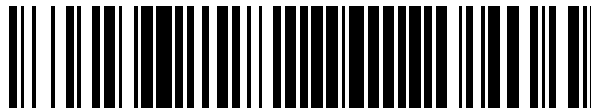


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 537**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2017 PCT/JP2017/019572**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2018 WO18078924**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017 E 17732014 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019 EP 3333147**

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

30 Prioridad:

28.10.2016 JP 2016211922
02.03.2017 JP 2017039388

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.02.2020

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 2 744 537 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para la producción de ácido acético

5 Campo técnico

La presente invención se relaciona con un método para producir ácido acético. La presente solicitud reclama las prioridades de la solicitud de patente japonesa n.º 2016-211922, presentada en Japón el 28 de octubre de 2016, y la solicitud de patente japonesa n.º 2017-039388, presentada en Japón el 2 de marzo de 2017.

10

Técnica anterior

Un proceso de carbonilación de un método de metanol es conocido como un método industrial para producir ácido acético. En este procedimiento, por ejemplo, se hacen reaccionar metanol y monóxido de carbono en presencia de un catalizador en un recipiente de reacción para producir ácido acético. La mezcla de reacción obtenida se separa en un evaporador en una fase de vapor que contiene ácido acético y componentes de menor punto de ebullición y una fase de líquido residual que contiene ácido acético y el catalizador (véase el documento EP 2 653 459 A1). La fase de líquido residual se recicla al recipiente de reacción mientras la fase de vapor se separa por destilación en componentes de punto de ebullición más bajo y ácido acético crudo. El ácido acético crudo se purifica adicionalmente para obtener ácido acético del producto.

15

20

25

30

Este proceso de carbonilación del método de metanol tiene la ventaja principal de que el ácido acético puede producirse eficazmente a partir de materias primas baratas, pero presenta el problema de que el catalizador se precipita fácilmente. En este procedimiento, la prevención de la precipitación del catalizador es un desafío importante desde el punto de vista de asegurar la productividad mediante el mantenimiento de una concentración de catalizador en el recipiente de reacción y asegurar la operación de seguridad mediante la prevención de la variación de la concentración del catalizador en el recipiente de reacción. Entre otros, los retos más importantes son evitar la precipitación del catalizador en un evaporador donde el catalizador se precipita más fácilmente y mejorar el índice de reciclado del catalizador desde el fondo del evaporador al recipiente de reacción.

35

40

Se ha sabido hasta ahora que un estabilizador de catalizador tal como yoduro de litio está contenido en una solución de reacción con el fin de evitar la precipitación del catalizador. También se conoce una técnica para mejorar la estabilidad del monóxido de carbono y un complejo de un ion yoduro y un metal que implica introducir un gas que contiene monóxido de carbono al fondo de un evaporador para aumentar la presión parcial de CO o la cantidad de CO disuelto en una fracción inferior del evaporador. Por ejemplo, la Literatura de Patente 1 describe un método para evitar la precipitación del catalizador en una etapa de evaporación introduciendo una corriente de gas que contiene monóxido de carbono a una zona de separación en la etapa de transferir una solución de producto de carbonilación a la zona de separación mantenida a una presión menor que la de una zona de reacción, sometiendo una porción del producto de carbonilación a separación instantánea y haciendo circular una solución de producto de carbonilación sin separar a la zona de reacción.

Lista de Referencias

Literatura de Patente

45

Literatura de Patente 1: Publicación de patente japonesa abierta a inspección pública n.º 5-194300

Sumario de la invención**50 Problema técnico**

Sin embargo, en el método descrito anteriormente, la precipitación del catalizador en un evaporador no siempre se puede suprimir suficientemente, y se observa un fenómeno en el que se acumula un catalizador precipitado en el evaporador. Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un método para producir ácido acético, que suprime la precipitación del catalizador y la acumulación en un evaporador, puede reciclar eficientemente catalizadores a un recipiente de reacción y puede contribuir al mantenimiento y mejorar la productividad del ácido acético y asegurar la operación de seguridad.

55

Solución al Problema

60

Los presentes inventores han llevado a cabo estudios diligentes para alcanzar el objeto y, consecuentemente, completaron la presente invención descubriendo que un evaporador está provisto con una estructura de prevención de precipitación y acumulación de catalizador específica, con lo cual los catalizadores pueden reciclarse eficientemente a un recipiente de reacción y la disminución en la concentración del catalizador en el recipiente de reacción puede ser suprimida, y por lo tanto, esto puede contribuir al mantenimiento y mejora de la productividad de ácido acético y asegurar la operación de seguridad.

65

Específicamente, la presente invención proporciona un método para producir ácido acético, que comprende:

5 una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;
 una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador;
 una etapa de reciclado de la corriente de líquido residual para llevar de nuevo la corriente de líquido residual al
 10 recipiente de reacción; y
 una etapa de destilación de destilar la corriente de vapor para purificar ácido acético, en donde el evaporador tiene una parte del cuerpo conectada con una línea de alimentación de la mezcla de reacción, una parte superior conectada con una línea de descarga de la corriente de vapor y una parte inferior conectada con una línea de reciclado de la corriente de líquido residual, teniendo la parte del cuerpo una porción cilíndrica superior que tiene un diámetro grande, una porción cilíndrica inferior que tiene un pequeño diámetro y una
 15 porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida que une la porción cilíndrica superior y la porción cilíndrica inferior y tiene al menos una de las siguientes estructuras de prevención de precipitación y acumulación de catalizador (a) y (b):

20 (a) una estructura en la que un ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador es de 5° a 85° ; y
 (b) una estructura en la que un dispositivo antirremolino que comprende un cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino y una pata que soporta horizontalmente el cuerpo principal del dispositivo antirremolino está dispuesto de tal manera que el cuerpo principal del dispositivo antirremolino cubre directamente encima de la porción de conexión de la parte inferior del evaporador a la línea de reciclado de la
 25 corriente de líquido residual, y la estructura está diseñada de modo que una velocidad lineal r de la corriente de líquido residual que pasa a través de un espacio entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino y la superficie de fondo interior de la parte inferior del evaporador es mayor que 10 m/h.

30 El sistema catalizador puede comprender adicionalmente un yoduro iónico.

En la estructura (a), se prefiere que el ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador sea de 10° a 80° . El ángulo de inclinación θ es preferentemente de manera adicional de 20° a 75° , particularmente preferible de 30° a 75° .

35 En la estructura (b), se prefiere que la parte inferior del evaporador y/o la línea de reciclado de corriente de líquido residual se conecten adicionalmente con una línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono. En este caso, se prefiere que se introduzca un gas que contiene monóxido de carbono a no menos de 0,02 NL/kg con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada, de la línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

40 Se prefiere que la etapa de destilación comprenda una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente de cabeza (overhead stream) rica en al menos un componente de punto de ebullición más bajo seleccionado entre yoduro de metilo y acetaldehído y una corriente de ácido acético rica en ácido acético ácido. En este caso, el método puede tener una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar al menos acetaldehído de la corriente de cabeza.

45 Se prefiere que el método de producción de la presente invención comprenda adicionalmente una etapa de depuración de separar gas de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético mediante tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que contiene por lo menos ácido acético y/o metanol.

Efectos ventajosos de la invención

55 Según la presente invención, un evaporador tiene una estructura en la que un ángulo de inclinación de la superficie de la pared interior de una porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida que se une a una porción cilíndrica superior que tiene un diámetro grande y una porción cilíndrica inferior que tiene un diámetro pequeño en una parte del cuerpo de evaporador está en un intervalo específico, y/o una estructura diseñada de tal manera que una velocidad lineal de una corriente de líquido residual que pasa a través de un espacio entre un dispositivo antirremolino dispuesto en el evaporador y la superficie inferior del evaporador no sea menor que un valor
 60 específico. Por lo tanto, la precipitación del catalizador y la acumulación en el evaporador pueden suprimirse significativamente, y los catalizadores se pueden reciclar eficientemente al recipiente de reacción. Por lo tanto, la concentración del catalizador en el recipiente de reacción se mantiene constante. Esto puede hacer una contribución significativa al mantenimiento y a la mejora en la productividad del ácido acético y asegurar la operación de la
 65 seguridad.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama de flujo de producción de ácido acético que muestra una realización de la presente invención.

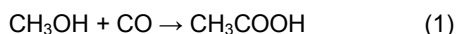
5 La figura 2 es una vista en sección transversal esquemática de un evaporador que muestra una realización de la presente invención.

10 La figura 3 es una vista en planta de un dispositivo antirremolino que se coloca en el evaporador que muestra una realización de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

15 La figura 1 es un diagrama de flujo de producción de ácido acético que muestra una realización de la presente invención. Un aparato de producción de ácido acético asociado con este flujo de producción de ácido acético tiene un recipiente de reacción 1, un evaporador 2, una columna de destilación 3, un decantador 4, una columna de destilación 5, una columna de destilación 6, una columna de resina de intercambio iónico 7, un sistema de depuración 8, un sistema de separación y eliminación de acetaldehído, condensadores 1a, 2a, 3a, 5a y 6a, un intercambiador de calor 2b, los rehervidores 3b, 5b y 6b, líneas 11 a 56 y una bomba 57 y está configurado para ser capaz de producir continuamente ácido acético. En el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente realización, se realizan una etapa de reacción, una etapa de evaporación (etapa flash), una primera etapa de destilación, una segunda etapa de destilación, una tercera etapa de destilación y una etapa de eliminación por adsorción en el recipiente de reacción 1, el evaporador 2, la columna de destilación 3, la columna de destilación 5, la columna de destilación 6 y la columna de resina de intercambio iónico 7, respectivamente. La primera etapa de destilación se denomina también etapa de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo, la segunda etapa de destilación se denomina también etapa de deshidratación y la tercera etapa de destilación se denomina también etapa de eliminación del componente de punto de ebullición más alto. La primera etapa de destilación, la segunda etapa de destilación y la tercera etapa de destilación se incluyen en la "etapa de destilación para purificar ácido acético" de acuerdo con la presente invención. En la presente invención, las etapas no se limitan a las descritas anteriormente y pueden excluir, en particular, el equipo de la columna de destilación 6, la columna de resina de intercambio iónico 7, el sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9 (columna de eliminación de acetaldehído, etc.).

35 El recipiente de reacción 1 es una unidad para realizar la etapa de reacción. Esta etapa de reacción es una etapa para producir continuamente ácido acético a través de una reacción (reacción de carbonilación de metanol) representada por la fórmula química (1) dada a continuación. En un estado de operación estable del aparato de producción de ácido acético, por ejemplo, está presente en el recipiente de reacción 1 una mezcla de reacción bajo agitación con un agitador. La mezcla de reacción contiene metanol y monóxido de carbono que son materias primas, un catalizador metálico, un co-catalizador, agua, un ácido acético objetivo de producción y diversos subproductos, y una fase líquida y una fase gaseosa están en equilibrio.



45 Las materias primas en la mezcla de reacción son metanol en estado líquido y monóxido de carbono en estado gaseoso. El metanol se alimenta continuamente a un caudal predeterminado al recipiente de reacción 1 desde un depósito de metanol (no mostrado) a través de la línea 11. El monóxido de carbono se alimenta continuamente a un caudal predeterminado al recipiente de reacción 1 desde un depósito de monóxido de carbono (no mostrado) a través de la línea 12. No se requiere necesariamente que el monóxido de carbono sea monóxido de carbono puro y puede contener, por ejemplo, otros gases tales como nitrógeno, hidrógeno, dióxido de carbono y oxígeno, en una pequeña cantidad (por ejemplo, no más del 5 % en masa, preferentemente no más del 1 % en masa).

50 El catalizador metálico en la mezcla de reacción promueve la reacción de carbonilación del metanol y, por ejemplo, se puede usar un catalizador de rodio o un catalizador de iridio. Por ejemplo, un complejo de rodio representado por la fórmula química $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]$ puede utilizarse como el catalizador de rodio. Por ejemplo, un complejo de iridio representado por la fórmula química $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}_2]$ puede utilizarse como el catalizador de iridio. Un catalizador de complejo metálico se prefiere como el catalizador metálico. La concentración (en términos de metal) del catalizador en la mezcla de reacción es, por ejemplo, de 200 a 5000 ppm en masa, preferentemente de 400 a 2000 ppm en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

60 El co-catalizador es un yoduro para ayudar a la acción del catalizador mencionado anteriormente, y, por ejemplo, se utiliza yoduro de metilo o un yoduro iónico. El yoduro de metilo puede exhibir el efecto de promover el efecto catalítico del catalizador mencionado anteriormente. La concentración del yoduro de metilo es, por ejemplo, de 1 a 20 % en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. El yoduro iónico es un yoduro que genera iones yoduro en una solución de reacción (en particular, un yoduro metálico iónico) y puede exhibir el efecto de estabilizar el catalizador mencionado anteriormente y el efecto de suprimir la reacción secundaria. Los ejemplos del yoduro iónico incluyen yoduros de metales alcalinos tales como yoduro de litio, yoduro de sodio y yoduro de

potasio. La concentración del yoduro iónico en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 1 a 25 % en masa, preferentemente 5 a 20 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Además, cuando se usa un catalizador de iridio o similar, por ejemplo, se puede usar un compuesto de rutenio o un compuesto de osmio como co-catalizador. La cantidad de estos compuestos a utilizar como cantidad total es, por ejemplo, de 0,1 a 30 moles (en términos de metal), preferentemente de 0,5 a 15 moles (en términos de metal) basados en 1 mol de iridio (en términos de metal).

El agua en la mezcla de reacción es un componente que es necesario para generar ácido acético en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol, y es necesaria también para solubilizar un componente soluble en agua en el sistema de reacción. La concentración de agua en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,1 a 15 % en masa, preferentemente 0,8 a 10 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. La concentración de agua preferentemente no es mayor del 15 % en masa para perseguir una producción de ácido acético eficiente reduciendo la energía requerida para la eliminación de agua en el curso de la purificación de ácido acético. Con el fin de controlar la concentración de agua, el agua puede ser alimentada continuamente en un caudal al recipiente de reacción 1.

El ácido acético en la mezcla de reacción incluye ácido acético suministrado por adelantado en el recipiente de reacción 1 antes de la operación del aparato de producción de ácido acético y el ácido acético generado como un producto principal de la reacción de carbonilación de metanol. Tal ácido acético puede funcionar como un disolvente en el sistema de reacción. La concentración de ácido acético en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 50 a 90 % en masa, preferentemente 60 a 80 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

Ejemplos de los subproductos principales contenidos en la mezcla de reacción incluyen acetato de metilo. Este acetato de metilo puede ser generado a través de la reacción entre ácido acético y metanol. La concentración de acetato de metilo en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,1 a 30 % en masa, preferentemente 1 a 10 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otro ejemplo de los subproductos contenidos en la mezcla de reacción incluye yoduro de hidrógeno. Este yoduro de hidrógeno se genera inevitablemente bajo el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol en el caso en que se utiliza el catalizador o el co-catalizador tal como se ha mencionado anteriormente. La concentración del yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,01 a 2 % en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otros ejemplos de los subproductos incluyen hidrógeno, metano, dióxido de carbono, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, éter dimetilico, ácido fórmico, ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de hexilo y yoduro de decilo.

En el recipiente de reacción 1 donde está presente la mezcla de reacción descrita anteriormente, la temperatura de reacción se ajusta, por ejemplo, a 150 hasta 250 °C. La presión de reacción como presión total se ajusta, por ejemplo, a 2,0 a 3,5 MPa (presión absoluta), y la presión parcial de monóxido de carbono se ajusta, por ejemplo, a 0,4 a 1,8 MPa (presión absoluta), preferentemente a 0,6 a 1,5 MPa (presión absoluta).

El vapor de una porción de fase gaseosa en el recipiente de reacción 1 durante el funcionamiento del aparato contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico. Este vapor se puede extraer del recipiente de reacción 1 por la línea 13. La presión interna del recipiente de reacción 1 se puede controlar mediante el ajuste de la cantidad de vapor retirado y, por ejemplo, la presión interna del recipiente de reacción 1 se mantiene constante. El vapor retirado del recipiente de reacción 1 se introduce en el condensador 1a.

El condensador 1a separa el vapor del recipiente de reacción 1 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se introduce en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 1a a través de la línea 14 y se recicla. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 1a a través de la línea 15. En el sistema de depuración 8, se separan y recuperan componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético) de la porción gaseosa del condensador 1a. En esta separación y recuperación, se utiliza en la presente realización un método húmedo que se realiza utilizando un líquido absorbente para capturar los componentes útiles en la porción gaseosa. Como líquido absorbente se prefiere un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético y/o metanol. El líquido absorbente puede contener acetato de metilo. Por ejemplo, se puede usar una porción condensada de un vapor de la columna de destilación 6 mencionada más adelante como líquido absorbente. En la separación y recuperación, se puede usar un método de adsorción por oscilación de presión. Los componentes útiles separados y recuperados (por ejemplo, yoduro de metilo) se introducen en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de la línea de reciclado 48 y se reciclan. Un gas después de la captura de los componentes útiles se descarta a través de la línea 49. El gas descargado desde la línea 49 puede utilizarse como una fuente de CO que se introducirá en la parte inferior 205 del evaporador 2 mencionada más adelante o en las líneas 18 y 19 de reciclado de la corriente de líquido residual. En cuanto al

tratamiento en el sistema de depuración 8 y posterior reciclado al recipiente de reacción 1 y desecho, lo mismo ocurre con las porciones gaseosas descritas más adelante que se alimentan al sistema de depuración 8 desde otros condensadores. Para el método de producción de la presente invención, se prefiere tener una etapa de depuración de separar gas de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético.

En el recipiente de reacción 1 durante el funcionamiento del aparato, como se ha mencionado anteriormente, se produce continuamente ácido acético. La mezcla de reacción que contiene dicho ácido acético se retira continuamente a un caudal predeterminado desde el recipiente de reacción 1 y se introduce en el siguiente evaporador 2 a través de la línea 16.

El evaporador 2 es una unidad para realizar la etapa de evaporación (etapa flash). Esta etapa de evaporación es una etapa para separar la mezcla de reacción introducida continuamente al evaporador 2 a través de la línea 16 (línea de alimentación de la mezcla de reacción), en una corriente de vapor (fase volátil) y una corriente de líquido residual (fase volátil baja) por evaporación parcial. La evaporación puede ser causada por la reducción de la presión sin calentar la mezcla de reacción, o la evaporación puede ser causada por la reducción de la presión mientras se calienta la mezcla de reacción. En la etapa de evaporación, la temperatura de la corriente de vapor es, por ejemplo, de 100 a 260 °C, preferentemente de 120 a 200 °C, y la temperatura de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 80 a 200 °C, preferentemente 100 °C a 180 °C. La presión interna del evaporador es, por ejemplo, de 50 a 1000 kPa (presión absoluta). La relación entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual a separar en la etapa de evaporación es, por ejemplo, de 10/90 a 50/50 (corriente de vapor/corriente de líquido residual) en términos de una proporción de masa. El vapor generado en esta etapa contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se retira continuamente a la línea 17 (línea de descarga de la corriente de vapor) del evaporador 2. Una porción de la corriente de vapor extraída del evaporador 2 se introduce continuamente en el condensador 2a, y otra porción de la corriente de vapor se introduce continuamente a la siguiente columna de destilación 3 a través de la línea 21. La concentración de ácido acético de la corriente de vapor es, por ejemplo, 50 a 85 % en masa, preferentemente 55 a 75 % en masa. La corriente de líquido residual generada en esta etapa contiene, por ejemplo, el catalizador y el co-catalizador (yoduro de metilo, yoduro de litio, etc.) contenidos en la mezcla de reacción, y agua, acetato de metilo, ácido acético, ácido fórmico y ácido propiónico que permanece sin ser volatilizado en esta etapa, y se introduce continuamente al intercambiador de calor 2b desde el evaporador 2 a través de la línea 18 utilizando la bomba 57. El intercambiador de calor 2b la corriente de líquido residual del evaporador 2. La corriente de líquido residual enfriado se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 desde el intercambiador de calor 2b a través de la tubería 19 y se recicla. La línea 18 y la línea 19 se denominan colectivamente líneas de reciclado de la corriente de líquido residual. La concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, del 55 al 90 % en masa, preferentemente del 60 al 85 % en masa.

La figura 2 es una vista en sección transversal esquemática de un evaporador que muestra una realización de la presente invención. El evaporador 2 tiene una parte del cuerpo conectada con la línea de alimentación de la mezcla de reacción 16, una parte superior 201 conectada con la línea de descarga de la corriente de vapor 17 y una parte inferior 205 conectada con la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18. La parte del cuerpo tiene una porción cilíndrica superior 202 que tiene un diámetro grande, una porción cilíndrica inferior 204 que tiene un diámetro pequeño y una porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203 que une la porción cilíndrica superior 202 y la porción cilíndrica inferior 204. La mezcla de reacción del recipiente de reacción 1 se introduce en el evaporador 2 a partir de la línea de alimentación de la mezcla de reacción 16, y una porción de la mezcla de reacción se evapora en un vapor, el cual es descargado de la línea de descarga de la corriente de vapor 17. Un componente que no ha sido evaporado en la mezcla de reacción se retiene en la porción cilíndrica inferior 204 y se lleva como una fracción inferior del evaporador (corriente de líquido residual) al recipiente de reacción 1 a través de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18 conectada a la parte inferior 205, y la línea 19. La porción cilíndrica superior 202 funciona como espacio para alimentar con un vapor y la porción cilíndrica inferior 204 funciona como un depósito para un líquido residual que no ha sido volatilizado. Por lo tanto, la porción cilíndrica superior 202 está diseñada para tener un diámetro grande, y la porción cilíndrica inferior 204 está diseñada para tener un diámetro pequeño.

Se prefiere que la parte inferior 205 del evaporador 2 y/o la línea de reciclado de la corriente de líquido residual (línea 18 y/o línea 19) estén conectadas con una línea de introducción de gas que contenga monóxido de carbono 54 para introducir gas que contiene monóxido de carbono. El monóxido de carbono se introduce a un líquido residual retenido en la porción cilíndrica inferior 204 del evaporador 2 o a una corriente de líquido residual que pasa a través de las líneas 18 y 19 de reciclado de la corriente de líquido residual (particularmente la línea 18) para aumentar de este modo la cantidad de monóxido de carbono disuelto en la corriente de líquido residual. De este modo, se mejora la estabilidad del catalizador y se puede prevenir la precipitación y acumulación del catalizador. El contenido del monóxido de carbono en el gas que contiene el monóxido de carbono que se va a introducir es, por ejemplo, no menor al 10 % en masa, preferentemente no menor al 20 % en masa, preferentemente no menor al 40 % en masa, y preferentemente no menor del 60 % en masa.

En el evaporador 2, se prefiere que un dispositivo antirremolino x se disponga cerca de la parte inferior 205 del evaporador 2 con el fin de impedir que un vapor temporalmente volatilizado fluya hacia la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18 debido al arrastre por un líquido que no se ha volatilizado. Si una gran cantidad de gas fluye hacia la parte inferior 205, la bomba 57 (bomba de circulación del catalizador) para enviar la corriente de líquido residual al recipiente de reacción 1 podría causar cavitación, dando como resultado la rotura de la bomba. La Figura 3 es una vista en planta (vista desde arriba) de un dispositivo antirremolino que se coloca en el evaporador mostrando una realización de la presente invención. El dispositivo antirremolino x consta de un cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino 206 y patas 207 para soportar horizontalmente el cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206. Se prefiere una pluralidad de patas 207 para la estabilización. Las patas 207 pueden fijarse a la superficie inferior interior de la parte inferior 205 del evaporador 2. Se prefiere que el cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino 206 se disponga de manera que cubra justo encima de la porción de conexión de la parte inferior 205 del evaporador 2 a la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18. El cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino 206 puede tener una forma de placa plana o puede tener una forma de placa que tiene una superficie convexa-curva inferior o superior.

En la presente invención, el evaporador 2 tiene al menos una de las siguientes estructuras de prevención de precipitación y acumulación de catalizador (a) y (b):

(a) una estructura donde un ángulo de inclinación (ángulo con respecto al plano horizontal) θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203 del evaporador 2 es de 5° a 85° ; y

(b) una estructura en la que el dispositivo antirremolino x que consiste en el cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino 206 y las patas 207 que soportan horizontalmente el cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 está dispuesto de tal manera que el cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 cubre justo encima la porción de conexión de la parte inferior 205 del evaporador a la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18, y la estructura está diseñada de tal manera que una velocidad lineal r de la corriente de líquido residual que pasa a través de un espacio c entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 y la superficie inferior interior de la parte inferior del evaporador 205 es más grande a 10 m/h.

En el caso en el que el evaporador 2 tiene la estructura (a), incluso si un catalizador precipitado en el evaporador 2 se acumula en la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203, dicho catalizador es arrastrado por un líquido no volatilizado que cae en la mezcla de reacción introducido a partir de la línea 16 y llega a la parte inferior 205 del evaporador 2, ya que el ángulo de inclinación de la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 no es menor al valor dado. A continuación, el catalizador se recicla al recipiente de reacción 1 a través de las líneas de reciclado de corriente de líquido residual 18 y 19. Las partículas finas del catalizador precipitado reciclado al recipiente de reacción 1 sin permanecer en el evaporador 2 se vuelven a disolver en el recipiente de reacción 1 que tiene una presión parcial de monóxido de carbono alta. Como resultado, se suprime la disminución en la concentración de catalizador en el recipiente de reacción. De este modo, puede evitarse la reducción o variación en la cantidad de ácido acético producida. El ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203 puede estar en el intervalo de 5° a 85° . El límite inferior del ángulo de inclinación θ es preferentemente de 10° , más preferentemente de 20° , aún más preferentemente de 30° , particularmente preferible de 35° (en particular 40°), y el límite superior del ángulo de inclinación θ es preferentemente 80° , más preferentemente 75° , más preferentemente 70° . Si el ángulo de inclinación θ es inferior a 5° , el catalizador precipitado se deposita fácilmente sobre la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203. De este modo, se disminuye la cantidad de catalizador reciclado al recipiente de reacción 1 para disminuir la concentración de catalizador en el recipiente de reacción 1, dando como resultado una reducción en la cantidad de ácido acético producida. No se prefiere un ángulo de inclinación θ de más de 85° porque la longitud en la dirección de la altura de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203 se incrementa de manera que se aumenta el tamaño total del evaporador 2.

En el caso en el que el evaporador 2 tiene la estructura (b), incluso si se precipita un catalizador en la proximidad de la parte inferior 205 del evaporador 2, el catalizador precipitado es vigorosamente arrastrado por la corriente de líquido residual y fluye hacia la línea de reciclado de corriente de líquido residual 18, ya que la velocidad lineal r de la corriente de líquido residual que pasa a través del espacio c entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 y la superficie inferior interior de la parte inferior del evaporador 205 es grande. A continuación, el catalizador se recicla al recipiente de reacción 1 a través de la línea 19. El catalizador precipitado así reciclado se vuelve a disolver en el recipiente de reacción 1 como se ha descrito anteriormente. Por lo tanto, la concentración de catalizador en el recipiente de reacción 1 puede mantenerse en el valor deseado. De este modo, puede evitarse la reducción o variación en la cantidad de ácido acético producida. Particularmente, en el caso en el que se introduce un gas que contiene monóxido de carbono en la parte inferior del evaporador 2 o en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19, se evita que el gas monóxido de carbono ascienda en el evaporador 2, a una velocidad lineal rápida r de la corriente de líquido residual y fluye fácilmente en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19 desde la parte inferior 205 del evaporador 2. Por lo tanto, las concentraciones de monóxido de carbono (cantidades de monóxido de carbono disueltas) en la parte inferior 205 del evaporador 2 y las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19 donde la precipitación del

catalizador se produce significativamente se elevan para mejorar la estabilidad del catalizador. Por lo tanto, la reducción o variación en la cantidad de ácido acético producida en el recipiente de reacción 1 puede evitarse con mayor fiabilidad. La velocidad lineal r puede ser un valor superior a 10 m/h y preferentemente no inferior a 20 m/h, más preferentemente no inferior a 30 m/h, aún más preferentemente no inferior a 50 m/h, particularmente de preferencia no menor a 80 m/h (en particular, no inferior a 100 m/h). El límite superior de r es, por ejemplo, 6000 m/h (particularmente, 4000 m/h).

En el caso en que la velocidad lineal r no sea superior a 10 m/h, la proporción de un catalizador precipitado que fluye hacia la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18 debido al arrastre por la corriente de líquido residual disminuye. Por lo tanto, la cantidad de catalizador reciclado al recipiente de reacción 1 también disminuye de manera que disminuye la cantidad de ácido acético producida. También, incluso en el caso en que se introduzca un gas que contiene monóxido de carbono en la parte inferior 205 del evaporador 2 o en las líneas de reciclado de corriente de líquido residual 18 y 19, el gas que contiene monóxido de carbono introducido asciende fácilmente en el evaporador 2 cuando la velocidad lineal r no es superior a 10 m/h. De este modo, el gas que contiene monóxido de carbono se mueve, junto con el gas de evaporación instantánea del evaporador 2, a la siguiente etapa (columna de destilación (columna de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo) 3 o condensador (condensador de eliminación de calor) 2a). Por lo tanto, se reduce el efecto (efecto estabilizador del catalizador) de la introducción de monóxido de carbono. En el caso en que la velocidad lineal r es demasiado grande, la pérdida de presión se incrementa de manera que no se podría reciclar una corriente de líquido residual generada. Alternativamente, surge la necesidad de aumentar la profundidad del líquido en el evaporador 2. La velocidad lineal r (m/h) se determina al dividir la cantidad de la corriente de líquido residual descargada (caudal de un líquido que fluye a través de la línea de reciclado de corriente de líquido residual 18) (m^3/h) por un producto de la longitud (distancia) (m) del espacio c entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 y la superficie inferior interior de la parte inferior del evaporador 205 y la longitud circunferencial (m) del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206. La velocidad lineal r puede ajustarse al cambiar la longitud (distancia) del espacio c o la longitud circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206.

En el caso de introducir un gas que contiene monóxido de carbono en la parte inferior 205 del evaporador 2 o en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19, la cantidad total del gas que contiene monóxido de carbono introducido es, por ejemplo, 0,02 NL (lecho normal)/kg, preferentemente no menor de 0,05 NL/kg, más preferentemente no menor de 0,1 NL/kg, con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada (caudal de un líquido que fluye a través de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual residual 18). El límite superior de la cantidad de gas que contiene monóxido de carbono introducido es, por ejemplo, 5 NL/kg (preferentemente 3 NL/kg, más preferentemente 1 NL/kg). Si la cantidad de gas que contiene monóxido de carbono introducido es demasiado pequeña, la cantidad de CO disuelto disminuye de manera que el catalizador se vuelve fácilmente inestable. En el caso en que la cantidad de gas que contiene monóxido de carbono introducido es demasiado grande, la bomba 57 podría causar cavitación y romperse.

En el método de producción de la presente invención, a una velocidad lineal rápida r' de la corriente de líquido residual que pasa a través de las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19, incluso si se precipita un catalizador, el catalizador precipitado es transportado al recipiente de reacción 1 mientras que es arrastrado por la corriente de líquido residual que tiene la velocidad lineal rápida. Por lo tanto, se puede evitar que el catalizador precipitado se acumule en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19. Se prefiere que la velocidad lineal r' sea superior a 10 m/h en no menos del 80 % (preferentemente no menos del 90 %, más preferentemente no menos del 95 %) de todo el canal desde el fondo (punto de origen de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual 18) de la parte inferior del evaporador 205 al recipiente de reacción 1. La velocidad lineal r' es más preferentemente no menor a 100 m/h, adicionalmente de preferencia no menor a 500 m/h, particularmente de preferencia no menor a 1000 m/h, más preferentemente no menor a 2000 m/h. La velocidad lineal r' (m/h) se determina al dividir la cantidad de corriente de líquido residual reciclada (caudal de un líquido que fluye a través de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual) (m^3/h) por el área en sección transversal (m^2) de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual.

Incluso en el caso en el que el evaporador 2 sólo tiene una de la estructura (a) y la estructura (b), la precipitación del catalizador y la acumulación en el evaporador 2 pueden suprimirse en gran medida. Sin embargo, la precipitación del catalizador y la acumulación en el evaporador 2 que tiene tanto la estructura (a) como la estructura (b) pueden disminuir significativamente. Por lo tanto, la productividad del ácido acético en el recipiente de reacción 1 y la seguridad operativa se pueden mejorar drásticamente.

El condensador 2a separa la corriente de vapor del evaporador 2 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se introduce en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 2a a través de la línea 22 y 23 y se recicla. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 2a a través de las líneas 20 y 15. Dado que la reacción para producir ácido acético en la etapa de reacción mencionada

anteriormente es una reacción exotérmica, una porción de calor acumulada en la mezcla de reacción se transfiere al vapor generado a partir de la mezcla de reacción en la etapa de evaporación (etapa flash). La porción condensada generada por el enfriamiento de este vapor en el condensador 2a se recicla al recipiente de reacción 1. Específicamente, en este aparato de producción de ácido acético, el calor generado a través de la reacción de carbonilación de metanol se elimina eficazmente en el condensador 2a.

La columna de destilación 3 es una unidad para llevar a cabo la primera etapa de destilación y sirve como la denominada columna de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo en la presente realización. La primera etapa de destilación es la etapa de someter la corriente de vapor introducida continuamente a la columna de destilación 3 a un tratamiento de destilación para separar y eliminar los componentes de punto de ebullición inferior. Más específicamente, en la primera etapa de destilación, la corriente de vapor se separa por destilación en una corriente de cabeza rica en al menos un componente de punto de ebullición más bajo seleccionado entre yoduro de metilo y acetaldehído, y una corriente de ácido acético rica en ácido acético. La columna de destilación 3 consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 3, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,5 a 3000 según el número teórico de platos. Al interior de la columna de destilación 3, la presión superior de columna se ajusta, por ejemplo, de 80 a 160 kPa (presión manométrica) y la presión inferior de columna es mayor que la presión superior de columna y se ajusta por ejemplo de 85 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 3, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura inferior al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna determinada y se ajusta de 90 a 130 °C y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura no menor al punto de ebullición del ácido acético a la presión inferior de la columna determinada y se ajusta de 120 a 165 °C.

La corriente de vapor del evaporador 2 se introduce continuamente en la columna de destilación 3 a través de la línea 21. Desde la parte superior de columna de la columna de destilación 3, un vapor como la corriente de cabeza se retira continuamente a la línea 24. Desde la parte inferior de columna de la columna de destilación 3, una fracción inferior se retira continuamente a la línea 25. 3b denota un rehervidor. Desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de columna de la columna de destilación 3, la corriente de ácido acético (primera corriente de ácido acético; líquido) como corriente lateral se retira continuamente a través de la línea 27.

El vapor retirado de la parte superior de columna de la columna de destilación 3 contiene una mayor cantidad de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes de menor punto de ebullición) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Este vapor también contiene ácido acético. Este vapor se introduce continuamente en el condensador 3a a través de la línea 24.

El condensador 3a separa el vapor de la columna de destilación 3 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se introduce continuamente en el decantador 4 desde el condensador 3a a través de la línea 28. La porción condensada introducida en el decantador 4 se separa en una fase acuosa (fase superior) y una fase orgánica (fase de yoduro de metilo, fase inferior). La fase acuosa contiene agua y, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. La fase orgánica contiene, por ejemplo, yoduro de metilo y, por ejemplo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. En la presente realización, una porción de la fase acuosa se refluye a la columna de destilación 3 a través de la línea 29 y otra porción de la fase acuosa se introduce en el recipiente de reacción 1 a través de las líneas 29, 30 y 23 y se recicla. Una porción de la fase orgánica se introduce en el recipiente de reacción 1 a través de las líneas 31 y 23 y se recicla. Se introduce otra porción de la fase orgánica y/o una porción restante de la fase acuosa se introduce en el sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9 a través de las líneas 31 y 50 y/o de las líneas 30 y 51.

En la etapa de separación y eliminación de acetaldehído utilizando el sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9, el acetaldehído contenido en la fase orgánica y/o la fase acuosa se separa y se elimina por un método conocido en la técnica, por ejemplo destilación, extracción o combinación de las mismas. El acetaldehído separado se descarga al exterior del aparato a través de la línea 53. Los componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo) contenidos en la fase orgánica y/o la fase acuosa se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 52 y 23 y se reutilizan.

La porción gaseosa generada en el condensador 3a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 3a a través de las líneas 32 y 15. Por ejemplo, el yoduro de metilo, el yoduro de hidrógeno, el agua, el acetato de metilo, el ácido acético, el éter dimetilico, el metanol, el acetaldehído y el ácido fórmico en la porción gaseosa que ha entrado en el sistema de lavado 8 se absorben en un líquido absorbente en el sistema de

depuración 8. El yoduro de hidrógeno genera yoduro de metilo mediante reacción con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente. A continuación, una porción líquida que contiene componentes útiles tales como el yoduro de metilo se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se reutiliza.

5 La fracción inferior retirada de la parte inferior de columna de la columna de destilación 3 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes de punto de ebullición mayor) que el del ácido acético en comparación con la corriente de cabeza y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico y el catalizador y co-catalizador retenidos antes mencionados. La fracción inferior también contiene, por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, y agua. En la presente realización, una porción de tal una fracción inferior se introduce continuamente al evaporador 2 a través de las líneas 10 25 y 26 y se recicla, y otra porción de la fracción inferior se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 por medio de las líneas 25 y 23 y se recicla.

15 La primera corriente de ácido acético extraída continuamente, como una corriente lateral, de la columna de destilación 3 está más enriquecida con ácido acético que con la corriente de vapor continuamente introducida en la columna de destilación 3. Específicamente, la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la corriente de vapor. La concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es por ejemplo, de 90 al 99,9 % en masa, preferentemente del 93 al 99 % en masa. Además, la primera corriente de ácido acético contiene, además de ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico. La posición de conexión de la línea 27 a la columna de destilación 3 puede ser, como se muestra en el dibujo, superior a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 en la dirección de la altura de la columna de destilación 3, pero puede ser inferior a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 o puede ser la misma que la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce continuamente a un caudal predeterminado a la siguiente columna de destilación 5 a través de la línea 27.

30 A la primera corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 27, el hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse a través de la línea 55 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse, por ejemplo, como una solución tal como una solución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuirse por la alimentación o adición de hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético. Específicamente, el yoduro de hidrógeno reacciona con el hidróxido de potasio para formar yoduro de potasio y agua. Esto puede reducir la corrosión de un aparato tal como una columna de destilación atribuible al yoduro de hidrógeno. En este procedimiento, el hidróxido de potasio puede ser alimentado o añadido a un sitio apropiado donde está presente yoduro de hidrógeno. El hidróxido de potasio añadido durante el proceso también reacciona con ácido acético para formar acetato de potasio.

40 La columna de destilación 5 es una unidad para llevar a cabo la segunda etapa de destilación y sirve como la denominada columna de deshidratación en la presente realización. La segunda etapa de destilación es una etapa para purificar más el ácido acético mediante el tratamiento de de destilación de la primera corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 5. La columna de destilación 5 consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 5, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3000 según el número teórico de platos. Al interior de la columna de destilación 5 en la segunda etapa de destilación, la presión de la parte superior de la columna se fija a por ejemplo 45 150 a 250 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de columna es mayor que la presión superior de la columna y se fija a, por ejemplo, 160 a 290 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 5 en la segunda etapa de destilación, la temperatura en la parte superior de la columna es, por ejemplo, 50 una temperatura mayor al punto de ebullición del agua e inferior al punto de ebullición del ácido acético a la presión fijada en la parte superior de la columna y se ajusta a 130 a 160 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura no menor al punto de ebullición del ácido acético a la presión fijada en la parte inferior de la columna y se ajusta a 150 a 175 °C.

55 Un vapor como corriente de cabeza se retira continuamente a la línea 33 desde la parte superior de columna de la columna de destilación 5. Una fracción inferior se retira continuamente a la línea 34 desde la parte inferior de columna de la columna de destilación 5. 5b denota un rehervidor. Una corriente lateral (líquido o gas) puede retirarse continuamente a la línea 34 desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de destilación 5.

60 El vapor retirado de la parte superior de columna de la columna de destilación 5 contiene una mayor cantidad de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes de menor punto de ebullición) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Tal un vapor se introduce continuamente en el condensador 5a a través de la línea 33.

65

- El condensador 5a separa el vapor de la columna de destilación 5 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada contiene, por ejemplo, agua y ácido acético. Una porción de la porción condensada se refluye continuamente a la columna de destilación 5 desde el condensador 5a a través de la línea 35. Otra porción de la porción condensada se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 5a a través de las líneas 35, 36 y 23 y se recicla. La porción gaseosa generada en el condensador 5a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 5a a través de las líneas 37 y 15. El yoduro de hidrógeno en la parte gaseosa que ha entrado en el sistema de depuración 8 es absorbido por un líquido absorbente en el sistema de depuración 8. El yoduro de metilo se genera mediante la reacción del yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente. A continuación, una porción líquida que contiene componentes útiles tales como el yoduro de metilo se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se reutiliza.
- La fracción inferior (o la corriente lateral) retirada de la parte inferior de columna de la columna de destilación 5 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes de punto de ebullición mayor) que el del ácido acético en comparación con la corriente de cabeza de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico, acetato de potasio (en el caso de suministrar hidróxido de potasio a la línea 27, etc.) y el catalizador y co-catalizador retenidos antes mencionados. Esta fracción inferior contiene ácido acético y puede contener adicionalmente yoduro de hidrógeno. Dicha fracción inferior (o una corriente lateral) se introduce continuamente en la forma de una segunda corriente de ácido acético a la siguiente columna de destilación 6 a través de la línea 34.
- La segunda corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de destilación 5. Específicamente, la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es por ejemplo, 99,1 a 99,99 % en masa mientras sea mayor que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. También, la segunda corriente de ácido acético puede contener, como se ha descrito anteriormente, además de ácido acético, por ejemplo, ácido propiónico y yoduro de hidrógeno. En la presente realización, en el caso de retirar una corriente lateral, la posición de retirada de la corriente lateral de la columna de destilación 5 es menor que la posición de introducción de la primera corriente de ácido acético a la columna de destilación 5 en la dirección de la altura de la columna de destilación 5.
- A la segunda corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 34, el hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse a través de la línea 56 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse, por ejemplo, como una solución tal como una solución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético puede disminuirse por la alimentación o adición de hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, el yoduro de hidrógeno reacciona con el hidróxido de potasio para formar yoduro de potasio y agua. Esto puede reducir la corrosión de un aparato tal como una columna de destilación atribuible al yoduro de hidrógeno.
- La columna de destilación 6 es una unidad para llevar a cabo la tercera etapa de destilación y sirve como la denominada columna de eliminación del componente de punto de ebullición mayor en la presente realización. La tercera etapa de destilación es una etapa para purificar más el ácido acético mediante el tratamiento de purificación de la segunda corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 6. La columna de destilación 6 consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 6, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3000 según el número teórico de platos. Al interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la presión de la parte superior de la columna se fija a por ejemplo -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de la columna es mayor que la presión de la parte superior de la columna y se fija a, por ejemplo, -90 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la temperatura en la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición del agua e inferior al punto de ebullición del ácido acético a la presión fijada en la parte superior de la columna y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura en la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición del ácido acético a la presión fijada en la parte inferior de la columna y se ajusta de 70 a 160 °C.
- Un vapor como corriente de cabeza se retira continuamente a la línea 38 desde la parte superior de columna de la columna de destilación 6. Una fracción inferior se retira continuamente a la línea 39 desde la parte inferior de columna de la columna de destilación 6. 6b denota un rehervidor. Una corriente lateral (líquido o gas) se retira continuamente a la línea 46 desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de destilación 6. La posición de conexión de la línea 46 a la columna de destilación 6 puede ser, como se muestra en el dibujo, superior a la posición de conexión de la línea 34 a la columna de destilación 6 en la dirección de la altura de la columna de destilación 6, pero puede ser inferior a la posición de conexión de la línea 34 a la columna de destilación 6 o puede ser la misma que la posición de conexión de la línea 34 a la columna de

destilación 6.

El vapor retirado de la parte superior de columna de la columna de destilación 6 contiene una mayor cantidad de componentes que tienen un punto de ebullición inferior (componentes de menor punto de ebullición) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 6 y contiene, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Tal un vapor se introduce continuamente en el condensador 6a a través de la línea 38.

El condensador 6a separa el vapor de la columna de destilación 6 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada contiene, además de ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol y ácido fórmico. Por lo menos una porción de la porción condensada se refluje continuamente a la columna de destilación 6 desde el condensador 6a a través de la línea 40. Una porción (destilado) de la porción condensada puede reciclarse a la primera corriente de ácido acético en la línea 27 antes de su introducción en la columna de destilación 5 desde el condensador 6a a través de las líneas 40, 41 y 42. Junto con esto o en lugar de esto, una porción (destilado) de la porción condensada puede ser reciclada a la corriente de vapor en la línea 21 antes de la introducción a la columna de destilación 3 desde el condensador 6a a través de las líneas 40, 41 y 43. También, una porción (destilado) de la porción condensada puede reciclarse al recipiente de reacción 1 desde el condensador 6a a través de las líneas 40, 44 y 23. Además, como se mencionó anteriormente, una porción del destilado del condensador 6a puede ser alimentada al sistema depurador 8 y usarse como un líquido absorbente en el sistema. En el sistema de depuración 8, una porción gaseosa después de la absorción de una porción útil se descarga al exterior del aparato. A continuación, una porción líquida que contiene los componentes útiles se introduce o se recicla en un recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 por medio de las líneas de reciclado 48 y 23 y se reutiliza. Además, una porción del destilado procedente del condensador 6a puede llevarse a varias bombas (no mostradas) que funcionan en el aparato, a través de líneas (no mostradas) y usarse como soluciones de sellado en esas bombas. Además, una porción del destilado procedente del condensador 6a puede retirarse de forma constante hacia el exterior del aparato a través de una línea de extracción unida a la línea 40, o puede retirarse de forma no constante al exterior del aparato cuando sea necesario. En el caso en que una porción (destilado) de la porción condensada se elimina del sistema de tratamiento de destilación en la columna de destilación 6, la cantidad del destilado (proporción del destilado) es, por ejemplo, de 0,01 a 30 % en masa, preferentemente 0,1 a 10 % en masa, más preferentemente 0,3 a 5 % en masa, aún más preferentemente 0,5 a 3 % en masa, del condensado generado en el condensador 6a. Por otro lado, la porción gaseosa generada en el condensador 6a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetílico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 6a a través de las líneas 45 y 15.

La fracción inferior extraída de la parte inferior de columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 contiene una mayor cantidad de componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes de punto de ebullición mayor) que el del ácido acético en comparación con la corriente de cabeza de la columna de destilación 6 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico y acetato de potasio (en el caso de la alimentación de hidróxido de potasio a la línea 34, etc.). Además, la fracción inferior extraída de la parte inferior de columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 contiene también, por ejemplo, un metal corroído formado en y liberado de la pared interior de un miembro que constituye este aparato de producción de ácido acético, y un compuesto de yodo derivado del yodo corrosivo y del metal corroído. En la presente realización, dicha una fracción inferior se descarga al exterior del aparato de producción de ácido acético.

La corriente lateral continuamente extraída a la línea 46 desde la columna de destilación 6 se introduce continuamente como una tercera corriente de ácido acético a la siguiente columna de resina de intercambio iónico 7. Esta tercera corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la segunda corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de destilación 6. Específicamente, la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético es por ejemplo, 99,8 a 99,999 % en masa mientras sea mayor que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. En la presente realización, la posición de retirada de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es mayor que la posición de introducción de la segunda corriente de ácido acético a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6. En otra realización, la posición de retirada de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es la misma o menor que la posición de introducción de la segunda corriente de ácido acético a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6. En lugar de la columna de destilación 6 se puede utilizar un simple destilador (evaporador). Además, la columna de destilación 6 puede omitirse siempre que la eliminación de impurezas en la columna de destilación 5 se lleve a cabo adecuadamente.

La columna de resina de intercambio iónico 7 es una unidad de purificación para llevar a cabo la etapa de eliminación por adsorción. Esta etapa de eliminación por adsorción es una etapa para purificar adicionalmente ácido acético mediante la eliminación por adsorción de, principalmente, yoduros de alquilo (yoduro de hexilo, yoduro de decilo, etc.) contenidos en una cantidad muy pequeña en la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de resina de intercambio iónico 7. En la columna de resina de intercambio iónico 7, una

resina de intercambio iónico que tiene la capacidad de adsorber yoduros de alquilo se empaca en la columna para establecer un lecho de resina de intercambio iónico. Los ejemplos de tal una resina de intercambio iónico pueden incluir resinas de intercambio catiónico en las que una porción de protones de salida en un grupo de intercambio tal como un grupo de ácido sulfónico, un grupo carboxilo, o un grupo de ácido fosfónico se sustituye por un metal tal como plata o cobre. En la etapa de eliminación por adsorción por ejemplo, la tercera corriente de ácido acético (líquido) fluye a través de la parte interna de la columna de resina de intercambio iónico 7 empacada con tal una resina de intercambio iónico y en el curso de este flujo, las impurezas tales como los yoduros de alquilo en la tercera corriente de ácido acético se adsorben a la resina de intercambio iónico y se remueven de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio iónico 7 en la etapa de eliminación por adsorción, la temperatura interna es por ejemplo, de 18 a 100 °C y la velocidad de la corriente de ácido acético [el rendimiento de ácido acético por m³ de volumen de resina (m³/h)] es, por ejemplo, 3 a 15 m³/h·m³ (volumen de resina).

Una cuarta corriente de ácido acético se conduce continuamente a la línea 47 desde el extremo inferior de la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. Específicamente, la cuarta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético en la cuarta corriente de ácido acético puede ser por ejemplo, 99,9 a 99,999 % en masa o menos de este rango en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. En este método de producción, la cuarta corriente de ácido acético puede ser retenida en un tanque de producto (no se muestra).

En este aparato de producción de ácido acético, se puede disponer una denominada columna de producto o columna de acabado que es una columna de destilación como unidad de purificación para purificar adicionalmente la cuarta corriente de ácido acético de la columna de resina de intercambio iónico 7. En el caso en el que se dispone dicha columna de producto, la columna de producto consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de producto, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,5 a 3000 según el número teórico de platos. Al interior de la columna de producto en el paso de purificación, la presión en la parte superior de columna se ajusta, por ejemplo, de -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión en la parte inferior de columna es mayor que la presión superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -190 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de producto, la temperatura en la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura superior al punto de ebullición del agua e inferior al punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte superior de columna fijada y se ajusta a 50 a 150 °C, y la temperatura de la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición de ácido acético a la presión de la parte inferior de columna fijada y se ajusta a 70 a 160 °C. En lugar de la columna de producto o de la columna de acabado se puede utilizar un destilador simple (evaporador).

En el caso de disponer la columna de producto, la totalidad o una porción de la cuarta corriente de ácido acético (líquido) de la columna de resina de intercambio iónico 7 se introduce continuamente en la columna de producto. Se retira continuamente un vapor como corriente de cabeza que contiene una cantidad muy pequeña de componentes de punto de ebullición más bajo (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, crotonaldehído, acetaldehído y ácido fórmico) desde la parte superior de columna de dicha columna de producto. Este vapor se separa en una porción condensada y una porción gaseosa en un condensador predeterminado. Una porción de la porción condensada se refluja continuamente a la columna de producto, y otra porción de la porción condensada puede reciclarse al recipiente de reacción 1 o desecharse al exterior del sistema, o ambos. La porción gaseosa se alimenta al sistema de depuración 8. Una fracción inferior que contiene una cantidad muy pequeña de componentes de punto de ebullición más alto se retira continuamente desde la parte inferior de columna de la columna de producto. Esta fracción inferior se recicla a, por ejemplo, la segunda corriente de ácido acético en la línea 34 antes de su introducción en la columna de destilación 6. Una corriente lateral (líquido) se retira continuamente como una quinta corriente de ácido acético desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de producto. La posición de retirada de la corriente lateral de la columna de producto es menor que, por ejemplo, la posición de introducción de la cuarta corriente de ácido acético a la columna de producto en la dirección de la altura de la columna de producto. La quinta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la cuarta corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de producto. Específicamente, la concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético en la quinta corriente de ácido acético puede ser por ejemplo, 99,9 a 99,999% en masa o no menos de este rango en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. Esta quinta corriente de ácido acético se retiene en, por ejemplo, un tanque de producto (no se muestra). La columna de resina de intercambio iónico 7 puede colocarse después de la columna de producto en lugar de (o además de) su colocación corriente abajo de la columna de destilación 6 para tratar la corriente de ácido acético de la columna de producto.

Ejemplos

De aquí en adelante, la presente invención se describirá con mayor detalle con referencia a los ejemplos. Sin

embargo, la presente invención no está prevista para limitarse por estos ejemplos.

Ejemplo 1

5 Se realizó un experimento en una planta de escala banco con base en el flujo de producción de ácido acético de la figura 1. Yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, yoduro de litio y catalizador de rodio ($[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2^-]$) se suministraron en el recipiente de reacción 1 a una presión total de 2,8 MPa (presión manométrica) y 187 °C, y metanol y monóxido de carbono [presión parcial de CO del recipiente de reacción (presión absoluta): 1,2 MPa] se hicieron reaccionar continuamente para aislar un líquido de la mezcla de reacción (7,9 % en masa de yoduro de metilo, 2,6 % en masa de agua, 2,0 % en masa de acetato de metilo, ácido acético (balance), 13,9 % en masa de yoduro de litio, y 910 ppm en masa del catalizador de rodio). El líquido de la mezcla de reacción obtenido se evaporó [presión: 0,15 MPa (presión manométrica), temperatura: 143 °C] en el evaporador 2 mostrado en la Figura 2. Se alimentó un vapor (componente volátil) del evaporador 2 a la columna de destilación 3 y se destiló para obtener ácido acético crudo como la corriente lateral 27. Los componentes distintos al ácido acético crudo se reciclaron al recipiente de reacción 1. La composición de un líquido residual (fracción inferior) que no se volatilizó en el evaporador 2 fue 1,1 % en masa de yoduro de metilo, 2,7 % en masa de agua, 1,1 % en masa de acetato de metilo, ácido acético (balance), 18 % en masa de yoduro de litio y 1290 ppm en masa (basado en Rh) del catalizador de rodio. La fracción inferior del evaporador 2 se recicló al recipiente de reacción 1 a través de las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19 usando la bomba de circulación del catalizador 57. Cuando la cantidad de líquido de la mezcla de reacción alimentada al evaporador 2 se definió como 100 partes en masa, la cantidad de la fracción inferior del evaporador 2 correspondió a 76 partes en masa. Las 24 partes totales en masa restantes se alimentaron a la columna de destilación 3. El gas de ventilación 15 del recipiente de reacción 1 se introdujo en el sistema de depuración 8 (en este experimento, una columna de absorción de alta presión). El gas de escape 49 (CO: 72 % en masa, H₂: 1 % en masa, CO₂: 8 % en masa, CH₄: 9 % en masa, N₂: 10 % en masa) del sistema de depuración 8 (columna de absorción de alta presión) se alimentó adicionalmente a 0,2 NL/kg con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada (cantidad de la fracción inferior) del evaporador 2 a la parte inferior del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 de la parte inferior del evaporador 205 a través de la línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono 54.

30 En esta operación, en el evaporador 2, el ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida 203 que unió la porción cilíndrica superior 202 y la porción cilíndrica inferior 204 se ajustó a 0° (véase la figura 2). Además, la velocidad lineal r de la corriente de líquido residual (fracción inferior) que pasa a través del espacio c entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino 206 y la superficie inferior interior de la parte inferior del evaporador 205 se ajustó a 50 m/h. La velocidad lineal r' de la corriente de líquido residual en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19 era 2900 m/h.

De esta manera, se realizó una operación continua de 100 horas. Como resultado, un índice de precipitación de Rh promedio de 100 horas fue de 0,15 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de reciclado de la corriente de líquido residual (línea de fracción inferior) y se examinaron sus interiores. Como resultado, se encontró precipitación de Rh en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203. Sin embargo, sólo una cantidad muy pequeña del catalizador se fijó en el interior de la tubería (superficie de la pared interior) desde el fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

45 El índice de precipitación de Rh promedio se determinó de acuerdo con la siguiente expresión:

El índice de precipitación de Rh promedio (g/h) = {Cantidad total (g) de Rh disuelto en el sistema al inicio de la medición - Cantidad total (g) de Rh disuelto en el sistema después de 100 horas + Cantidad total (g) de Rh Introducido desde el exterior del sistema} / 100 (h)

50 Ejemplo 2

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 45°, y la velocidad lineal r se ajustó a 10 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,15 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, el catalizador no se fijó en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203. Sin embargo, el Rh precipitado se fijó en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

60 Ejemplo 3

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60°, y la velocidad lineal r se ajustó a 10 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,08 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, solo una cantidad muy pequeña del catalizador se fijó en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del

evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 4

- 5 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , y la velocidad lineal r se ajustó a 50 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,04 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, el Rh no se fijó en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y solamente una cantidad muy pequeña del catalizador se fijó en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 5

- 15 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , y la velocidad lineal r se ajustó a 100 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,02 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, no se fijó el catalizador en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 6

- 20 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , y la velocidad lineal r se ajustó a 300 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,01 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, no se fijó el catalizador en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 7

- 25 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , y la velocidad lineal r se ajustó a 1000 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,007 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, no se fijó el catalizador en la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo del evaporador de la parte inferior de tubería 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 8

- 30 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , y la velocidad lineal r se ajustó a 3000 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,005 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, no se fijó el catalizador en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo 9

- 35 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, con la excepción de que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 60° , la velocidad lineal r se ajustó a 300 m/h y la cantidad del gas de escape 49 alimentado a través de la línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono 54 se ajustó a 0,02 NL/kg con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada (cantidad de la fracción inferior) del evaporador 2. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,10 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, una cantidad muy pequeña del catalizador se fijó en la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y en el interior de la tubería del fondo de la parte inferior del evaporador 205 a la bomba de circulación del catalizador 57.

Ejemplo comparativo 1

- 40 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que en el evaporador 2, el θ se ajustó a 0° , y la velocidad lineal r se ajustó a 10 m/h. Como resultado, el índice de precipitación de Rh promedio durante 100 horas fue de 0,2 g/h. Después del experimento de 100 horas, se abrieron el evaporador 2 y la línea de la fracción inferior y se examinaron sus interiores. Como resultado, se fijaron partículas finas de Rh sobre la superficie de la pared interior de la porción de conexión 203 y el interior de la tubería desde el fondo de la parte inferior del evaporador 205

hasta la bomba de circulación del catalizador 57.

Las configuraciones de acuerdo a la presente invención y variaciones o modificaciones de las mismas se listarán a continuación como un resumen de la descripción anterior.

5

Anexo 1: Un método para producir ácido acético, que comprende:

10 una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;
 una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador;
 una etapa de reciclado de la corriente de líquido residual para llevar de nuevo la corriente de líquido residual al recipiente de reacción; y
 15 una etapa de destilación de destilar la corriente de vapor para purificar ácido acético, en donde el evaporador tiene una parte del cuerpo conectada con una línea de alimentación de la mezcla de reacción, una parte superior conectada con una línea de descarga de la corriente de vapor y una parte inferior conectada con una línea de reciclado de la corriente de líquido residual, teniendo la parte del cuerpo una porción cilíndrica superior que tiene un diámetro grande, una porción cilíndrica inferior que tiene un pequeño diámetro y una
 20 porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida que une la porción cilíndrica superior y la porción cilíndrica inferior y tiene al menos una de las siguientes estructuras de prevención de precipitación y acumulación de catalizador (a) y (b):

25 (a) una estructura en la que un ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador es de 5° a 85° ; y
 (b) una estructura en la que un dispositivo antirremolino que comprende un cuerpo principal en forma de placa del dispositivo antirremolino y una pata que soporta horizontalmente el cuerpo principal del dispositivo antirremolino está dispuesto de tal manera que el cuerpo principal del dispositivo antirremolino cubre
 30 directamente encima de la porción de conexión de la parte inferior del evaporador a la línea de reciclado de la corriente de líquido residual, y la estructura está diseñada de modo que una velocidad lineal r de la corriente de líquido residual que pasa a través de un espacio entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino y la superficie de fondo interior de la parte inferior del evaporador es mayor que 10 m/h.

35 Anexo 2: El método para producir ácido acético de acuerdo con el anexo 1, en donde el sistema catalizador comprende además un yoduro iónico.

40 Anexo 3: El método para producir ácido acético según el anexo 1 o 2, en el que en la estructura (a), el ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador es de 10° a 80° (preferentemente 20° a 75° , más preferentemente de 30° a 75°).

45 Anexo 4: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 3, en donde en la estructura (b), la parte inferior del evaporador y/o la línea de reciclado de la corriente de líquido residual está conectada adicionalmente con una línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

50 Anexo 5: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 3, en donde en la estructura (b), la parte inferior del evaporador está conectada adicionalmente con una línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

55 Anexo 6: El método para producir ácido acético de acuerdo con el apéndice 4 o 5, en el que se introduce un gas que contiene monóxido de carbono a no menos de 0,02 NL/kg (preferentemente 0,02 a 5 NL/kg, más preferentemente 0,5 a 3 NL/kg, aún más preferentemente 0,1 a 1 NL/kg) con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada, de la línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

60 Anexo 7: El método para producir ácido acético según cualquiera de los anexos 4 a 6, en el que el contenido de monóxido de carbono en el gas que contiene monóxido de carbono a introducir no es menor que 10 % en masa (preferentemente no menor que 20 % en masa, más preferentemente no menor que 40 % en masa, aún más preferentemente no menor que 60 % en masa).

65 Anexo 8: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 7, en el que en la estructura (b), una velocidad lineal r' de la corriente de líquido residual que fluye a través de la línea de reciclado de la corriente de líquido residual es no menor que a 10 m/h (preferentemente no menor que 100 m/h, más preferentemente no menor que 500 m/h, aún más preferentemente no menor que 1000 m/h, particularmente preferentemente no menor que 2000 m/h) en no menos de 80 % (preferentemente en no menos de 90 %, más preferentemente no menor que 95 %) del canal completo desde el fondo de la parte inferior del evaporador al recipiente de reacción.

- 5 Anexo 9: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 8, en el que la etapa de destilación comprende una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente de cabeza rica en por lo menos un componente de punto de ebullición más bajo seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético.
- 10 Anexo 10: El método para producir ácido acético de acuerdo con el anexo 9, en el que la etapa de destilación comprende una etapa de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético y un vapor de una corriente de cabeza que contiene una cantidad mayor de un componente que tiene un punto de ebullición más bajo que el del ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético.
- 15 Anexo 11: El método para producir ácido acético según el anexo 10, en el que el hidróxido de potasio se alimenta o se añade a la segunda corriente de ácido acético a través de una línea de introducción de hidróxido de potasio.
- 20 Anexo 12: El método para producir ácido acético según el anexo 10 u 11, en donde la etapa de destilación comprende una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición más alto de separar la segunda corriente de ácido acético por destilación en un vapor como corriente de cabeza que contiene una cantidad mayor de un componente que tiene un punto de ebullición más bajo al del ácido acético en comparación con una fracción inferior, la fracción inferior contiene una cantidad mayor de un componente que tiene un punto de ebullición más alto que el del ácido acético en comparación con la corriente de cabeza, y una tercera corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que con la segunda corriente de ácido acético.
- 25 Anexo 13: El método para producir ácido acético de acuerdo con el anexo 12, que comprende además la etapa de introducir la tercera corriente de ácido acético a una columna de resina de intercambio iónico de manera que un yoduro de alquilo en la tercera corriente de ácido acético se elimina por adsorción.
- 30 Anexo 14: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 9 a 13, que comprende además una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar al menos acetaldehído de la corriente de cabeza obtenida en la etapa de destilación.
- 35 Anexo 15: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 14, que comprende además una etapa de depuración de separar gases de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético.
- 40 Anexo 16: El método para producir ácido acético de acuerdo con el anexo 15, en donde en la estructura (b), la parte inferior del evaporador y/o la línea de reciclado de la corriente de líquido residual está conectada con una línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono, y la corriente rica en monóxido de carbono separada en la etapa de depuración se utiliza como una fuente de CO que se introduce en la parte inferior del evaporador y/o en la línea de reciclado de la corriente de líquido residual.
- 45 Anexo 17: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 16, en donde en la estructura (b), la velocidad lineal r se ajusta cambiando la longitud del espacio entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino y el interior la superficie inferior de la parte inferior del evaporador, y/o la longitud circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino.
- 50 Anexo 18: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 17, en donde la presión interna del evaporador es de 50 a 1000 kPa (presión absoluta).
- 55 Anexo 19: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 18, en el que la relación entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual a separar en la etapa de evaporación es de 10/90 a 50/50 (corriente de vapor/corriente de líquido residual) en términos de una proporción de masa.
- 60 Anexo 20: El método de producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 19, en donde la concentración de ácido acético de la corriente de vapor separada en la etapa de evaporación es 50 a 85 % en masa (preferentemente 55 a 75 % en masa).
- 65 Anexo 21: El método de producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 20, en donde la concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual separada en la etapa de evaporación es 55 a 90 % en masa (preferentemente 60 a 85 % en masa).
- Anexo 22: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 21, en donde el evaporador tiene la estructura (b).

Anexo 23: El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de los anexos 1 a 22, en donde el evaporador tiene tanto la estructura (a) como la estructura (b).

Aplicabilidad industrial

5 El método para producir ácido acético de la presente invención puede usarse como un método industrial para producir ácido acético mediante un proceso de carbonilación de un método de metanol (proceso de ácido acético de un método de metanol).

10 Listado de Signos de Referencia

- 1: recipiente de reacción
- 2: evaporador
- 3, 5 y 6: columna de destilación
- 15 4: decantador
- 7: columna de resina de intercambio iónico
- 8: sistema de depuración
- 9: sistema de separación y eliminación de acetaldehído
- 16: línea de alimentación de mezcla de reacción
- 20 17: línea de descarga de corriente de vapor
- 18 y 19: línea de reciclado de corriente de líquido residual
- 54: línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono
- 55 y 56: línea de introducción de hidróxido de potasio
- 57: bomba de circulación de catalizador
- 25 201: parte superior del evaporador
- 202: porción cilíndrica superior de una parte del cuerpo de evaporador
- 203: porción de conexión de la parte del cuerpo de evaporador
- 204: porción cilíndrica inferior de la parte del cuerpo de evaporador
- 205: parte inferior del evaporador
- 30 206: cuerpo principal del dispositivo antirremolino
- 207: pata
- c: espacio
- x: dispositivo antirremolino

REIVINDICACIONES

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

5 una etapa de reacción de carbonilación para hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;
 una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador;
 10 una etapa de reciclado de la corriente de líquido residual para llevar de nuevo la corriente de líquido residual al recipiente de reacción; y
 una etapa de destilación de destilar la corriente de vapor para purificar ácido acético, en donde el evaporador tiene una parte del cuerpo conectada con una línea de alimentación de la mezcla de reacción, una parte superior conectada con una línea de descarga de la corriente de vapor, y una parte inferior conectada con una línea de reciclado de la corriente de líquido residual, teniendo la parte del cuerpo una porción cilíndrica superior que tiene un diámetro grande, una porción cilíndrica inferior que tiene un pequeño diámetro y una porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida que une la porción cilíndrica superior y la porción cilíndrica inferior y tiene al menos una de las siguientes estructuras de prevención de precipitación y acumulación de catalizador (a) y (b):

20 (a) una estructura en la que un ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador es de 5° a 85° ; y
 (b) una estructura en la que un dispositivo antirremolino que comprende un cuerpo principal del dispositivo antirremolino en forma de placa y una pata que soporta horizontalmente el cuerpo principal del dispositivo antirremolino está dispuesto de tal manera que el cuerpo principal del dispositivo antirremolino cubre directamente encima de la porción de conexión de la parte inferior del evaporador a la línea de reciclado de la corriente de líquido residual, y la estructura está diseñada de modo que una velocidad lineal r de la corriente de líquido residual que pasa a través de un espacio entre el extremo circunferencial del cuerpo principal del dispositivo antirremolino y la superficie de fondo interior de la parte inferior del evaporador es mayor que 10 m/h.

2. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sistema catalizador comprende además un yoduro iónico.

35 3. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que en la estructura (a), el ángulo de inclinación θ de la superficie de la pared interior de la porción de conexión cilíndrica cónica truncada invertida del evaporador es de 10° a 80°

40 4. El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que en la estructura (b), la parte inferior del evaporador y/o la línea de reciclado de la corriente de líquido residual está conectada adicionalmente con una línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

45 5. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 4, en el que se introduce un gas que contiene monóxido de carbono a no menos de 0,02 NL/kg con respecto a la cantidad de la corriente de líquido residual descargada, de la línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono.

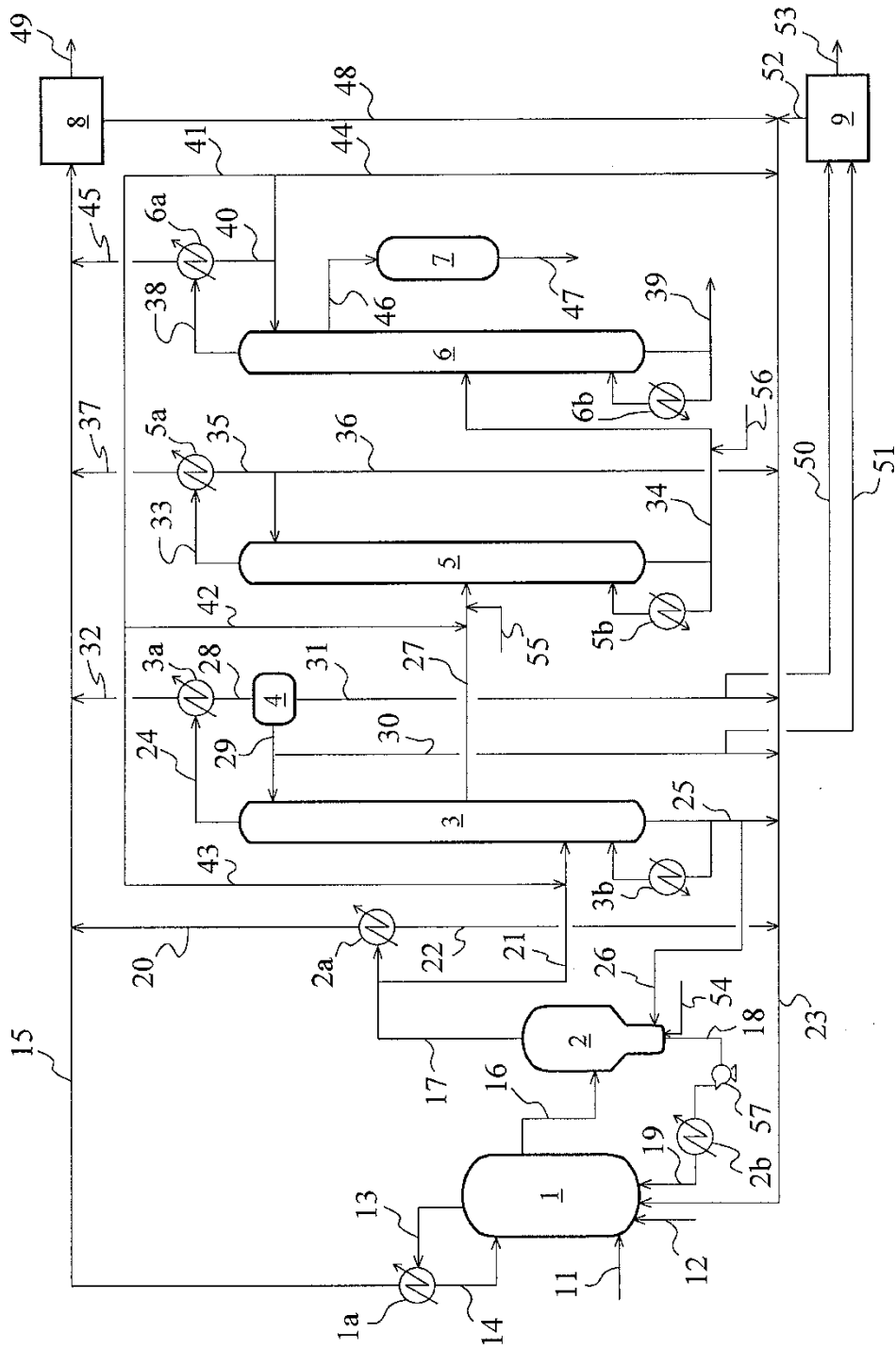
50 6. El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la estructura (b), una velocidad lineal r' de la corriente de líquido residual que fluye a través de la línea de reciclado de corriente de líquido residual es no menor a 10 m/h en no menos del 80 % del canal completo del fondo de la parte inferior del evaporador al recipiente de reacción.

55 7. El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la etapa de destilación comprende una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo para separar la corriente de vapor por destilación en una corriente de cabeza rica en por lo menos un componente de punto de ebullición más bajo seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído, y una corriente de ácido acético rica en ácido acético.

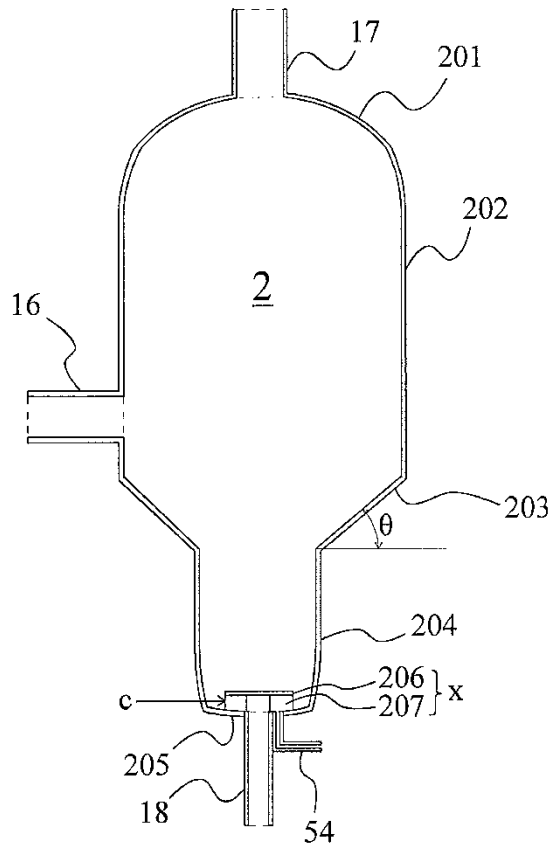
60 8. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende además una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar al menos acetaldehído de la corriente de cabeza.

65 9. El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además una etapa de depuración para separar gases de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético.

[Figura 1]



[Figura 2]



[Figura 3]

