. Además, sin referencia a la fase superior y a la fase inferior, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede alimentar a través de una sola línea.

(Etapa de reacción)

En la etapa de reacción (sistema de reacción de carbonilación), el metanol se carbonila con monóxido de carbono en presencia del sistema catalizador. De forma secundaria, el metanol recién preparado se puede alimentar al sistema de reacción directa o indirectamente, o el metanol y/o un derivado del mismo extraído a partir de diversas etapas de extracción se puede recircular y alimentar al sistema de reacción.

El sistema catalizador normalmente comprende un catalizador de metal, un cocatalizador, y un acelerador, los Ejemplos del catalizador de metal pueden incluir un catalizador de metal de transición, en particular, un catalizador de metal que contiene el grupo 8 de los metales de la Tabla Periódica (por ejemplo, un catalizador de cobalto, un catalizador de rodio, y un catalizador de iridio). El catalizador puede ser un metal elemental o se puede usar en forma de un óxido metálico (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido metálico, un haluro metálico (por ejemplo, un cloruro, un bromuro, y un yoduro), un carboxilato de metal (por ejemplo, un acetato), una sal de de un ácido inorgánico (por ejemplo, un sulfato, un nitrato, y un fosfato), un complejo metálico y otros. Estos catalizadores de metal se pueden usar solos o en combinación. El catalizador de metal preferente incluye un catalizador de rodio y con catalizador de iridio (en particular, un catalizador de rodio).

Además, es preferente usar el catalizador de metal en la forma que se puede disolver en medio de reacción líquido. De forma secundaria, dado que el rodio normalmente existe como un complejo en el medio de reacción líquido, la forma del catalizador de rodio no se limita en particular a uno específico siempre y cuando el catalizador pueda cambiar en un complejo en el medio de reacción líquido, y se pueda usar de diversas formas. Como tal un catalizador de rodio, un complejo de yoduro de rodio [por ejemplo,  $RhI_3$ ,  $[RhI_2(CO)_4]^-$ , y  $[Rh(CO)_2I_2]^-$ ], un complejo de rodio y carbonilo, o similares es particularmente precedente. Además, el catalizador se puede estabilizar en el medio de reacción líquido mediante la adición de una sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro) y/o agua.

La concentración del catalizador de metal es, por ejemplo, de 10 a 5000 ppm (basándose en el peso, lo mismo se aplica en lo sucesivo en el presente documento), preferentemente de 100 a 4000 ppm, más preferentemente de 200 a 3000 ppm, y en particular de 300 a 2000 ppm (por ejemplo, de 500 a 1500 ppm) en toda la fase líquida en el reactor.

Como cocatalizador o el acelerador contenido en el sistema catalizador, se usa una sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro). La sal de yoduro se añade con el fin de estabilizar el catalizador de rodio inhibir reacciones laterales, en particular, en el contenido bajo de agua. La sal de yoduro no se limita en particular a una específica siempre y cuando la sal de yoduro produzca un ion yoduro en el medio de reacción líquido. La sal de yoduro puede incluir, por ejemplo, un haluro metálico [por ejemplo, un yoduro metálico tal como yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio, yoduro de sodio, yoduro potásico, yoduro de rubidio, y yoduro de cesio), un yoduro de metal alcalinotérreo (por ejemplo, yoduro de berilio, yoduro de magnesio, y yoduro de calcio), o un yoduro del grupo 3B de los metales de la Tabla Periódica (por ejemplo, yoduro de boro y yoduro de aluminio), que corresponde a compuestos de bromuro o cloruro], un haluro orgánico [por ejemplo, una yoduro orgánico tal como una sal de fosfonio de un yoduro (un yoduro de fosfonio) (por ejemplo, una sal con tributilfosfina y trifetilfosfina) o una sal de amonio de un yoduro (un yoduro de amonio) (por ejemplo, una sal de amina terciaria, compuesto de piridina, un compuesto de imidazol, un compuesto de imida, o similares con un yoduro), que corresponde a compuestos de bromuro o cloruro]. De forma secundaria, el yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio) También funciona como un estabilizante para el catalizador de carbonilación (por ejemplo, un catalizador de rodio). Estas sales de haluro se pueden usar solas o en combinación. Entre estas sales de haluro, es preferente un yoduro de metal alcalino (tal como yoduro de litio).

En el sistema de reacción (mezcla de reacción líquida) en el reactor, la concentración de la sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro) es, por ejemplo, de un 1 a un 25 % en peso, preferentemente de un 2 a un 22 % en peso, y más preferentemente de un 3 a un 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 0,07 a 2,5 mol/litro y preferentemente de 0,25 a 1,5 mol/litro.

Como acelerador contenido en el sistema catalizador, se usa un yoduro de alquilo (por ejemplo, un yoduro de alquilo  $C_{1-4}$  tal como yoduro de metilo, yoduro de etilo, o yoduro de propilo), en particular yoduro de metilo. Dado que la reacción se promueve a concentraciones más elevadas del acelerador, una concentración particularmente ventajosa se puede seleccionar adecuadamente teniendo en cuenta la recuperación del acelerador, el tamaño de la planta de una etapa para la circulación del acelerador recuperado al reactor, la cantidad de energía necesaria para la

recuperación o circulación y otros. En el sistema de reacción, la concentración del yoduro de alquilo (en particular yoduro de metilo) es, por ejemplo, de un 1 a un 20 % en peso, preferentemente de un 5 a un 20 % en peso, y más preferentemente de un 6 a un 16 % en peso (por ejemplo, de un 8 a un 14 % en peso) en toda la fase líquida en el reactor.

5 La reacción es una reacción continua, y el medio de reacción líquido en contiene acetato de metilo. La proporción de acetato de metilo puede ser de un 0,1 a un 30 % en peso, preferentemente de un 0,3 a un 20 % en peso, y más preferentemente de un 0,5 a un 10 % en peso (por ejemplo, de un 0,5 a un 6 % en peso) en todo el medio de reacción líquido.

10 El monóxido de carbono que se va a alimentar a al sistema de reacción se puede usar como un gas puro o se puede usar como un gas diluido con un gas inactivo (por ejemplo, nitrógeno, helio, y dióxido de carbono). Además, el componente o componentes de gas de escape que contiene monóxido de carbono obtenido a partir de la etapa o etapas posteriores se puede reciclar al sistema de reacción. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser por ejemplo de 203 a 3040 MPa (de 2 a 30 atmósferas) y preferentemente de 406 a 1520 MPa (de 4 a 15 atmósferas).

20 En la reacción de carbonilación, se forma (o se genera) hidrógeno mediante una reacción de desplazamiento entre monóxido de carbono y agua. El hidrógeno se puede alimentar al sistema de reacción. El hidrógeno se puede alimentar como un gas mixto con monóxido de carbono como un material de partida al sistema de reacción. Además, El hidrógeno se puede alimentar al sistema de reacción de circulando el componente o componentes gaseosos (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono, y otros) que escapan de la etapa o etapas de destilación posteriores (columna de destilación), si fuera necesario después de purificar de manera adecuada el componente o componentes gaseosos. La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser por ejemplo de 0,5 a 250 kPa, preferentemente de 1 a 200 kPa, y más preferentemente de 5 a 150 kPa (por ejemplo, de 10 a 100 kPa) en términos de presión absoluta.

30 La presión parcial de monóxido de carbono o presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción se puede ajustar, por ejemplo, ajustando de manera adecuadamente la cantidad del monóxido de carbono e hidrógeno alimentados y/o reciclados al sistema de reacción, la cantidad de sustancia sin procesar (por ejemplo, metanol) alimentadas al sistema de reacción, la temperatura de la reacción, la presión de la reacción y otros.

35 En la reacción de carbonilación, la temperatura de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 150 a 250 °C, preferentemente de 160 a 230 °C, y más preferentemente de 180 a 220 °C. Además, la presión de reacción (presión total del reactor), incluyendo presiones parciales de productos secundarios, puede ser, por ejemplo, de 1520 a 4053 MPa (de 15 a 40 atmósferas).

40 La reacción se puede realizar en presencia o ausencia de un disolvente. El disolvente de reacción no se limita a uno específico siempre y cuando la reactividad, o la eficacia de la separación o purificación o disminuya, y se puede usar una diversidad de disolventes. En los casos habituales, el ácido acético como un producto se puede usar en la práctica como un disolvente.

45 La concentración de agua en el sistema de reacción no se limita a una específica, y puede ser una concentración baja. La concentración de agua en el sistema de reacción es, por ejemplo, no superior a un 15 % en peso (por ejemplo, de un 0,1 a un 12 % en peso), preferentemente no superior a un 10 % en peso (por ejemplo, de un 0,1 a un 8 % en peso), y más preferentemente de un 0,1 a un 5 % en peso y normalmente puede ser de un 1 a un 15 % en peso (por ejemplo, de un 2 a un 10 % en peso) en toda la fase líquida del sistema de reacción. La solubilidad del monóxido de carbono en el líquido alimentado al aparato de evaporación instantánea disminuye realizando la reacción a la vez que se mantiene una concentración especificada de cada componente [en particular, una sal de yoduro (yoduro de litio) y agua] en el sistema de reacción, y la pérdida de monóxido de carbono se puede reducir.

55 En la reacción de carbonilación que se ha mencionado anteriormente, la producción de ácido acético va acompañada por la producción de un éster del producto ácido acético con metanol (acetato de metilo), agua generada con la reacción de esterificación, adicionalmente acetaldehído, ácido propiónico y otros.

60 De forma secundaria, dado que el acetaldehído se separa mediante la etapa de separación de acetaldehído que se menciona a continuación, la concentración de acetaldehído en el reactor se mantiene retenida y es relativamente baja a pesar de la reacción continua. Por ejemplo, la concentración de acetaldehído en el reactor (o Sistema de reacción) puede no ser superior a 1000 ppm (por ejemplo, 0 o límite de detección a 700 ppm) y preferentemente no superior a 400 ppm (por ejemplo, de 5 a 300 ppm) en la fase líquida en el reactor en el funcionamiento del proceso.

65 Además, dentro del reactor, también se producen productos secundarios obtenidos a partir de acetaldehído (por ejemplo, crotonaldehído, que es una sustancia reductora, producida por condensación aldólica de acetaldehído; 2-etilcrotonaldehído producido por condensación aldólica de crotonaldehído hidrogenado y acetaldehído; y yoduro de hexilo producido a través de condensación aldólica de tres moléculas de acetaldehído, hidrogenación, e yodación). De acuerdo con la presente invención, dado que la fluctuación de la concentración de acetaldehído en el reactor

también se inhibe, la combinación de una inhibición de ese tipo y la baja concentración de acetaldehído que se ha mencionado anteriormente puede disminuir en forma significativa la formación de productos secundarios obtenidos a partir de acetaldehído. Es decir, estos productos secundarios a menudo se producen en proporción pa la segunda o tercera potencia de la concentración de acetaldehído, y la concentración y la fluctuación de acetaldehído inhibidas (o disminuidas) pueden inducir de manera eficaz la inhibición de la producción de producto secundario.

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

El componente de vapor se puede retirar hacia la parte superior del reactor con el fin de controlar la presión del reactor u otros, y el componente de vapor extraído se puede enfriar con un condensador, un intercambiador de calor u otro medio para retirar parte del calor de reacción. El componente de vapor enfriado se puede separar 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 se puede recircular al reactor.

(Etapa de evaporación instantánea)

En la etapa de destilación instantánea (aparato de evaporación instantánea), de la mezcla de reacción alimentada desde la etapa de reacción o el reactor al aparato de evaporación instantánea (evaporador o columna de destilación instantánea), un componente de punto de ebullición más elevado (2B) que contiene al menos un componente de catalizador punto de ebullición más elevado (un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de rodio y una sal de haluro) se separa como un líquido (componente), y un componente de punto de ebullición más bajo (2A) que contiene ácido acético y yoduro de metilo se separa como un vapor (componente).

Como se ha descrito anteriormente, la cantidad de alimentación de la mezcla de reacción al aparato de evaporación instantánea fluctúa. Con respecto al grado de la fluctuación, suponiendo que el caudal medio (en términos de volumen del líquido; lo mismo se aplica en otros a menos que se indique de otro modo) de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea sea 100, el caudal de la mezcla de reacción que se va a alimentar al aparato de evaporación instantánea es de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 97 a 103), y más preferentemente de 98 a 102 (por ejemplo, de 98,5 a 101,5) en el funcionamiento del proceso.

La separación (destilación instantánea) del componente de catalizador de metal se puede realizar mediante un método de separación convencional o un aparato de separación convencional, y normalmente se puede realizar con el uso de una columna de destilación instantánea. Además, el componente de catalizador de metal se puede separar por medio de destilación instantánea en combinación con un método de recogida de niebla o un método de recogida de sólido que se usa ampliamente en aplicación industrial.

En la etapa de evaporación instantánea, la mezcla de reacción se puede separar en el componente de vapor (o corriente vaporizada) y el componente líquido (o corriente de líquido) con o sin calentamiento. Por ejemplo, en evaporación instantánea adiabática, la mezcla de reacción se puede separar en el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con una presión reducida; en evaporación instantánea termostática, la mezcla de reacción se puede separar en el componente de vapor y el componente líquido con calentamiento ( y presión reducida). La mezcla de reacción se puede separar en el componente de vapor y el componente líquido por combinación de estas condiciones instantáneas. Estas etapas de destilación instantánea se pueden realizar, por ejemplo, a una temperatura de 80 a 200 °C a una presión (presión absoluta) de 50 a 1.000 kPa (por ejemplo, de 100 a 1.000 kPa), preferentemente de 100 a 500 kPa, y más preferentemente de 100 a 300 kPa.

La etapa de separación del catalizador puede estar formada por una sola etapa, o puede estar formada por una pluralidad de etapas en combinación. El componente de catalizador punto de ebullición más elevado (componente de catalizador de metal) separado con tal o tales etapas se puede recircular normalmente al sistema de reacción, como se muestra en la realización de la figura.

Además, parte del componente de punto de ebullición más bajo (2A) se puede recircular al reactor cual sistema de reacción, como se ha descrito anteriormente. El componente de punto de ebullición más bajo (2A) a recircular se puede eliminar con calor y condensar con un método adecuado (por ejemplo, un método que usa un intercambiador de calor o un condensador) para su recirculación al reactor. La proporción del componente de punto de ebullición más bajo (2A) a recircular puede ser por ejemplo de aproximadamente un 1 a un 50 % en volumen (por ejemplo, de un 5 a un 45 % en volumen), preferentemente de un 10 a un 40 % en volumen, y más preferentemente de un 10 a un 30 % en volumen.

El componente de punto de ebullición más bajo separado (2A) contiene ácido acético como producto, además de, yoduro de hidrógeno, un cocatalizador (tal como yoduro de metilo), acetato de metilo, agua, producto o productos

secundarios (por ejemplo, un aldehído tal como acetaldehído, y ácido propiónico) y otros, y se alimenta a una columna de destilación para recoger ácido acético. La proporción del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la etapa de recogida de ácido acético en toda la mezcla de reacción puede ser por ejemplo de un 5 a un 50 % en peso, preferentemente de un 8 a un 40 % en peso, y más preferentemente de 10 a un 35 % en peso (por ejemplo, de un 12 a un 30 % en peso).

(Etapa de recogida de ácido acético)

En la etapa de recogida de ácido acético, el componente de punto de ebullición más bajo (2A) se alimenta a la columna de destilación (columna de separación) y se separa en un componente de punto de ebullición más bajo (3A) que contiene yoduro de metilo y producto secundario acetaldehído y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético. De forma específica, en la columna de destilación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) (fracción superior) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, Y otros se separa como un vapor a partir del componente de punto de ebullición más bajo (2A) (corriente de ácido acético) alimentado desde el aparato de evaporación instantánea; y la corriente de líquido (3B) (corriente de corte lateral, corriente lateral) que contiene ácido acético se retira mediante el corte lateral. De forma secundaria, en la columna de destilación, se puede separar un componente de punto de ebullición más elevado (3C) que contiene ácido acético, agua, ácido propiónico, un componente de catalizador de metal arrastrado, la sal de haluro, y otros. El componente de punto de ebullición más elevado (3C) se puede eliminar (descargar) desde la parte inferior de la columna de destilación. Dado que el componente de punto de ebullición más elevado (3C) contiene un componente útil tal como el componente de catalizador de metal o ácido acético restantes sin haberse evaporado, el componente (3C) se puede recircular al reactor (o etapa de reacción), la etapa de evaporación instantánea (o columna de destilación), u otros, como la realización de la figura. De forma secundaria, antes de la recirculación, se puede eliminar el ácido propiónico, que deteriora la calidad del ácido acético como un producto final. La corriente de ácido acético (Solución de ácido acético sin procesar) normalmente se deshidrata en la siguiente columna de destilación y a continuación se introduce en una columna de purificación de ácido acético para separar los componentes de punto de ebullición más elevados y más bajos por destilación para dar el producto de ácido acético.

Además, como se describe a continuación, el componente de punto de ebullición más elevado (3C) a recircular se puede recircular al sistema de reacción u otros a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento.

Como se ha descrito anteriormente, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación también se ve afectado por la fluctuación de la cantidad alimentada desde el reactor y fluctúa. Con respecto al grado de la fluctuación, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación (2A) es de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 97 a 103), y más preferentemente de 98 a 102 (por ejemplo, de 98,5 a 101,5) en el funcionamiento del proceso.

En la columna de destilación (columna de separación), la posición de un puerto de alimentación para alimentar el componente de punto de ebullición más bajo (2A) no está limitado en particular a uno específico. Por ejemplo, la posición del puerto de alimentación puede estar en una parte superior, una parte media, o una parte inferior de la columna de destilación. Además, en la columna de destilación, el componente de punto de ebullición más bajo (2A) se puede alimentar a una posición superior o una posición inferior con respecto a un puente de corriente lateral para corte lateral de la corriente de ácido acético. Además, la posición del puerto de la corriente lateral para el corte lateral de la corriente de ácido acético puede estar en una parte superior, una parte media, o una parte inferior de la columna de destilación, y normalmente, la posición del puerto de la corriente lateral está preferentemente en una parte media o una parte inferior de la columna de destilación.

Como la columna de destilación, se puede usar una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno, y una columna de destilación instantánea. Normalmente se puede usar una columna de destilación tal con una columna de platos o una columna de relleno. De forma secundaria, el material de (o para formar) la columna de destilación no se limita a uno específico, y se puede usar un vidrio, un metal, una cerámica, u otros. En el uso, una columna de destilación fabricará a partir de un metal se usa de manera práctica.

La temperatura y presión de destilación en la columna de destilación se puede seleccionar adecuadamente dependiendo de la condición tal como la especie de la columna de destilación, o el objeto principal (diana) para La eliminación seleccionada entre el componente de punto de ebullición más bajo y el componente de punto de ebullición más elevado. Por ejemplo, en la columna de destilación, la temperatura interna de la columna (normalmente, la temperatura de la parte superior de la columna) se puede ajustar ajustando la presión interna de la columna, y puede ser, por ejemplo, de 20 a 180 °C, preferentemente de 50 a 150 °C, y más preferentemente de 100 a 140 °C.

Además, para la columna de platos, el número teórico de platos no está limitado en particular a uno específico, y,

dependiendo de la especie del componente a separar, es de 5 a 50, preferentemente de 7 a 35, y más preferentemente de 8 a 30. Además, con el fin de separar acetaldehído en gran medida (o con una precisión elevada) en la columna de destilación, el número teórico de platos puede ser de 10 a 80, preferentemente de 20 a 60, y más preferentemente de 25 a 50. Además, en la columna de destilación, la proporción de reflujo se puede seleccionar entre, por ejemplo, de 0,5 a 3.000, y preferentemente de 0,8 o a 2.000 dependiendo del número teórico de platos que se ha mencionado anteriormente, o se puede reducir aumentando el número teórico de platos.

El componente de punto de ebullición más bajo separado (3A) de forma práctica contiene yoduro de metilo, acetaldehído, y además acetato de metilo, agua, ácido acético y otros. La proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de condensación o decantador puede ser por ejemplo de un 5 a un 70 % en volumen, preferentemente de un 10 a un 65 % en volumen, y más preferentemente de un 12 a un 60 % en volumen (por ejemplo, de un 15 a un 50 % en volumen) en el componente de punto de ebullición más bajo (2A) total.

(Etapa de condensación y descarga)

En la etapa de condensación y descarga (que simplemente se puede denominar la etapa de condensación), el componente de punto de ebullición más bajo separado (o fracción condensada) (3A) se mantiene (o se almacena) temporalmente en el decantador (o recipiente de almacenamiento) a la vez que se condensa, y a continuación se descarga para someterse al menos a la etapa de separación de acetaldehído. Además, de acuerdo con la presente invención, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener (o la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar) en la etapa de condensación y descarga se regula (o se controla) en el funcionamiento del proceso basándose en la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador.

Es decir, como se ha descrito anteriormente, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador fluctúa ampliamente a través de una serie de etapas. En el proceso de la presente invención, la fluctuación es grande como sigue a continuación: suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (o fracción condensada) (3A) que se va a alimentar al decantador sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (o fracción condensada) (3A) que se va a alimentar al decantador sea de 80 a 120 (por ejemplo, de 85 a 115), preferentemente de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), y más preferentemente de 95 a 105, en el funcionamiento del proceso. De acuerdo con la presente invención, con el fin de facilitar la fluctuación del caudal, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador se ajusta.

El método para ajustar (o controlar) la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener es un método en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se descarga de modo que la fluctuación de la cantidad o nivel de líquido del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador se reduce (por ejemplo, un método que se muestra en la Fig. 1). Además, un decantador que tiene una función de tamponamiento se puede usar como el decantador para facilitar la fluctuación de la cantidad de alimentación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador (por ejemplo, un método que se muestra en la Fig. 2).

De acuerdo con la presente invención, la cantidad de descarga del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se ajusta con el fin de que corresponda a la fluctuación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador. En este método, por ejemplo, suponiendo que el nivel de líquido medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener al decantador sea 100, el nivel de líquido del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador se puede ajustar de 80 a 120 (por ejemplo, de 85 a 115), preferentemente de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), y más preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 98 a 102) en el funcionamiento del proceso (o la cantidad de descarga del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede ajustar). Además, en el caso en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener al decantador tenga las fases separadas (o se separe en dos capas (o dos fases)), suponiendo que el nivel de superficie de contacto medio sea 100, el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener al decantador (por ejemplo, el nivel de líquido de la fase inferior) se puede ajustar de 80 a 120 (por ejemplo, de 85 a 115), preferentemente de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), y más preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 98 a 102) en el funcionamiento del proceso (o la cantidad de descarga del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede ajustar).

Además, de acuerdo con la presente invención, suponiendo que la cantidad media del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener al decantador sea 100 basándose en el volumen de líquido, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener al decantador se puede ajustar para que sea constante o casi constante o esencialmente constante [por ejemplo, de 80 a 120 (por ejemplo, de 85 a 115), preferentemente de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), y más preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 98 a 102)] en el funcionamiento del proceso.

En el proceso de la presente invención, el nivel de líquidos se puede ajustar usando el sensor (sensor del nivel de líquido) que se ha mencionado anteriormente u otro medio o se puede ajustar equipando el decantador con un medio adecuado para descargar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) cuando el nivel de líquido alcanza un nivel de líquido determinado previamente.

5 Cuando se usa un decantador que tiene una función de tamponamiento, es suficiente que el decantador que tiene una función de tamponamiento tenga una capacidad suficiente para facilitar la fluctuación de la cantidad de alimentación del componente de punto de ebullición más bajo (3A). El decantador se puede seleccionar generalmente basándose en, como un índice, el intervalo suficiente para que se mantenga en el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador, por ejemplo, el tiempo de retención (o tiempo de retención medio) de no menos de 1 minuto [por ejemplo, no menos de 2 minutos (por ejemplo, de 2,5 minutos a 3 horas), preferentemente no inferior a 3 minutos [por ejemplo, no menos de 4 minutos (por ejemplo, de 5 a 60 minutos)), más preferentemente no menos de 6 minutos (por ejemplo, de 8 a 50 minutos), y en particular no menos de 12 minutos (por ejemplo, de 15 a 40 minutos)]. Allí se inició incluso cuando la cantidad de alimentación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) fluctúa, el uso del decantador que asegura el tiempo de retención suficiente puede facilitar la fluctuación dentro del decantador, que permite el funcionamiento estable del proceso. Como se describe a continuación, en el caso en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separe en una fase superior de una fase inferior, es suficiente que el tiempo de retención de toda la fase se encuentre en el intervalo que se ha mencionado anteriormente. Además, no se necesita que el tiempo de retención de la fase superior sea necesariamente el mismo que el tiempo de retención de la fase inferior. El tiempo de retención de una de estas fases se puede alargar (o acortar).

En el proceso de la presente invención, el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador no se limita en particular a uno específico, y puede ser por ejemplo no inferior a 5 segundos (por ejemplo, no inferior a 10 segundos), preferentemente no inferior a 15 segundos (por ejemplo, no inferior a 20 segundos), y más preferentemente no inferior a 30 segundos. Además, un decantador que tiene una función de tamponamiento se puede usar para mantener el tiempo de reacción suficiente.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) en ocasiones se separa en la fase superior y en la fase inferior en el decantador, como se ha descrito anteriormente. En este caso, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede descargar desde cualquiera de la fase superior o la fase inferior o de las fases tanto superior como inferior. En el componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador, la proporción de volumen de la fase superior con respecto a la fase inferior se puede seleccionar entre el intervalo de 0,2/1 a 5/1 (por ejemplo, de 0,3/1 a 3/1) como una proporción de la primera/la última, y puede ser por ejemplo de 0,5/1 a 1,5/1, preferentemente de 0,6/1 a 1,4/1, y más preferentemente de 0,7/1 a 1,3/1 como una proporción de la primera abarca la última. En la fase superior y la fase inferior, la fluctuación de la cantidad de alimentación está en el mismo intervalo tal como se ha descrito anteriormente. Además, cuando el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separa en la fase superior y la fase inferior, es suficiente para reducir la fluctuación del nivel de líquido (o la cantidad de mantenimiento) como un conjunto siempre y cuando entre dentro del intervalo que se ha mencionado anteriormente. La fluctuación del nivel de líquido (o la cantidad de mantenimiento) de cada una de ambas capas se puede reducir siempre y cuando entre dentro del intervalo que se ha mencionado anteriormente. Por ejemplo, como la realización de la Fig. 1 que se ha descrito anteriormente, el nivel de fluctuación del líquido tanto de la fase superior como de la fase inferior se puede reducir cambiando el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde cada una de la fase superior y la fase inferior como respuesta a la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador se alimenta a la columna de destilación de acetaldehído. Cuando el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta directamente sin ajustar el caudal, la separación de acetaldehído estabilizado en ocasiones se inhibe bajo la influencia de la fluctuación de la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador. Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación además de la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador se debe ajustar.

De forma específica, suponiendo que el caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta (es decir, esencialmente se estabiliza) con el fin de que sea constante o casi constante [es decir, de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), preferentemente de 95 a 105 (por ejemplo, de 97 a 103), más preferentemente de 98 a 102, y en particular de 98,5 a 101,5] en el funcionamiento del proceso.

El método para ajustar o controlar la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación incluye, (a) un método para circulación de parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador a una etapa diferente de la etapa de separación y recirculación (en particular, al menos el reactor o etapa de reacción) (por ejemplo, la realización que se muestra en la Fig. 1), y puede incluir adicionalmente (b) un método para alimentar la etapa de separación y

recirculación con el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento (por ejemplo, la realización que se muestra en la Fig. 1), y/o (c) un método para ajustar la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador para que se mantenga constante (o casi constante) (por ejemplo, la realización que se muestra en la Fig. 2).

Para el método (a), parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado se recircula como respuesta a la fluctuación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador sin someterlo a la etapa de separación y recirculación, y de ese modo la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se puede ajustar con el fin de que sea constante o casi constante. De forma específica, en el caso en el que la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador fluctúa, la fluctuación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se puede reducir a un nivel elevado cambiando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular. La etapa (o aparato) para recirculación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) no se limita en particular a uno específico siempre y cuando la etapa (o aparato) no sea una etapa de separación y recirculación (o columna de separación de acetaldehído). La etapa (o aparato) para recirculación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) es el reactor (o etapa de reacción)y/o la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación). El componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede recircular a una pluralidad de etapas. En particular, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede recircular al menos a la etapa de reacción.

En el método (a), la cantidad a circular se puede seleccionar dependiendo del rendimiento de la columna de separación de acetaldehído, el grado de la fluctuación del componente de punto de ebullición más bajo (3A), u otros. Por ejemplo, la cantidad a circular puede ser no inferior a un 2 % (por ejemplo, de un 3 a un 99 %), preferentemente no inferior a un 5 % (por ejemplo, de un 7 a un 95 %), más preferentemente no inferior a un 10 % (por ejemplo, de un 12 a un 90 %) , y en particular no inferior a un 20 % (por ejemplo, de un 20 a un 90 %) el caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador. En particular, la circulación de una cantidad relativamente grande [por ejemplo, no inferior a un 40 % (por ejemplo, de un 40 a un 90 %), preferentemente de aproximadamente un 50 a un 90 % (por ejemplo, de un 55 a un 85 %), más preferentemente de un 60 a un 80 %, y normalmente de un 55 a un 90 % (por ejemplo, de un 65 a un 85 %) del caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador] del componente de punto de ebullición más bajo (3A) consigue de forma eficaz tanto el funcionamiento estable del proceso, la eliminación de acetaldehído.

La proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) (o el caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A)) a recircular al sistema de reacción (o etapa de reacción o reactor) en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total a circular puede ser de un 5 a un 100 % en volumen, preferentemente de un 10 a un 90 % en volumen, más preferentemente de un 15 a un 80 % en volumen, y en particular de un 20 a un 75 % en volumen (por ejemplo, de un 25 a un 70 % en volumen). Además, en el caso en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se circule al reactor y la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación), la proporción (proporción de volumen) del componente (3A) a circular al reactor con respecto al que se va a circular a la etapa de recogida de ácido acético puede ser de 95/5 a 5/95 (por ejemplo, de 90/10 a 10/90), preferentemente de 85/15 a 15/85 (por ejemplo, de 80/20 a 20/80), más preferentemente de 75/25 a 25/75 (por ejemplo, de 70/30 a 30/70), y en particular de 65/35 a 35/65 (por ejemplo, de 60/40 a 40/60) como una proporción de lo anterior/lo posterior. Además, la proporción (proporción de volumen) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) (o el caudal medio del mismo) a circular al reactor con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) (o el caudal medio del mismo) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación puede ser de 95/5 a 10/90 (por ejemplo, de 90/10 a 15/85), preferentemente de 85/15 a 20/80 (por ejemplo, de 80/20 a 25/75), más preferentemente de 75/25 a 35/65 (por ejemplo, de 70/30 a 40/60), y en particular de 70/30 a 45/55 (por ejemplo, de 65/35 a 50/50) como una proporción de lo anterior/lo posterior.

En el caso en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separa en una fase superior y una fase inferior dentro del decantador, cualquiera de la fase superior (parte de toda la fase superior) o la fase inferior (parte de toda la fase inferior) se puede recircular. En particular, ambas fases se pueden recircular al sistema de reacción. Cuando ambas fases se recirculan, la proporción de volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior a recircular con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior a recircular puede ser de 99/1 a 1/99, preferentemente de 95/5 a 5/95, y más preferentemente de 90/10 a 10/90 como una proporción de lo anterior/ lo posterior. Además, para recircular parte de la fase superior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a recircular en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total de la fase superior puede ser, por ejemplo, de un 3 a un 90 % en volumen, preferentemente de un 5 a un 80 % en volumen (por ejemplo, de un 10 a un 75 % en volumen), y más preferentemente de un 15 a un 65 % en volumen (por ejemplo, de un 20 a un 60 % en volumen). Además, para recircular parte de la fase inferior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a recircular en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total de la fase inferior puede ser, por ejemplo, de un 5 a un 95 % en volumen, preferentemente de un 10 a un 90 % en volumen (por ejemplo, de un 15 a un 85 % en volumen), y más preferentemente de un 20 a un 80 % en

volumen (por ejemplo, de un 25 a un 75 % en volumen).

Si fuera necesario, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular al sistema de reacción u otros se puede someter a un método convencional (por ejemplo, la extracción que se menciona a continuación) para la separación de acetaldehído y a continuación se reticulada al sistema de reacción u otros.

Para el método (b), antes de alimentar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador a la etapa de separación y recirculación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se retiene en un recipiente de almacenamiento (tal como un tanque de tampón) que tiene una función de tamponamiento. La retención temporal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento Facilita adicionalmente la fluctuación del caudal en del recipiente de almacenamiento Y permite que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimente a la etapa de separación y recirculación a un caudal constante o casi constante, y de ese modo se puede conseguir el funcionamiento estable del proceso.

El recipiente de almacenamiento que tiene una función de tampón adviento se puede seleccionar basándose en el grado de la fluctuación del caudal u otros, tal como se ha descrito anteriormente, o se puede seleccionar de acuerdo con el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A). En el recipiente de almacenamiento, el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) no se limita en particular a uno específico, y puede ser por ejemplo no inferior a 0,5 minutos [por ejemplo, no inferior a 1 minuto (por ejemplo, de 1,5 minutos a 3 horas)], preferentemente no inferior a 2 minutos [por ejemplo, no inferior a 3 minutos (por ejemplo, de 4 a 60 minutos)], más preferentemente no inferior a 6 minutos (por ejemplo, de 8 a 50 minutos), y en particular no inferior a 12 minutos (por ejemplo, de 15 a 40 minutos).

Cuando la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede facilitar en el decantador en cierto grado, el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento también se puede reducir. Por lo tanto, el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento se puede determinar en relación con el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador. Por ejemplo, el recipiente de almacenamiento se puede seleccionar de modo que el tiempo total del tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador y el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el recipiente de almacenamiento no sea inferior a 1 minuto [por ejemplo, no inferior a 1,5 minutos (por ejemplo, de 2 minutos a 3 horas)], preferentemente no inferior a 3 minutos [por ejemplo, no inferior a 4 minutos (por ejemplo, de 5 a 60 minutos)], más preferentemente no inferior a 6 minutos (por ejemplo, de 8 a 50 minutos), y en particular no inferior a la 12 minutos (por ejemplo, de 15 a 40 minutos).

Es suficiente que el recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento se proporcione (o se instale) en una etapa anterior a la etapa de separación y recirculación. El recipiente de almacenamiento se puede proporcionar (o instalar) en una parte inferior de la columna de separación de acetaldehído que se ha mencionado anteriormente.

Para el método (c), la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador se mantiene constante (o casi constante) por sí mismo [por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador sea 100, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador en el funcionamiento del proceso Se regula de 90 a 100 (por ejemplo, de 95 a 105), preferentemente de 98 a 102, y más preferentemente de 98,5 a 101,5]. Dado que la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador se mantiene esencialmente constante, el método (c) se puede combinar preferentemente con un método para facilitar la fluctuación del caudal dentro del decantador (por ejemplo, usando un decantador que tiene una función de tamponamiento) con el fin de el proceso funcione de manera estable.

La posición (la posición de una salida) para descargar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) desde el decantador no se limita en particular a una específico. La posición de la salida puede estar en una parte superior, una parte media, una parte inferior o una parte en el fondo del decantador. Una pluralidad de estas partes se puede combinar para proporcionar una pluralidad de salidas. Además, en el caso en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separa en una fase superior y una fase inferior dentro del decantador, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se puede descargar desde una posición que corresponde a la fase superior, una posición que corresponde a la fase inferior, o ambas.

(Etapa de separación y recirculación)

En la etapa de separación y recirculación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado o alimentado en un estado condensado (estado líquido) mediante la etapa de condensación se separa en acetaldehído y un residuo líquido (o líquido residual), y el residuo líquido se reticulada a una etapa desde el sistema de reacción para la separación de acetaldehído.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado puede contener adicionalmente una extracción de componente en estado vapor desde la parte superior del reactor, un componente de punto de ebullición más elevado (3C), u otros. El componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a someter a separación contiene acetaldehído, yoduro de metilo, y además, acetato de metilo, agua, otras impurezas de carbonilo (por ejemplo, crotonaldehído y butiraldehído) en muchos casos. En el componente de punto de ebullición más bajo (3A), la proporción de acetaldehído puede ser de un 0,05 a un 50 % en peso, la proporción de yoduro de metilo puede ser de un 0,5 a un 90 % en peso, la proporción de acetato de metilo puede ser de un 0 a un 15 % en peso, la proporción de ácido acético puede ser de un 0 a un 80 % en peso, y la proporción de agua puede ser de un 0,1 a un 40 % en peso.

El método para separar acetaldehído se realiza por destilación (por ejemplo, separación y destilación de un líquido de proceso que contiene acetaldehído usando una o una pluralidad de columnas de destilación).

El proceso de la presente invención incluye un método que comprende la alimentación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a la columna de destilación (columna de separación de acetaldehído) y la separación del componente de punto de ebullición más bajo (3A) por destilación en un componente de punto de ebullición más bajo (4A) que contiene acetaldehído y un residuo líquido (fracción de la parte inferior o fracción de la parte inferior de la columna). La producción de paraldehído y/o metaldehído se puede disminuir alimentando agua a la columna de destilación y aumentando la presión o/y la temperatura de destilación. Además, forma positiva se puede producir paraldehído y metaldehído modificando las condiciones de destilación de modo que el acetaldehído se puede separar y eliminar en forma de paraldehído o metaldehído desde la parte inferior de la columna de destilación. En este caso, la obstrucción debida a la cristalización de metaldehído se puede reducir añadiendo un disolvente para disolver metaldehído (por ejemplo, metanol) a la columna.

El residuo líquido, que es el residuo después de la separación de acetaldehído por destilación, normalmente se separa como un residuo líquido (componente de punto de ebullición más elevado (4B)) que contiene yoduro de metilo que es un componente útil y se le circula. Antes de la separación de acetaldehído, un componente de gas de escape se puede eliminar de antemano usando un condensador, un refrigerador, u otros.

Como columna de separación de acetaldehído, ase puede usar una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno, y una columna de destilación instantánea. Normalmente se puede usar una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno.

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 se puede seleccionar dependiendo del punto de ebullición del acetaldehído y el del yoduro de metilo así como de los tipos de columna de destilación y otros, y no se limita en particular a una específica siempre y cuando el componente de punto de ebullición más bajo (4A) que contiene al menos acetaldehído se pueda separar del componente de punto de ebullición más bajo (3A) usando la diferencia de punto de ebullición entre el acetaldehído y otros componentes (en particular yoduro de metilo). Por ejemplo, para la columna de platos, la presión de la parte superior de la columna es de 10 a 1000 kPa, preferentemente de 10 a 700 kPa, y más preferentemente de 100 a 500 kPa en términos de presión absoluta. La temperatura interna de la columna (la temperatura de la parte superior de la columna) es, por ejemplo, de 10 a 80 °C, preferentemente de 20 a 70 °C, y más preferentemente 40 a 60 °C. El número (número teórico) de platos de la columna de destilación puede ser por ejemplo de 5 a 80, preferentemente de 8 a 60, y más preferentemente de 10 a 50.

En la columna de separación de acetaldehído, la proporción de reflujo se puede seleccionar de 1 a 1000, preferentemente de 10 a 800, y más preferentemente de 50 a 600 (por ejemplo, de 100 a 600) dependiendo del número teórico de platos que se ha mencionado anteriormente.

La recirculación del residuo líquido (o componente de punto de ebullición más elevado (4B)) no se limita en particular a una etapa específica siempre y cuando la etapa de recirculación se coloque desde el sistema de reacción con respecto a la separación de acetaldehído. La etapa puede ser cualquiera de la etapa de reacción (o reactor), la etapa de destilación instantánea (o columna de destilación instantánea), y que la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación). Como en la realización de la figura, el componente de punto de ebullición más elevado (4B) se puede recircular a la columna de destilación de acetaldehído, o se puede recircular a una combinación de estas etapas. El residuo líquido (o componente de punto de ebullición más elevado (4B)) después de separación de acetaldehído normalmente se le circula al menos al reactor.

El residuo líquido (o componente de punto de ebullición más elevado (4B)) se puede recircular directamente o se

5 puede recircular a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento (por ejemplo, un tanque de tampón). El uso del recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento facilita la fluctuación del caudal en el recipiente de almacenamiento y permite una recirculación fácil del residuo líquido a un caudal constante o casi constante, incluso si el caudal del residuo líquido fluctúa. De ese modo el recipiente de almacenamiento puede reducir la influencia de la fluctuación del caudal en la etapa de recirculación.

10 Con respecto a la fluctuación del caudal del residuo líquido (componente de punto de ebullición más elevado (4B)), por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del residuo líquido sea 100, el caudal del residuo líquido puede ser de 85 a 115 (por ejemplo, de 90 a 110), preferentemente de 93 a 107 (por ejemplo, de 94 a 106), y más preferentemente de 95 a 105 en el funcionamiento del proceso.

15 El recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento se puede seleccionar basándose en el grado de la fluctuación del caudal, del mismo modo que en la etapa de condensación, y se puede seleccionar basándose en el tiempo de retención deseado del residuo líquido. En el recipiente de almacenamiento, el tiempo de retención del residuo líquido no se limita en particular a uno específico, y puede ser por ejemplo no inferior a 1 minuto (por ejemplo, de 2 minutos a 3 horas), preferentemente no inferior a 3 minutos (por ejemplo, de 4 a 60 minutos), y más preferentemente no inferior a 12 minutos (por ejemplo, de 15 a 40 minutos).

20 Cuando el residuo líquido se recircula a través del recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento, la fluctuación del caudal del residuo líquido (componente de punto de ebullición más elevado (4B)) se puede disminuir. Por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del residuo líquido sea 100, el caudal del residuo líquido puede ser de 90 a 110 (por ejemplo, de 93 a 107), preferentemente de 95 a 105, y más preferentemente de 96 a 104 (por ejemplo, de 97 a 103) en el funcionamiento del proceso.

25 Para recircular el residuo líquido (componente de punto de ebullición más elevado (4B)) a la columna de separación de acetaldehído, en con el fin de reducir la fluctuación del caudal en la columna de separación a un nivel elevado, el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) a recircular a la columna de separación puede ser constante o casi constante [por ejemplo, suponiendo que el caudal promedio del residuo líquido sea 100, el caudal del residuo líquido a recircular a la columna de separación puede ser de 95 a 105, preferentemente de 97 a 103, y más preferentemente de 98 a 102 (por ejemplo, de 99 a 10) en el funcionamiento del proceso].

30 El componente de punto de ebullición más bajo (4A) separado que contiene acetaldehído se puede descargar como tal. Dado que el componente de punto de ebullición más bajo (4A) en ocasiones contiene un componente útil tal como yoduro de metilo, 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) se puede recoger a partir del componente de punto de ebullición más bajo (4A) y recircular.

35 El método para separar cada uno de acetaldehído y yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo) a partir del componente de punto de ebullición más bajo (4A) no se limita en particular a uno específico, y 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 por destilación del componente de punto de ebullición más bajo (4A), (ii) un método para separar cada uno de yoduro de metilo y acetaldehído mediante extracción con agua, que aprovecha la miscibilidad del acetaldehído con agua y la inmiscibilidad del yoduro de metilo con agua. Desde el punto de vista de la inhibición de la producción de metaldehído u otros, es preferente la extracción con agua (ii). De acuerdo con el método, dado que el aumento de la concentración de iones hidrógeno en la solución de destilación debido a la degradación de éster u otros inhibe la producción de paraldehído y metaldehído, el acetaldehído se puede condensar de forma eficaz hasta un nivel elevado y se puede eliminar.

40 La temperatura de extracción y el tiempo de extracción no se limitan en particular a ningunos específicos. Por ejemplo, la extracción se prevé realizar a una temperatura de 0 °C a 100 °C de 1 segundo a 1 hora. La presión de extracción no se limita en particular a una específica, y una condición ventajosa se puede seleccionar basándose en los costes y otros. Como el aparato de extracción, por ejemplo, se puede usar una combinación de una mezcladora con un aparato de sedimentación, una combinación de una mezcladora estática con un decantador, un RDC (contactor de discos giratorios), una columna Karr, una columna de pulverización, una columna de relleno, una columna de platos perforada, una columna amortiguada, o una columna de pulso.

45 La recirculación de yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo) no se limita en particular una etapa específica siempre y cuando la etapa de recirculación se coloque desde el sistema de reacción a la separación de acetaldehído. El yoduro de metilo se puede recircular a cualquiera de la etapa de reacción (o reactor), la etapa de destilación instantánea (o columna de destilación instantánea), y la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación). Como la realización de la figura, el yoduro de metilo se puede recircular (recircular como el componente de punto de ebullición más elevado (4B)) a la columna de separación de acetaldehído, o se puede recircular a una combinación de estas etapas.

65 **Ejemplos**

Se pretende que los siguientes ejemplos describan la presente invención con detalles adicionales y en modo alguno se debería interpretar como que definen el alcance de la invención.

## 5 (Ejemplo 1)

En el aparato (o proceso) de la Fig. 1, el proceso de producción de ácido acético se realizó continuamente como se muestra en la Fig. 1 excepto porque el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimentó a la columna de separación de acetaldehído 6 sin ir a través del tanque de tampón 5. El detalle del proceso se describirá a continuación.

Un medio de reacción líquido que tenía la siguiente composición (o formulación): yoduro de metilo (13 % en peso), agua (8 % en peso), acetato de metilo (1,3 % en peso), ácido acético (73,6 % en peso), yoduro de litio (5 % en peso), y rodio (800 ppm en peso). El medio de reacción líquido se alimentó al reactor 1, y el proceso se inició. Durante el proceso, la variación del caudal del medio de reacción líquido alimentado desde el reactor 1 al aparato de evaporación instantánea 2 estaba en el intervalo de aproximadamente  $\pm 1,6$  % con respecto al caudal medio. En el aparato de evaporación instantánea 2, aproximadamente un 27 % en peso del medio de reacción líquido total se alimentó a la columna de separación 3 como el componente de punto de ebullición más bajo (2A) (la variación en el caudal estaba en el intervalo de  $\pm 1$  % con respecto al caudal medio); el restante componente de punto de ebullición más elevado (2B) restante se recirculó al reactor 1 sin tratamiento alguno. Parte (aproximadamente un 19 % en volumen) del componente de punto de ebullición más bajo (2A) volatilizado se alimentó al tanque de mantenimiento 9 para retirar calor, y se recirculó al reactor 1.

En la columna de separación 3, el componente volátil (2A) se separó por destilación en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) (aproximadamente un 50 % en volumen), la corriente que contiene ácido acético (3B), y el componente de punto de ebullición más elevado (3C). La corriente que contiene ácido acético (3B) se extrajo mediante corte lateral, y el componente de punto de ebullición más elevado (3C) se reticó directamente al reactor. En la columna de separación 3, la cantidad de un componente alimentado a través de la línea 12 y un componente alimentado a través de la línea 30 que se menciona a continuación se destiló, y el componente volatilizado se separó como el componente de punto de ebullición más bajo (3A).

Mientras tanto, cuando el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimentó al decantador 4, la variación en el caudal estaba en el intervalo de  $\pm 5$  % con respecto al caudal medio (48,5 m<sup>3</sup>/hora). El componente de punto de ebullición más bajo (3A) tiene la siguiente composición (o formulación): yoduro de metilo (61 % en peso), acetato de metilo (6 % en peso), ácido acético (6 % en peso), agua (24 % en peso), y acetaldehído (0,27 % en peso).

En el decantador 4, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separó en una fase superior y una fase inferior (la primera barra la última (proporción de volumen) = 1,1/1).

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) se descargó a través de la línea 17 y la línea 18 de modo que el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador 4 se mantuvo sustancialmente constante (de modo que la fluctuación del nivel de líquido era aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel de líquido medio y la fluctuación del nivel de la superficie de contacto (o el nivel de líquido de la fase inferior) era aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel medio de la superficie de contacto). Es decir, el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4 se mantuvieron esencialmente constantes cambiando el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar a través de la línea 17 y la línea 18 con el fin de que correspondiera a la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4 y ajustando el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4.

El componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado se alimentó a la línea 19 (o la línea 20) de modo que el caudal de su mismo fue esencialmente constante (la fluctuación del caudal era aproximadamente  $\pm 1,5$  % con respecto al caudal medio) recirculando parcialmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) a través de la línea 17a y la línea 18a y se alimentó la columna de destilación 6 sin tratamiento alguno. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se ajustó cambiando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular al sistema de reacción (reactor) a través de la línea 17a y la línea 18a y ajustando el tiempo de retención del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4. En el decantador 4, el tiempo de retención de la fase superior fue 13 minutos y el tiempo de retención de la fase inferior fue 6 minutos. Es decir, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a cada una de la línea 17b y la línea 18b se mantuvo de forma satisfactoria esencialmente constante cambiando el caudal de cada una de la línea 17a y la línea 18a con el fin de que correspondiera a la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador 4. Por ejemplo, la variación en el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 18a estaba en el intervalo de aproximadamente  $\pm 10$  %. Por lo tanto, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 (además el caudal del componente de punto de

ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6) se mantuvo satisfactoriamente de forma esencialmente constante.

5 Con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 17b) fue un 13,5 % en volumen (que corresponde a un 25 % en volumen de toda la fase superior) en el componente de punto de ebullición más bajo total (3A) alimentado al decantador 4; con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 18b) fue un 13,5 % en volumen (que corresponde a un 28 % en volumen de toda la fase inferior) en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4.

15 Es decir, un 27 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado al decantador 4 se alimentó a la línea 19 (o la columna de destilación 6), y un 73 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó. El desglose de la recirculación fue el que sigue a continuación: un 34 % en volumen [0 % en volumen desde la fase superior, 34 % en volumen desde la fase inferior (que corresponde a un 72 % en volumen de toda la fase inferior)] del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó al reactor 1, y un 39 % en volumen (que corresponde a un 75 % en volumen de toda la fase superior) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó a la columna de separación 3.

20 La composición del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fue la que sigue a continuación: yoduro de metilo (46 % en peso), acetato de metilo (6 % en peso), ácido acético (10 % en peso), agua (37 % en peso), acetaldehído (0,3 % en peso), y yoduro de hidrógeno (0,01 % en peso).

25 En la columna de destilación 6 (una columna de destilación que tiene 80 platos, proporción de reflujo: 170, plato de alimentación; el plato 70 desde la parte superior, temperatura de la parte superior de la columna: 54 °C, temperatura de la parte inferior de la columna; 82 °C), 0,3 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se extrajo como el componente de punto de ebullición más bajo (4A) desde la parte superior de la columna, y toda la cantidad del residuo se recirculó como el componente de punto de ebullición más elevado (4B) al reactor 1 desde la parte inferior de la columna sin ir a través del tanque de tampón 7. La composición del componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna fue la que sigue a continuación: yoduro de metilo (42 % en peso), agua (2 % en peso), y acetaldehído (56 % en peso).

35 Además, el componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna se sometió a extracción con agua del extracto 8, de modo que el acetaldehído se retiró, y una fracción refinada que contiene yoduro de metilo se separó. A continuación la fracción refinada se dividió en dos fracciones; una fracción se recirculó directamente a la parte inferior (plato 10) de la columna de destilación 6 y la otra se recirculó directamente al reactor 1. Se estableció que cantidad a recircular a la columna de destilación 6 era constante. La tasa de extracción de acetaldehído del componente de punto de ebullición más bajo (4A) fue un 98 %. El acetaldehído (19 kg/h) se eliminó de forma satisfactoria tratando todo el líquido (34 kg/h) extraído desde la parte superior de la columna de la columna de destilación que se ha mencionado anteriormente que tiene 80 platos. En este sentido, un 59 % del acetaldehído (32 kg/h) producido en el reactor se eliminó de forma satisfactoria.

45 El proceso que se ha mencionado anteriormente se realizó continuamente, y procesos se hizo funcionar satisfactoriamente de forma estable. Después de realizar la operación durante un periodo de tiempo determinado previamente (200 horas), la concentración de acetaldehído medida en el reactor fue 390 ppm. Esto reveló que tanto la operación estable, la eliminación de acetaldehído a un nivel elevado se consiguieron de forma satisfactoria. Se encontró que el producto resultante de ácido acético tenía un tiempo de permanganato de 240 minutos.

## 50 (Ejemplo 2)

El Ejemplo 2 se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto porque parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador 4 se recirculó y porque el resto se alimentó a la columna de destilación 6 en el proceso como se describe a continuación.

60 Con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 17b) fue de un 0 % en volumen en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 (es decir, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior se recirculó completamente sin ser alimentado a la línea 19 o la línea 17b); con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 18b) fue un 27 % en volumen (que corresponde a un 57 % en volumen de toda la fase inferior) en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4.

65 Es decir, un 27 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4

se alimentó a la línea 19 (o la columna de destilación 6), y un 73 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó. El desglose de la recirculación fue como sigue a continuación: un 34 % en volumen [un 13 % en volumen desde la fase superior (que corresponde a un 25 % en volumen de toda la fase superior), un 21 % en volumen desde la fase inferior (que corresponde a un 43 % en volumen de toda la fase inferior) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó al reactor 1, y un 39 % en volumen (que corresponde a un 75 % en volumen de toda la fase superior) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó a la columna de separación 3.

De acuerdo con la etapa que se ha mencionado anteriormente, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado se alimentó a la línea 19 (o la línea 20) de modo que el caudal del mismo era esencialmente constante (la fluctuación del caudal era aproximadamente  $\pm 2,5$  % con respecto al caudal medio) recirculando parcialmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) a través de la línea 18a, y alimentado a la columna de destilación 6 sin tratamiento alguno. El caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 se ajustó cambiando la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a circular al sistema de reacción (reactor) a través de la línea 18a. Es decir, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 18b se mantuvo de forma satisfactoria esencialmente constante cambiando el caudal de la línea 18a con el fin de que correspondiera a la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador 4 (la variación en el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 18a estaba en el intervalo de aproximadamente  $\pm 17$  %). Por lo tanto, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la línea 19 (además el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6) se mantuvo de forma satisfactoria esencialmente constante.

La composición del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fue el que sigue a continuación: yoduro de metilo (91 % en peso), acetato de metilo (7 % en peso), ácido acético (1 % en peso), agua (0,3 % en peso), acetaldehído (0,1 % en peso), y yoduro de hidrógeno (0,001 % en peso).

En la columna de destilación 6 (una columna de destilación que tiene 80 platos, proporción de reflujo 170, plato de alimentación: el plato 70 desde la parte superior, temperatura de la parte superior de la columna: 54 °C, temperatura de la parte inferior de la columna: 82 °C), se retiró un 0,3 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) como el componente de punto de ebullición más bajo (4A) desde la parte superior de la columna, y toda la cantidad del residuo se recirculó como el componente de punto de ebullición más elevado (4B) al reactor 1 desde la parte inferior de la columna sin ir a través del tanque de tampón 7. La composición del componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna fue la que sigue a continuación: yoduro de metilo (43 % en peso), agua (1 % en peso), y acetaldehído (56 % en peso).

Además, el componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna se sometió a extracción con agua en el extractor 8, de modo que el acetaldehído se retiró, y se separó una fracción refinada que contiene yoduro de metilo. A continuación la fracción refinada se dividió en dos fracciones; una fracción se recirculó directamente a la parte inferior (plato 10) de la columna de destilación 6 y la otra se recirculó directamente al reactor 1. se estableció que la cantidad a recircular a la columna de destilación 6 era constante. La tasa de extracción de acetaldehído del componente de punto de ebullición más bajo (4A) fue un 98 %. El acetaldehído (20 kg/h) se eliminó de forma satisfactoria desde la parte superior de la columna de la columna de destilación que se ha mencionado anteriormente que tiene 80 platos. De este modo, un 63 % del acetaldehído (32 kg/h) producido en el reactor se eliminó de forma satisfactoria.

El proceso que se mencionó anteriormente se realizó continuamente, y el proceso funcionó de forma estable satisfactoriamente. Después de realizar la operación durante un periodo de tiempo determinado previamente (210 horas), la concentración de acetaldehído medido en el reactor fue 375 ppm. Esto reveló que se conseguía tanto el funcionamiento estable como la eliminación de acetaldehído a un nivel elevado de forma satisfactoria. Se encontró que el producto resultante de ácido acético tenía un tiempo de permanganato de 260 minutos.

### 55 (Ejemplo 3)

El Ejemplo 3 se realizó del mismo modo que en el Ejemplo 1 excepto porque parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador 4 se recirculó y porque el resto se alimentó a la columna de destilación 6 en el proceso como se describe a continuación.

De la misma manera que en el Ejemplo 1, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se descargó desde una parte superior del decantador 4 (una posición que corresponde a la fase superior) a través de la línea 17 de modo que el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador 4 se mantuvieron esencialmente constantes (de modo que la fluctuación del nivel de líquido fue aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel de líquido medio y la fluctuación del nivel de la superficie

de contacto (fue nivel de líquido de la fase inferior) fue aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel medio de superficie de contacto). Es decir, el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4 se mantuvieron esencialmente constantes cambiando el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar a través de la línea 17 junto con la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4.

El caudal que se va a alimentar a la línea 19 se redujo de forma satisfactoria relativamente cambiando el caudal que se va a alimentar a la línea 17a (aproximadamente  $\pm 1.5$  % con respecto al caudal medio).

Con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 17b) fue un 27 % en volumen (que corresponde a un 51 % en volumen de toda la fase superior) en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4; con respecto al componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior, la proporción del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 (o la línea 18b) fue un 0 % en volumen en el componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 (que corresponde a un 0 % en volumen de toda la fase inferior, es decir, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior se recirculó totalmente sin ser alimentado a la línea 19 o la línea 18b).

Es decir, un 27 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se alimentó a la línea 19 (o la columna de destilación 6), y un 73 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó. El desglose de la recirculación fue el que sigue a continuación: un 47 % en volumen [un 0 % en volumen desde la fase superior, un 47 % en volumen desde la fase inferior (que corresponde a un 100 % en volumen de toda la fase inferior)] del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó al reactor 1, y un 39 % en volumen (que corresponde a un 75 % en volumen de toda la fase superior) del componente de punto de ebullición más bajo (3A) total alimentado al decantador 4 se recirculó a la columna de separación 3.

A continuación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado se alimentó al tanque de almacenamiento intermedio 5 y se retuvo con un tiempo de retención de 3 minutos para facilitar la fluctuación del caudal en el tanque de tampón 5, y el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimentó a un caudal constante a la columna de destilación 6.

La composición del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fue el que sigue a continuación: yoduro de metilo (3 % en peso), acetato de metilo (4 % en peso), ácido acético (19 % en peso), agua (73 % en peso), acetaldehído (0,5 % en peso), y yoduro de hidrógeno (0,01 % en peso).

Además, la cantidad total del componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado en la columna de destilación 6 se recirculó a la columna de separación 3 a través del tanque de tampón 7. Aunque la variación en el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado desde la columna de destilación 6 fue aproximadamente  $\pm 4$  %, el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) a recircular a través de la línea 23 se mantuvo de forma satisfactoria esencialmente constante recircular del componente (4B) a través de tanque de tampón 7.

El proceso que se ha mencionado anteriormente se realizó continuamente, y el proceso funcionó satisfactoriamente de forma estable.

#### **(Ejemplo 4)**

El proceso de producción de ácido acético se realizó continuamente como se muestra en el aparato (o proceso) de la Fig. 1. Las condiciones que incluyen las cantidades de carga fueron las mismas que las del Ejemplo 2 excepto porque el proceso se realizó a través del tanque de tampón 5.

De la misma manera que en el Ejemplo 2, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se descargó desde una parte inferior del decantador 4 (una posición que corresponde a la fase inferior) a través de la línea 18 de modo que el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a mantener en el decantador 4 se mantuvieron esencialmente constantes (de modo que la fluctuación del nivel de líquido fue aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel de líquido medio y la fluctuación del nivel de la superficie de contacto (fue nivel de líquido de la fase inferior) fue aproximadamente  $\pm 1$  % con respecto al nivel medio de superficie de contacto). Es decir, el nivel de líquido y el nivel de la superficie de contacto del componente de punto de ebullición más bajo (3A) en el decantador 4 se mantuvieron esencialmente constantes cambiando el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado a través de la línea 18 junto con la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador 4. A continuación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado se alimentó al tanque de tampón 5 y se retuvo a un tiempo de retención de 3 minutos para facilitar la fluctuación del caudal en el tanque de tampón 5, y el componente

de punto de ebullición más bajo (3A) se alimentó a un caudal constante a la columna de destilación 6.

La composición del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fue la que sigue a continuación: yoduro de metilo (91 % en peso), acetato de metilo (7 % en peso), ácido acético (1 % en peso), agua (0,3 % en peso), acetaldehído (0,1 % en peso), y yoduro de hidrógeno (0,001 % en peso).

Además, aproximadamente un 80 % en volumen del componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado en la columna de destilación 6 se recirculó al reactor 1 a través del tanque de tampón 7, y aproximadamente un 20 % en volumen del mismo se recirculó a la columna de destilación 6 a través del tanque de tampón 7. El caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) a recircular a la columna de destilación 6 fue constante. Además, aunque la variación en el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) separado de la columna de destilación 6 fue aproximadamente  $\pm 4$  %, el caudal del componente de punto de ebullición más elevado (4B) a recircular a través de la línea 23 se mantuvo de forma satisfactoria esencialmente constante mediante recirculación del componente (4B) a través del tanque de tampón 7.

El proceso que se ha mencionado anteriormente se realizó continuamente, y el proceso funcionó de manera estable satisfactoriamente.

#### 20 (Ejemplo Comparativo 1)

El proceso se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque el componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior se alimentó completamente a la columna de destilación 6 a través de las líneas 18b a 19 y la cantidad total del componente de punto de ebullición más elevado (4B) se recirculó al reactor 1 sin ir a través del tanque de tampón 7. El nivel de líquido de la fase inferior del decantador 4 o el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fluctuó en gran medida, y que difícil continuar el funcionamiento estable en la columna de separación 3 y en la columna de destilación 6. Por consiguiente, la operación se tuvo que interrumpir.

#### 30 (Ejemplo Comparativo 2)

El proceso se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 3 excepto porque el componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase superior se alimentó completamente a la columna de destilación 6 a través de las líneas 17b a 19 sin ir a través del tanque de tampón 5 y porque el componente de punto de ebullición más elevado (4B) se recirculó sin ir a través del tanque de tampón 7 (aproximadamente un 10 % en volumen del mismo se recirculó al reactor 1, aproximadamente un 20 % en volumen del mismo se recirculó a la columna de destilación 6, y el resto se recirculó a la columna de separación 3). El nivel de líquido de la fase superior del decantador 4 o el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 6 fluctuó en gran medida, y fue difícil continuar el funcionamiento estable en la columna de separación 3 y en la columna de destilación 6. Por consiguiente, la operación se tuvo que interrumpir,

#### (Ejemplo Comparativo 3)

El proceso de producción de ácido acético se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto porque un 57 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) de la fase inferior se alimentó a la línea 19 (o la línea 18b) sin cambiar el caudal de la línea 18a como respuesta a la fluctuación del caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador 4. La variación en el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) alimentado a la línea 19 estaba en el intervalo de un  $57 \pm 5$  % en volumen.

En la columna de destilación 6 (una columna de destilación que tiene 80 platos, proporción de reflujo: 170, plato de alimentación: el plato 70 desde la parte superior, temperatura de la parte superior de la columna: de 53 a 55 °C, temperatura de la parte inferior de la columna; 82 °C), un 0,3 % en volumen del componente de punto de ebullición más bajo (3A) se extrajo como el componente de punto de ebullición más bajo (4A) desde la parte superior de la columna, y toda la cantidad del residuo se recirculó como el componente de punto de ebullición más elevado (4B) al reactor 1 desde la parte inferior de la columna sin ir a través del tanque de tampón 1. La composición del componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna fue en la que sigue a continuación: yoduro de metilo (de un 37 a un 49 % en peso), agua (aproximadamente un 1 % en peso), y acetaldehído (de un 50 a un 62 % en peso).

Además, el componente de punto de ebullición más bajo (4A) extraído desde la parte superior de la columna se sometió a extracción con agua en el extractor 8, de modo que el acetaldehído se retiró; y se separó una fracción refinada que contenía yoduro de metilo. A continuación la fracción refinada se dividió en dos fracciones; una fracción se recirculó directamente a la parte inferior (plato 10) de la columna de destilación 6 y la otra se recirculó directamente al reactor 1. Se estableció que la cantidad a recircular a la columna de destilación 6 era constante. La tasa de extracción de acetaldehído del componente de punto de ebullición más bajo (4A) fue un 98 %. El

acetaldehído (de 17 a 21 kg/h) se eliminó de forma satisfactoria tratando todo el líquido (34 kg/h) extraído desde la parte superior de la columna de la columna de destilación que se ha mencionado anteriormente que tenía 80 platos. De este modo, de un 53 a un 66 % del acetaldehído (32 kg/h) producido en el reactor se eliminó de forma satisfactoria.

5 El proceso que se ha mencionado anteriormente se realizó continuamente, y el proceso fluctuó ligeramente. Después de realizar la operación durante un periodo de tiempo determinado previamente (200 horas), la concentración de acetaldehído medida en el reactor varió de 350 a 435 ppm. Se encontró que el tiempo de permanganato del producto resultante de ácido acético se redujo a 200 minutos.

10 **Aplicabilidad industrial**

El proceso de producción de la presente invención es extremadamente útil como un proceso para producir ácido acético de forma estable a la vez que se separa y se elimina acetaldehído de forma eficaz.

15 **Descripción de los números de referencia**

- 1 ... Reactor
- 2 ... Aparato de evaporación instantánea (Evaporador)
- 20 3 ... Columna de separación
- 4 ... Decantador
- 4A ... Decantador que tiene función de tamponamiento
- 5, 7 ... Tanque de tampón
- 6 ... Columna de separación de acetaldehído
- 25 8 ... Aparato de extracción
- 9 ... Tanque de almacenamiento

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir ácido acético, que comprende:

- 5 (a) una etapa de reacción para permitir que el metanol reaccione continuamente con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal, una sal de haluro y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación,  
 (b) una etapa de evaporación instantánea para alimentar continuamente un aparato de evaporación instantánea con una mezcla de reacción desde el reactor y separar un componente de punto de ebullición más bajo (2A) que  
 10 contiene el producto ácido acético y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición más elevado (2B) que contiene el catalizador de metal y la sal de haluro,  
 (c) una etapa de recogida de ácido acético para alimentar continuamente una columna de destilación con el componente de punto de ebullición más bajo (2A), y separar un componente de punto de ebullición más bajo  
 15 (3A) que contiene yoduro de metilo y el producto secundario acetaldehído y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético,  
 (d) una etapa de condensación para condensar y mantener temporalmente el componente de punto de ebullición más bajo (3A) en un decantador y descargar el componente de punto de ebullición más bajo (3A) desde el decantador, y  
 (e) una etapa de separación y recirculación para separar el componente de punto de ebullición más bajo (3A)  
 20 descargado desde el decantador en acetaldehído y un residuo líquido y recircular el residuo líquido a una etapa desde la etapa de reacción a la etapa de separación de acetaldehído, donde en la etapa de separación y recirculación, el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se alimenta a una columna de separación de acetaldehído y se separa en un componente de punto de ebullición más bajo (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición más elevado (4B), como el residuo líquido para recirculación, que contiene  
 25 yoduro de metilo por destilación,

en el que el proceso es un proceso continuo en el cual,

- en la etapa de recogida de ácido acético (c), el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación es de 90 a 110, suponiendo que el caudal medio del componente de  
 30 punto de ebullición más bajo (2A) que se va a alimentar a la columna de destilación sea 100; y  
 en la etapa de condensación (d), el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador es de 80 a 120, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador sea 100;  
 en el que en la etapa de condensación (d), la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a  
 35 mantener se ajusta o se controla basándose en un caudal fluctuante del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador, y la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación (e) se ajusta o se controla recirculando parte del componente de punto de ebullición más bajo (3A) descargado desde el decantador al reactor de carbonilación y/o a la columna de destilación, de modo que, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición  
 40 más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación se ajusta con el fin de que sea de 90 a 110.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que suponiendo que el caudal promedio del componente de  
 45 punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador sea 100, el caudal del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador es de 95 a 105 en el funcionamiento del proceso.

3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que en la etapa de condensación (d), la cantidad del  
 50 componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar a la etapa de separación y recirculación (e) se ajusta o se controla adicionalmente mediante al menos un método seleccionado entre el grupo de los siguientes métodos (a) y (b):

- (a) un método para alimentar la etapa de separación y recirculación (e) con el componente de punto de ebullición  
 55 más bajo (3A) descargado desde el decantador a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento,  
 (b) un método para ajustar la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador en el funcionamiento del proceso de 95 a 105, suponiendo que el caudal promedio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) a descargar desde el decantador sea 100.

4. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que no menos de un 10 % del caudal medio del componente  
 60 de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador se recircula.

5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que no menos de un 20 % del caudal medio del componente  
 de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador se recircula.

65

6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que de un 40 a un 90 % del caudal medio del componente de punto de ebullición más bajo (3A) que se va a alimentar al decantador se recircula.

5 7. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el componente de punto de ebullición más bajo (3A) se separa en una fase superior y una fase inferior en el decantador, y la fase superior y/o la fase inferior se recircula.

10 8. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que en la etapa de separación y recirculación (e), el residuo líquido se recircula a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de tamponamiento.

15 9. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que en la etapa de separación y recirculación (e), el componente de punto de ebullición más bajo (4A) también contiene yoduro de metilo, y el yoduro de metilo se recoge a partir del componente de punto de ebullición más bajo (4A) para recirculación.



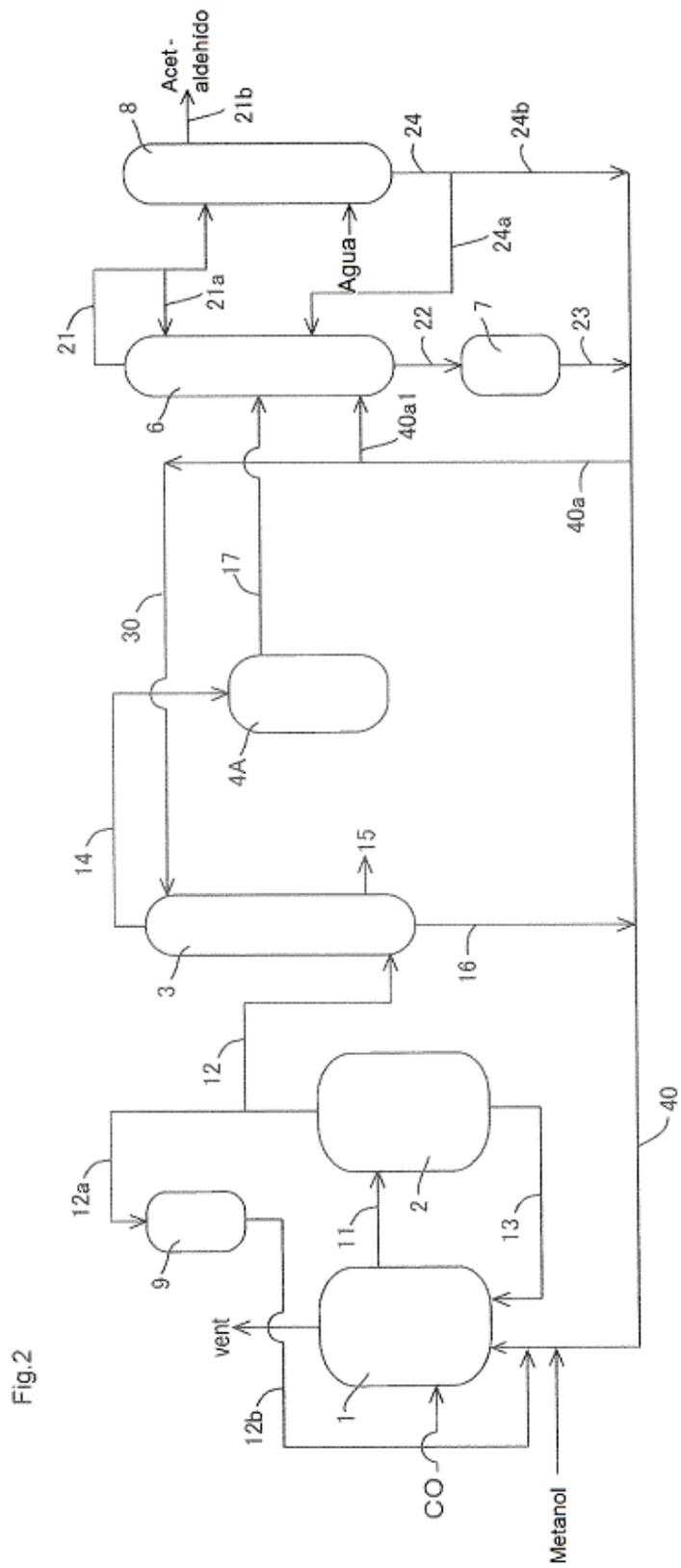


Fig.2