

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 759 995**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/12** (2006.01)

**C07C 51/44** (2006.01)

**C07C 53/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.10.2015 PCT/US2015/053661**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.05.2016 WO16076967**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.10.2015 E 15778582 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 3218343**

54 Título: **Procedimientos de producción de ácido acético con control de decantador**

30 Prioridad:

**14.11.2014 US 201462079918 P**

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

**12.05.2020**

73 Titular/es:

**CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION  
(100.0%)**

**222 W. Las Colinas Blvd., Suite 900N  
Irving, TX 75039, US**

72 Inventor/es:

**SHAVER, RONALD D.;  
LIU, YAW-HWA y  
SCATES, MARK O.**

74 Agente/Representante:

**GARCÍA GONZÁLEZ, Sergio**

ES 2 759 995 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**

Procedimientos de producción de ácido acético con control de decantador

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a procedimientos de producción de ácido acético y, en particular, a procedimientos mejorados de producción de ácido acético que exhiben control efectivo de columna de productos finales ligeros y/o control del nivel de líquido del decantador.

10

**Antecedentes de la invención**

Un procedimiento comercial ampliamente utilizado y exitoso para sintetizar ácido acético implica la carbonilación catalizada de metanol, por ejemplo, una composición (alimentación) de metanol, con monóxido de carbono. El catalizador puede contener rodio y/o iridio y un promotor de halógeno, usualmente yoduro de metilo. La reacción se efectúa burbujeando continuamente monóxido de carbono a través de un medio de reacción líquido en el que está disuelto el catalizador. El medio de reacción comprende ácido acético, acetato de metilo, agua, yoduro de metilo y el catalizador. El metanol y el monóxido de carbono entran en contacto en el medio de reacción y reaccionan uno con el otro para formar ácido acético crudo. Los procedimientos comerciales convencionales para la carbonilación de metanol incluyen aquellos descritos en las patentes de EE. UU. N.º 3,769,329, 5,001,259, 5,026,908, y 5,144,068. Otro procedimiento de carbonilación de metanol convencional incluye el procedimiento Cativa™, el cual se discute en Jones, J. H. (2002), "The Cativa™ Process for the Manufacture of Acetic Acid (El proceso Cativa™ para la fabricación de ácido acético)" Platinum Metals Review, 44 (3): 94-105.

15

20

25

30

35

Usualmente, el ácido acético crudo se separa utilizando un tren de separación que tiene entre otras cosas un reactor de carbonilación, un recipiente de vaporización instantánea, una columna de productos finales ligeros y un decantador. La patente de EE. UU. N.º 7,855,306, divulga un procedimiento, por ejemplo, un procedimiento que comprende una zona de separación, para reducción y/o remoción de compuestos reductores de permanganato (PRC) a partir de un producto de carbonilación mediante (a) separar el producto de carbonilación para proporcionar una corriente de cabeza de columna de vapor; (b) destilar la corriente de cabeza de columna de vapor para producir una corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición; (c) condensar y separar la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición para formar una fase líquida ligera condensada; (d) destilar la fase líquida ligera condensada en una columna de destilación individual para formar una segunda corriente de fase de vapor enriquecida con PRC; y (e) condensar y extraer la segunda corriente de fase de vapor con agua para obtener una corriente de acetaldehído acuosa que comprende PRC.

40

45

50

La patente de EE. UU. N.º 8,940,932 divulga un procedimiento para producir de manera estable ácido acético de alta pureza al tiempo que elimina de manera eficiente el acetaldehído. El procedimiento de producción de ácido acético comprende una etapa de reacción para permitir que el metanol reaccione con monóxido de carbono en presencia de un catalizador metálico, una sal de halogenuro, y yoduro de metilo; una etapa de alimentación continua de un recipiente de vaporización instantánea con la mezcla de reacción y separar un componente de punto de ebullición más bajo que contiene ácido acético y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición más alto que contiene el catalizador metálico y la sal de halogenuro; una etapa de alimentación de una columna de destilación con el componente de punto de ebullición más bajo, y separación de un componente de punto de ebullición más bajo que contiene yoduro de metilo y acetaldehído y una corriente que contiene ácido acético para recolectar el ácido acético; una etapa de condensación para condensar y temporalmente contener el componente de punto de ebullición más bajo en un decantador y descargar el componente de ebullición más bajo desde el decantador; y una etapa de separación del componente de punto de ebullición más bajo descargado desde el decantador en acetaldehído y un residuo líquido y reciclar el residuo líquido hacia el sistema de reacción. En la etapa de condensación, la cantidad del componente de punto de ebullición más bajo que será contenida se controla en función de un caudal fluctuante del componente de punto de ebullición más bajo que será alimentado al decantador. En el documento de patente EP 2 628 720, el nivel de reflujo en el decantador en la carbonilación de metanol se ajusta a través del reflujo desde el decantador hasta la columna de productos finales ligeros.

55

60

65

Aunque los procedimientos antes descritos han brindado algunos procedimientos para separar ácido acético crudo, específicamente para mantener el nivel de líquido en un decantador/condensador, estos procedimientos establecen control midiendo la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros y variando después las corrientes de reciclado hacia la zona de reacción, lo cual puede crear problemas con respecto al equilibrio general de agua en el sistema de reacción y, en algunos casos puede proporcionar control insuficiente. Estos procedimientos también pueden requerir el uso de componentes de procedimiento adicionales o la modificación de los componentes del procedimiento, por ejemplo, decantadores con capacidad de amortiguamiento. Por lo tanto, existe la necesidad respecto a procedimientos mejorados para mantener consistentes las operaciones de productos finales ligeros y de decantador, lo que proporciona: 1) una composición de producto purificado más consistente, por ejemplo, una columna de productos finales ligeros más consistentes como una composición de

descarga lateral, y 2) un control de nivel de líquido más preciso sin alterar el equilibrio de agua en el sistema de reacción o sin requerir componentes de procedimiento adicionales o modificaciones del procedimiento.

### Sumario de la invención

5

La presente invención se refiere a procedimientos de producción de ácido acético. En algunas realizaciones, los procedimientos comprenden la etapa de carbonilación de al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo. Los procedimientos además comprenden la etapa de transportar el producto de ácido acético crudo a un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea. El flujo del ácido acético crudo hacia el recipiente de vaporización instantánea (el "flujo de vaporización instantánea") de preferencia está en estado líquido. El caudal de vaporización instantánea se puede medir utilizando procedimientos convencionales, por ejemplo, medidores de flujo. El producto de ácido acético crudo se somete a vaporización instantánea, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor y una primera corriente de residuo líquido. La primera corriente de vapor comprende ácido acético y yoduro de metilo. La primera corriente de residuo líquido comprende el catalizador metálico y la sal de halogenuro y se puede reciclar hacia el reactor. La primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea se separa en una columna de productos finales ligeros para formar una segunda corriente de vapor, una descarga lateral, y una segunda corriente de residuo líquido. La segunda corriente de vapor comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído. La descarga lateral comprende el producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua. La segunda corriente de residuo comprende ácido acético, agua, y catalizador y se puede reciclar hacia el reactor. Al menos una porción de la segunda corriente de vapor se condensa en un decantador para formar al menos una fase líquida. Dicha al menos una fase líquida, en algunas realizaciones, comprende una fase ligera. En algunas realizaciones, dicha al menos una fase líquida comprende una fase pesada. En algunas realizaciones, dicha al menos una fase líquida comprende tanto una fase líquida ligera como una fase pesada. Un nivel de líquido en el decantador es establecido por la condensación de la segunda corriente de vapor. El nivel de líquido generalmente es el nivel al cual se elevan las fases líquidas. El nivel de líquido se mantiene para evitar alteraciones o desbordamientos del decantador. Al menos una porción de dicha al menos una fase líquida se hace refluir hacia la columna de productos finales ligeros, estableciendo de este modo un bucle de reflujo. En algunos casos, la fase ligera se hace refluir para establecer el bucle de reflujo. En algunos casos, la fase pesada se hace refluir para establecer el bucle de reflujo. También se contempla que tanto la fase pesada como la fase ligera se hacen refluir para establecer el bucle o bucles de reflujo. El bucle de reflujo tiene una tasa de reflujo, la cual es el caudal al que dicha al menos una fase líquida se regresa a la columna de productos finales ligeros. La tasa de reflujo generalmente se puede medir utilizando procedimientos convencionales, por ejemplo, medidores de flujo. La tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea. Por ejemplo, a medida que se incrementa el caudal de vaporización instantánea, la tasa de reflujo se puede ajustar para la cantidad más grande de flujo que entra al recipiente de vaporización instantánea. La cantidad más grande de flujo también puede tener un efecto subsiguiente sobre el flujo hacia la columna de productos finales ligeros y el nivel de líquido del decantador. En algunos casos, los procedimientos pueden comprender la etapa de controlar el nivel de líquido en el decantador en función de al menos uno de caudal de vaporización instantánea y tasa de reflujo, por ejemplo, en función del caudal de vaporización instantánea, o en función de tanto el caudal de vaporización instantánea como de la tasa de reflujo. Las fluctuaciones en las concentraciones de la descarga lateral se mejoran. Por ejemplo, la concentración de agua en la descarga lateral puede variar en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable, por ejemplo, +/- 0,2% o +/- 0,1%, y/o la concentración de agua en la descarga lateral puede variar desde 1,1% en peso hasta 3% en peso, por ejemplo, desde 1,3% en peso hasta 2,7% en peso o desde 1,5% en peso hasta 2,5% en peso.

La invención también se refiere a un procedimiento de producción de ácido acético. El procedimiento comprende la etapa de carbonilación de metanol en un medio de reacción para formar un producto de ácido acético crudo. El medio de reacción comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente agua. El procedimiento también comprende la etapa de someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y opcionalmente yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado, y una segunda corriente de residuo líquido; y condensar, en un decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida, por ejemplo, una fase pesada y/o una fase ligera. El procedimiento también comprende las etapas de hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo. El procedimiento también comprende la etapa de controlar un nivel de líquido en el decantador mediante la tasa de reflujo. Dicho control puede comprender la etapa de medir el nivel de líquido en el decantador y ajustar la tasa de reflujo en respuesta al nivel de líquido e incrementar la tasa de reflujo si el nivel de líquido se incrementa o disminuir la tasa de reflujo si el nivel de líquido disminuye. De preferencia, el nivel del líquido en el decantador es sustancialmente constante

65

bajo operación en estado estable. La carbonilación puede ocurrir en un reactor y el contenido de agua en el reactor se puede mantener a un nivel sustancialmente constante bajo operación en estado estable. El procedimiento también puede comprender la etapa de deshidratar, en una columna de secado, la descarga lateral para formar un producto de ácido acético deshidratado que comprende ácido acético y una cantidad menor de agua y la concentración de agua en la descarga lateral alimentada a la columna de secado es sustancialmente constante bajo operación en estado estable, por ejemplo, la concentración de agua varía en +/- 0,3%, por ejemplo, varía desde 1,1% en peso hasta 3% en peso, en función del peso total de la descarga lateral. En una realización, se forma la fase pesada, la gravedad específica de la fase pesada es sustancialmente constante bajo operación en estado estable, por ejemplo, la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, por ejemplo, varía desde 1,5 hasta 1,8. El procedimiento también puede comprender la etapa de dirigir dicha al menos una fase líquida hacia un sistema de remoción de compuesto reductor de permanganato a una velocidad de alimentación de PRS y la velocidad de alimentación de PRS es sustancialmente constante, bajo operación en estado estable. En una realización, dicha al menos una fase líquida comprende una fase ligera y la fase ligera se hace refluir hacia la columna de productos finales ligeros. La gravedad específica de la fase ligera puede ser sustancialmente constante, bajo operación en estado estable, por ejemplo, la gravedad específica de la fase ligera varía en +/- 0,05, por ejemplo, varía desde 0,9 hasta 1,2, bajo operación en estado estable.

### Breve descripción de los dibujos

La presente invención se entenderá mejor en vista de las Figuras no limitativas anexas, en las que:

La Figura 1 muestra un esquema de un procedimiento de producción de ácido acético de conformidad con la presente invención.

La Figura 2 muestra un esquema de un procedimiento para producción de ácido acético de conformidad con la presente invención.

### Descripción detallada de la invención

Al principio, se debe indicar que, en el desarrollo de cualquiera de dichas realizaciones reales, se deben hacer numerosas decisiones de implementación específicas para lograr los objetivos específicos del desarrollados, tal como el cumplimiento con las restricciones relacionadas con el sistema y las relacionadas con el negocio, los cuales pueden variar de una implementación a la otra. Además, los procedimientos divulgados en la presente memoria también pueden comprender componentes diferentes de aquellos citados o a los que se haga referencia específicamente, como será evidente para un experto en la materia.

En el sumario y en esta descripción detallada, cada valor numérico se debe leer una vez tal como es modificado por el término "aproximadamente" (a menos que ya esté expresamente así modificado), y después leer de nuevo como no modificado a menos que el contexto indique lo contrario. Además, en el sumario y en esta descripción detallada, se debe entender que un intervalo de concentración enumerado o descrito como útil, apropiado o similares, pretende que todas y cada una de las concentraciones dentro del intervalo, incluyendo los puntos finales, sea(n) considerada(s) como descrita(s). Por ejemplo, un intervalo "de 1 a 10" se leerá como indicando todos y cada uno de los posibles números a lo largo del continuum entre aproximadamente 1 y aproximadamente 10. Por lo tanto, incluso si se identificaran explícitamente puntos de datos específicos dentro del intervalo, o incluso si no se identificaran explícitamente dentro del intervalo, o si se hiciera referencia solamente a unos cuantos puntos de datos específicos, se debe entender que los inventores aprecian y entienden que se debe considerar que cualquiera y todos los puntos de datos dentro del intervalo han sido especificados, y que los inventores tienen conocimiento del intervalo completo y de todos los puntos dentro del intervalo.

A lo largo de toda la memoria descriptiva, incluyendo las reivindicaciones, los siguientes términos tienen los significados indicados a menos que se especifique de otra manera.

Tal como se utiliza en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones, "cerca de" es incluyente de "en". El término "y/o" se refiere tanto al caso "y" incluyente y al caso "o" excluyente, y se utiliza en la presente invención para brevedad. Por ejemplo, una mezcla que comprende ácido acético y/o acetato de metilo puede comprender ácido acético solo, acetato de metilo solo, o tanto ácido acético como acetato de metilo.

Todos los porcentajes están expresados como por ciento en peso (% en peso), en función del peso total de la corriente o composición particular presente, a menos que se indique de otra manera. Temperatura ambiente es 25°C y presión atmosférica es 101,325 kPa a menos que se indique de otra manera.

Para los propósitos de la presente memoria:

ácido acético se puede abreviar como "AcOH";

acetaldehído se puede abreviar como "AcH";

acetato de metilo se puede abreviar como "MeAc";

metanol se puede abreviar como "MeOH";

yoduro de metilo se puede abreviar como "MeI";  
yoduro de hidrógeno se puede abreviar como "HI";  
monóxido de carbono se puede abreviar como "CO"; y  
éter dimetílico se puede abreviar como "DME".

5

HI se refiere ya sea a yoduro de hidrógeno molecular o a ácido yodhídrico disociado cuando está al menos parcialmente ionizado en un medio polar, usualmente un medio que comprende al menos algo de agua. A menos que se especifique de otra manera, los dos son referidos de manera intercambiable. A menos que se especifique de otra manera, la concentración de HI se determina mediante titulación ácido-base utilizando un punto final potenciométrico. En particular, la concentración de HI se determina mediante titulación con una solución estándar de acetato de litio hasta un punto final potenciométrico. Se debe entender que, para los propósitos de la presente memoria, la concentración de HI no se determina restando una concentración de yoduro que se supone está asociada con una medición de metales de corrosión u otros cationes de tipo no H<sup>+</sup> del yoduro iónico total presente en una muestra.

10

Se debe entender que la concentración de HI no se refiere a la concentración del ión yoduro. La concentración de HI se refiere específicamente a la concentración de HI tal como se determina mediante titulación potenciométrica.

15

Este procedimiento de sustracción es un procedimiento no confiable e impreciso para determinar concentraciones de HI relativamente más bajas, por ejemplo, menores de aproximadamente 5 por ciento en peso) debido al hecho que éste asume que todos los cationes tipo no H<sup>+</sup> (tal como los cationes de Fe, Ni, Cr, Mo) están asociados exclusivamente con el anión yoduro. En realidad, una porción significativa de los cationes metálicos en este procedimiento puede estar asociada con el anión acetato. De manera adicional, muchos de estos cationes metálicos tienen estados de valencia múltiples, lo cual agrega incluso más falta de confiabilidad a la suposición sobre la cantidad de anión yoduro que pudiera estar asociada con dichos metales. Por último, este procedimiento da origen a una determinación no confiable de la concentración real de HI, especialmente en vista de la capacidad para realizar una titulación simple directamente, representativa de la concentración de HI.

20

Para los propósitos de la presente memoria, "cabeza de columna" o "destilado" de una columna de destilación se refiere a al menos una de las fracciones condensables de punto de ebullición más bajo que sale en o cerca de la parte superior, (por ejemplo, próxima a la parte superior), de la columna de destilación, y/o la forma condensada de dicha corriente o composición. Obviamente, todas las fracciones son finalmente condensables, aunque para los propósitos de la presente memoria, una fracción condensable es condensable bajo las condiciones presentes en el procedimiento como será fácilmente entendido por un experto en la materia. Los ejemplos de fracciones no condensables pueden incluir nitrógeno, hidrógeno, y similares. De igual manera, una corriente de cabeza de columna se puede tomar justo por debajo de la salida más hacia arriba de una columna de destilación, por ejemplo, en la que la fracción de punto de ebullición más bajo es una corriente no condensable o representa una corriente trivial (de-minimis), como será entendido fácilmente por experto en la materia.

25

Los "fondos" o "residuo" de una columna de destilación se refieren a una o más de las fracciones de punto de ebullición más alto que salen en o cerca del fondo de la columna de destilación, también referida en la presente memoria como que fluye desde el sumidero inferior de la columna. Se debe entender que un residuo se puede tomar justo por encima de la salida más inferior de una columna de destilación, por ejemplo, en la que la fracción más al fondo producida por la columna es una sal, un alquitrán inutilizable, un producto de desecho sólido, o una corriente trivial como será fácilmente entendido por un experto en la materia.

30

Para los propósitos de la presente memoria, las columnas de destilación comprenden una zona de destilación y una zona de sumidero inferior. La zona de destilación incluye todo por encima de la zona de sumidero inferior, por ejemplo, entre la zona de sumidero inferior y la parte superior de la columna. Para los propósitos de la presente invención, la zona de sumidero inferior se refiere a la porción más baja de la columna de destilación en la cual está presente un reservorio de líquido de los componentes de punto de ebullición más alto (por ejemplo, el fondo de una columna de destilación) a partir del cual fluye la corriente inferior o de residuo después de salir de la columna. La zona de sumidero inferior puede incluir intercambiadores de calor, equipo de control, y similares.

35

Se debe entender que los términos "pasajes", "trayectorias de flujo", "conductos de flujo", y similares con relación a los componentes internos de una columna de destilación se utilizan de manera intercambiable para referirse a agujeros, tubos, canales, ranuras, drenajes, y similares, los cuales están colocados a través de y/o los cuales proporcionan una trayectoria para que el líquido y/o el vapor se muevan desde un lado del componente interno hacia el otro lado del componente interno. Los ejemplos de pasajes colocados a través de una estructura tal como un distribuidor de líquido de una columna de destilación incluyen agujeros de drenaje, tubos de drenaje, ranuras de drenaje, y similares, los cuales permiten que un líquido fluya a través de la estructura desde un lado hacia el otro.

40

El tiempo de residencia promedio se define como la suma total de toda la retención de volumen de líquido para una fase dada dentro de una zona de destilación dividida entre el caudal promedio de dicha fase a través de la zona de destilación. El volumen retenido para una fase dada puede incluir volumen de líquido contenido en los diversos componentes internos de la columna incluyendo recolectores, distribuidores y similares, así como el líquido contenido en charolas, dentro de los bajantes, y/o dentro de las secciones de lecho empacadas estructuradas o aleatorias.

La reacción de ácido acético y los procedimientos de separación usuales utilizan un tren de separación que tiene entre otras cosas un reactor de carbonilación, un recipiente de vaporización instantánea, una columna de productos finales ligeros, y un decantador.

Se ha documentado la importancia de mantener un nivel de líquido consistente en el decantador y se han desarrollado algunos esquemas de separación en un intento para lograr este objetivo. Por ejemplo, un esquema de separación convencional utiliza una etapa de condensación (decantación) en el que se condensa una corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros y una porción de la misma se recicla hacia la zona de reacción. En este caso, el nivel de líquido en el decantador se mantiene ajustando la cantidad de corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros condensada que se recicla hacia la zona de reacción. Desafortunadamente, las fluctuaciones en la cantidad de productos finales ligeros condensados que se recicla hacia el sistema de reacción puede crear alteraciones en el equilibrio de agua en el sistema de reacción y también puede dar como resultado más fluctuaciones en la alimentación de la columna de secado. Además, en este esquema de separación, la porción de la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros que no se recicla se dirige hacia un procedimiento de separación de aldehído. Debido a que la porción o porciones recicladas varían durante la operación, la porción que se dirige hacia el procedimiento de separación de aldehído de igual manera varía. Por lo tanto, el flujo de la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros hacia el procedimiento de separación de aldehído puede ser altamente inconsistente, lo cual es perjudicial para la eficiencia de separación, por ejemplo, eficiencia de separación de aldehído. En resumen, al intentar controlar el nivel de líquido en el decantador, este esquema de separación crea problemas con el equilibrio de agua en el sistema de reacción y también un flujo inconsistente hacia el procedimiento de separación de aldehído.

Además de las inconsistencias mencionadas anteriormente, las fluctuaciones en la cantidad de productos finales ligeros condensados que se recicla hacia el sistema de reacción podría crear inconsistencias significativas en la operación de la columna de productos finales ligeros. Debido a las fluctuaciones en la operación, la operación general de la columna de productos finales ligeros será afectada negativamente. Como resultado, la composición de la descarga lateral de productos finales ligeros será inconsistente. Por ejemplo, el contenido de agua en la descarga lateral va a variar significativamente, por ejemplo, más de +/- 2% o más de +/-1%, lo que significa que para un objetivo de 3%, la composición podría variar desde 1% hasta 5% o desde 2% hasta 4%. Las inconsistencias en la descarga lateral crean problemas adicionales en la zona de separación corriente abajo, por ejemplo, en una columna de secado.

Otro esquema de separación utiliza un decantador que tiene una función de amortiguamiento, por ejemplo, el decantador tiene capacidad suficiente para aliviar las fluctuaciones de la alimentación dentro y fuera del decantador. En este esquema de separación, el decantador con frecuencia debe almacenar una porción significativa de la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros. El uso de este tipo de decantador implica gasto adicional y sus capacidades de control de procedimiento dejan mucho espacio para mejoras. Además, el uso del decantador de amortiguamiento usualmente retiene una cantidad significativa de yoduro de metilo, evitando de esta manera el uso del mismo.

Ahora se ha descubierto de manera sorpresiva e inesperada que se puede utilizar de manera efectiva el flujo, por ejemplo, el flujo de líquido, del producto de ácido acético crudo desde el reactor hacia el recipiente de vaporización instantánea para controlar las operaciones tanto de la columna de productos finales ligeros como del decantador. Benéficamente, utilizando el flujo de producto crudo hacia el recipiente de vaporización instantánea (y opcionalmente los flujos de reflujo provenientes del decantador hacia la columna de productos finales ligeros) se establece un esquema de control más eficiente. Por ejemplo, cuando se utilizan los esquemas de control divulgados, se pueden hacer respuestas tan pronto como se noten los cambios, por ejemplo, cambios en el caudal de vaporización instantánea, y en anticipación al impacto inevitable a la columna, lo cual evita una alteración. En contraste, con muchos esquemas de control convencionales, por ejemplo, control basado en la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros, el control es control de retroalimentación y no se toma acción hasta que la alteración ya ha pasado a través de la columna y afecta al decantador. En algunos casos, el esquema de control resultante es un esquema de control anticipativo (*feed forward*) basado en el caudal de vaporización instantánea. Como resultado, la operación de la columna de productos finales ligeros y la composición que sale como una descarga lateral son, de manera conveniente, significativamente más consistentes. Por ejemplo, con respecto al contenido de agua en la descarga lateral, la concentración de agua en la descarga lateral puede variar en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable, por ejemplo, +/- 0,2%, o +/- 0,1%.

Como se indicó anteriormente, también se ha descubierto que se puede utilizar el reflujo hacia la columna de

5 productos finales ligeros de al menos una de las fases líquidas formadas en el decantador para controlar de manera efectiva el nivel de líquido en el decantador (y la operación de la columna de productos finales ligeros). Las fases líquidas, por ejemplo, la fase pesada y/o la fase ligera, usualmente se forman en el decantador a medida que se condensa la corriente de cabeza de columna de productos finales ligeros. En la mayoría de los esquemas de separación, una porción de estas fases líquidas se regresa a la columna de productos finales ligeros, estableciendo de este modo un bucle de reflujo. Aunque se conoce el uso de un bucle de reflujo, su potencial para ser utilizado en un esquema de control de procedimiento no ha sido considerado. Ahora se ha descubierto que se puede utilizar de manera conveniente la velocidad a la que la fase o fases líquidas se regresan hacia la columna de productos finales ligeros, por ejemplo, la tasa de reflujo, para controlar el nivel de líquido en el decantador (y la operación de la columna de productos finales ligeros). Controlando el nivel de líquido de esta manera, en oposición a variar la fase o fases líquidas que se reciclan hacia el reactor, se reduce al mínimo o se elimina el efecto perjudicial sobre el equilibrio de agua en el sistema de reacción. E, incluso en casos en los cuales las corrientes de reciclado se pueden variar, estas corrientes de reciclado se variarían significativamente menos debido a que los ajustes a la tasa de reflujo ya estarán contribuyendo de manera significativa al esquema de control. Por lo tanto, aunque podría haber cambios al equilibrio de agua, dichos cambios se reducirían al mínimo.

20 Además, debido a que ya existe el bucle de reflujo, no es necesario agregar componentes adicionales al procedimiento, por ejemplo, un decantador con capacidad de amortiguamiento, ni tampoco se necesitan hacer otras modificaciones al procedimiento.

25 La presente invención se refiere a procedimientos de producción de ácido acético. En algunas realizaciones, los procedimientos comprenden la etapa de carbonilación de al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo. Los procedimientos además comprenden la etapa de transportar el producto de ácido acético crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea. El flujo del ácido acético crudo hacia el recipiente de vaporización instantánea (el "flujo de vaporización instantánea") de preferencia está en estado líquido. El caudal de vaporización instantánea se puede medir utilizando procedimientos convencionales, por ejemplo, medidores de flujo. El producto de ácido acético crudo se somete a vaporización instantánea, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor y una primera corriente de residuo líquido. La primera corriente de vapor comprende ácido acético y yoduro de metilo. La primera corriente de residuo líquido comprende catalizador metálico y sal de halogenuro y se puede reciclar hacia el reactor. La primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea se separa en una columna de productos finales ligeros para formar una segunda corriente de vapor, una descarga lateral, y una segunda corriente de residuo líquido. La segunda corriente de vapor comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído. La descarga lateral comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua. La segunda corriente de residuo comprende ácido acético, agua, y catalizador y se puede reciclar hacia el reactor. Por lo menos una porción de la segunda corriente de vapor se condensa en un decantador para formar al menos una fase líquida. Dicha al menos una fase líquida, en algunas realizaciones, comprende una fase ligera. En algunas realizaciones, dicha al menos una fase líquida comprende una fase pesada. En algunas realizaciones, dicha al menos una fase líquida comprende tanto una fase líquida ligera y una fase pesada. Un nivel de líquido es establecido en el decantador por la condensación de la segunda corriente de vapor. El nivel de líquido es por lo general el nivel al cual se elevan las fases líquidas. El nivel de líquido se mantiene para evitar alteraciones o desbordamientos del decantador. Por lo menos una porción de dicha al menos una fase líquida se hace refluir hacia la columna de productos finales ligeros, estableciendo de este modo un bucle de reflujo. En algunos casos, la fase ligera se hace refluir para establecer el bucle de reflujo. En algunos casos, se hace refluir la fase pesada para establecer el bucle de reflujo. También se contempla que se hagan refluir tanto la fase pesada como la fase ligera para establecer el bucle o bucles de reflujo. El bucle de reflujo tiene una tasa de reflujo, la cual es el caudal a la cual dicha al menos una fase líquida se regresa hacia la columna de productos finales ligeros. La tasa de reflujo en general se puede medir utilizando procedimientos convencionales, por ejemplo, medidores de flujo. La tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea. Por ejemplo, a medida que se incrementa el caudal de vaporización instantánea, la tasa de reflujo se puede ajustar respecto a la cantidad más grande de flujo que entra al recipiente de vaporización instantánea. La cantidad más grande de flujo también puede tener un efecto subsiguiente sobre el flujo hacia la columna de productos finales ligeros y el nivel de líquido del decantador. Los procedimientos comprender la etapa de controlar el nivel de líquido en el decantador en función de al menos uno de caudal de vaporización instantánea y tasa de reflujo, por ejemplo, en función del caudal de vaporización instantánea o en función de tanto el caudal de vaporización instantánea como la tasa de reflujo. Las fluctuaciones en las concentraciones de la descarga lateral se mejoran. Por ejemplo, la concentración de agua en la descarga lateral puede variar en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable, por ejemplo, +/- 0,2% o +/- 0,1%, y/o la concentración de agua en la descarga lateral puede variar desde 1,1% en peso hasta 3% en peso, por ejemplo, desde 1,3% en peso hasta 2,7% en peso o desde 1,5% en peso hasta 2,5% en peso.

65 En algunas realizaciones, los esquemas de control de los procedimientos de la invención proporcionan un nivel

de líquido en el decantador que es sustancialmente constante, bajo operación en estado estable durante al menos 6 horas, por ejemplo, al menos 12 horas o al menos 24 horas. Por ejemplo, el nivel de líquido puede variar en +/- 5%, por ejemplo, +/- 4%, +/-3%, +/- 2%, +/- 1%, +/- 0,5%, o +/- 0,2%, durante este período de tiempo.

5 En una realización, dicho control comprende medir el nivel de líquido en el decantador y ajustar el caudal de vaporización instantánea (y/o la tasa de reflujo) en respuesta al nivel de líquido. El nivel medido se puede comparar con un nivel predeterminado y el ajuste del caudal de vaporización instantánea (y/o la tasa de reflujo) se puede basar en esta comparación. Por ejemplo, si el nivel de líquido se ha incrementado más allá del nivel  
10 predeterminado, dicho control puede comprender disminuir el caudal de vaporización instantánea (y/o incrementar la tasa de reflujo). Como resultado, un caudal disminuido de líquido será dirigido hacia el recipiente de vaporización instantánea (y a las unidades subsiguientes), causando de esta manera que disminuya el nivel de líquido. El caudal disminuido se puede mantener hasta que el nivel de líquido regrese al nivel predeterminado (dentro de un margen de error). Por lo tanto, dicho control puede comprender disminuir el caudal de vaporización  
15 instantánea si se incrementa el nivel de líquido.

En una realización, dicho control puede comprender incrementar el caudal de vaporización instantánea (y/o disminuir la tasa de reflujo) si disminuye el nivel de líquido. El nivel medido se puede comparar con un nivel predeterminado y el ajuste del caudal de vaporización instantánea (y/o la tasa de reflujo) se puede basar en esta  
20 comparación. Por ejemplo, si el nivel de líquido ha disminuido por debajo del nivel predeterminado, dicho control puede comprender incrementar el caudal de vaporización instantánea (y/o disminuir la tasa de reflujo). Como resultado, un caudal incrementado de líquido será dirigido hacia el recipiente de vaporización instantánea (y a las unidades subsiguientes), causando de esta manera que el nivel de líquido se incremente. El caudal incrementado se puede mantener hasta que el nivel de líquido regrese al nivel predeterminado (dentro de un  
25 margen de error).

En una realización, los procedimientos comprenden las etapas de: carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los  
30 mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo; transportar el producto de ácido acético crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea; someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera  
35 corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido; condensar, en un decantados, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida; hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo; y controlar un nivel de líquido en el decantador en función de al menos uno de caudal de vaporización instantánea y tasa de reflujo; en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea y/o en el que dicho control comprende medir el caudal de vaporización instantánea y ajustar la tasa de reflujo en respuesta a la medición.

45 En una realización, los procedimientos comprenden las etapas de: carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo; transportar el producto de ácido acético  
50 crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea; someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido; condensar, en un  
55 decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida; hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo; en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea; y en el que la concentración de agua en la descarga lateral varía en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable y/o la concentración de agua en la descarga lateral varía desde 1,1% en peso hasta 3% en peso.

En una realización, los procedimientos comprenden las etapas de: carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los  
65 mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo; transportar el producto de ácido acético

crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea; someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido; condensar, en un decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida; hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo; en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea; y en el que dicha al menos una fase líquida comprende al menos una porción de la fase pesada y la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase pesada varía desde 1,5 hasta 1,8, bajo operación en estado estable.

En una realización, los procedimientos comprenden las etapas de: carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetilico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo; transportar el producto de ácido acético crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea; someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido; condensar, en un decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida; hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo; y dirigir una segunda porción de dicha al menos una fase líquida hacia un sistema de remoción de PRC a una velocidad de alimentación de PRS; en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea; y opcionalmente en el que la velocidad de alimentación de PRS varía en +/- 25%, bajo operación en estado estable.

En una realización, los procedimientos comprenden las etapas de: carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetilico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo; transportar el producto de ácido acético crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea a un caudal de vaporización instantánea; someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro; separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido; condensar, en un decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida; hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo; en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea; y en el que dicha al menos una fase líquida comprende al menos una porción de la fase ligera y la gravedad específica de la fase ligera varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase ligera varía desde 0,9 hasta 1,2, bajo operación en estado estable.

En una realización, dicha etapa de control comprende medir el nivel de líquido en el decantador y ajustar la tasa de reflujo en respuesta al nivel de líquido. El nivel medido se puede comparar con un nivel predeterminado y el ajuste de la tasa de reflujo se puede basar en esta comparación. Por ejemplo, si el nivel de líquido se ha incrementado más allá del nivel predeterminado, dicho control puede comprender incrementar la tasa de reflujo. Como resultado, un caudal incrementado de líquido será extraído del decantador (hacia la columna de productos finales ligeros), causando de esta manera que disminuya el nivel de líquido. El caudal incrementado se puede mantener hasta que el nivel de líquido regrese al nivel predeterminado (dentro de un margen de error). Por lo tanto, dicho control puede comprender incrementar la tasa de reflujo si se incrementa el nivel de líquido.

En una realización, dicho control puede comprender disminuir la tasa de reflujo si disminuye el nivel de líquido. El nivel medido se puede comparar con un nivel predeterminado y el ajuste de la tasa de reflujo se puede basar en esta comparación. Por ejemplo, si el nivel de líquido ha disminuido por debajo del nivel predeterminado, dicho control puede comprender disminuir la tasa de reflujo. Como resultado, un caudal disminuido de líquido será extraído desde el decantador (hacia la columna de productos finales ligeros), causando de esta manera que el nivel de líquido se incremente. El caudal disminuido se puede mantener hasta que el nivel de líquido regrese al

nivel predeterminado (dentro de un margen de error).

Un aspecto ventajoso de los procedimientos antes mencionados es el uso del caudal de vaporización instantánea como un mecanismo de control para mantener consistentes las operaciones de la columna de productos finales ligeros y/o el nivel de líquido en el decantador. Está dentro del ámbito de la invención utilizar los principios generales de control de procedimiento para implementar el uso del caudal de vaporización instantánea (y opcionalmente el uso del bucle de reflujo) en este sentido. Los mecanismos de control de procedimiento a modo de ejemplo divulgados en la presente memoria son meramente como ejemplos y no se pretende que limiten el alcance de la invención. Otros mecanismos específicos de control de procedimiento están dentro del ámbito de la invención, en tanto que se utilice el caudal de vaporización instantánea (y opcionalmente el bucle de reflujo) para mantener consistentes las operaciones de la columna de productos finales ligeros y/o el nivel de líquido en el decantador.

Otro aspecto ventajoso de los procedimientos antes mencionados es el uso del bucle de reflujo como un mecanismo de control para mantener el nivel de líquido en el decantador. Está dentro del ámbito de la invención utilizar los principios generales de control de procedimiento para implementar el uso del bucle de reflujo en este sentido. Los mecanismos de control de procedimiento a modo de ejemplo divulgados en la presente memoria son meramente como ejemplos y no se pretende que limiten el alcance de la invención. Otros mecanismos específicos de control de procedimiento están dentro del ámbito de la invención, en tanto que el bucle de reflujo se utilice para mantener el nivel de líquido en el decantador.

Como resultado de los esquemas de control discutidos en la presente memoria, la columna de productos finales ligeros puede ser capaz de operación más consistente, por ejemplo, se establece y se mantiene un perfil de columna más consistente. Cuando el nivel del decantador es controlado por el flujo fuera del decantador, por ejemplo, reciclado hacia el reactor, el reflujo permanece constante, no variable. Aunque este esquema puede ser de alguna manera efectivo para controlar algunas columnas de destilación, Este esquema está lejos de ser óptimo para muchos trenes de separación. Mantener el reflujo constante en tal situación tiende a amplificar todavía más una perturbación de la columna y la capacidad de la torre para manejar la perturbación puede ser excedida. Cualquier perturbación en la alimentación hacia la columna que dé como resultado un incremento en material en el decantador de cabeza de columna, puede ser manejada de manera más adecuada mediante un incremento correspondiente en el reflujo, como se discute en la presente memoria. Por lo tanto, utilizando los esquemas de control discutidos en la presente memoria, las corrientes que salen de la columna de productos finales ligeros serán más consistentes, por ejemplo, cuando se opera en estado estacionario. Por ejemplo, la concentración de agua en la descarga lateral que sale de la columna de productos finales ligeros es sustancialmente constante, por ejemplo, de conformidad con los intervalos y límites divulgados en la presente memoria. La consistencia de la concentración de agua en la descarga lateral es un indicador de la consistencia de la operación de columna, por ejemplo, perfil de columna. Sin el control de operación de productos finales ligeros y/o control de nivel de líquido del decantador divulgados en la presente memoria, la descarga lateral que sale de la columna de productos finales ligeros podría ser mucho menos consistente.

En algunas realizaciones, los esquemas de control de los procedimientos de la invención proporcionan un nivel de líquido en el decantador que es sustancialmente constante, bajo operación en estado estable durante al menos 6 horas, por ejemplo, al menos 12 horas o al menos 24 horas. Por ejemplo, el nivel de líquido puede variar en +/- 5%, por ejemplo, +/- 4%, +/- 3%, +/- 2%, +/- 1%, +/- 0,5%, o +/- 0,2%, durante este período de tiempo.

En una realización, los procedimientos también comprenden la etapa de dirigir al menos algo del resto de dicha al menos una fase líquida hacia un sistema de remoción de compuesto reductor de permanganato (PRC) a una velocidad de alimentación de PRS. El PRS se utiliza para eliminar los PRC, principalmente aldehídos tales como acetaldehído, de una corriente de vapor de cabeza de columna de punto de ebullición bajo de una columna de destilación de productos finales ligeros (una segunda corriente de vapor), por ejemplo, de la fase ligera y/o la fase pesada. Al menos una porción de dicha al menos una fase líquida se puede dirigir hacia el PRS. La porción de dicha al menos una fase líquida dirigida hacia el PRS no es la porción de dicha al menos una fase líquida que se hace refluir hacia la columna de productos finales ligeros. Como resultado de los esquemas de control divulgados en la presente memoria, la porción de dicha al menos una fase líquida que es dirigida hacia el PRS es más consistente, tanto en cantidad (velocidad de alimentación de PRS) como en composición. En una realización, la velocidad de alimentación de PRS es sustancialmente constante, bajo operación en estado estable. Por ejemplo, la velocidad de alimentación de PRS puede variar en +/- 25%, por ejemplo, +/- 15%, +/- 10%, +/- 5%, o +/- 3%. La consistencia de la corriente alimentada al PRS proporciona operación más consistente del PRS.

En una realización, dicha al menos una fase líquida comprende una fase ligera. En algunos casos, la fase ligera se puede hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros. En estos casos la gravedad específica de la fase ligera puede ser, de manera conveniente, sustancialmente constante, bajo operación en estado estable. Por ejemplo, la gravedad específica de la fase ligera varía en +/- 0,15, por ejemplo, +/- 0,05, +/- 0,03, por ejemplo, o

+/- 0,01. En términos de intervalos, la gravedad específica de la fase ligera puede ser desde 0,9 hasta 1,2, por ejemplo, desde 1,0 hasta 1,1, desde 1,03 hasta 1,07, o desde 1,04 hasta 1,06. La consistencia de la gravedad específica de la fase ligera es un indicador de la consistencia de la operación de columna, por ejemplo, perfil de columna.

5 En una realización, dicha al menos una fase líquida comprende una fase pesada. En algunos casos, la fase pesada se puede hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros. En estos casos la gravedad específica de la fase pesada puede ser, de manera conveniente, sustancialmente constante, bajo operación en estado estable. Por ejemplo, la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, por ejemplo, +/-0,03, por ejemplo, o +/- 0,01. En términos de intervalos, la gravedad específica de la fase pesada puede ser desde 1,5 hasta 1,8, desde 1,55 hasta 1,75, o desde 1,6 hasta 1,7. La consistencia de la gravedad específica de la fase pesada es un indicador de la consistencia de la operación de columna, por ejemplo, perfil de columna. Si el perfil de la torre se elevara, la densidad de la fase pesada caería.

15 En una realización, la descarga lateral se puede procesar adicionalmente, por ejemplo, deshidratar o secar, en una columna de secado para formar un producto de ácido acético deshidratado que comprende ácido acético y una cantidad menor de agua. Como se indicó anteriormente, la concentración de agua en la descarga lateral alimentada a la columna de secado será, benéficamente, sustancialmente constante como resultado de los esquemas de control divulgados en la presente memoria. Por lo tanto, las perturbaciones al perfil de la torre se reducen al mínimo y, por lo tanto, la composición de la descarga lateral permanece más consistente que cuando el reflujo se mantiene constante y se permite que el perfil de composición de la torre fluctúe. La consistencia de la corriente alimentada a la columna de secado permite un perfil más consistente en la columna de secado, lo que a su vez proporciona eficiencia de separación mejorada. En una realización, como resultado de los esquemas de control divulgados en la presente memoria, la cantidad de yoduro de hidrógeno alimentada a la columna de secado se reduce, en comparación con una corriente similar que resulta del procedimiento que no mantiene el nivel de líquido del decantador mediante la tasa de reflujo o el caudal de vaporización instantánea.

20 En una realización, los procedimientos de la presente invención permiten el equilibrio de separación entre la columna de productos finales ligeros y la columna de secado. Como se indicó anteriormente, el uso de los esquemas de control divulgados en la presente memoria da como resultado operación más constante de la torre de productos ligeros finales y perfiles de composición más consistentes en la torre de productos finales ligeros. Estas consistencias, a su vez, permiten que se pueda manejar un intervalo más amplio de reciclado de fase ligera hacia el reactor. La composición de la corriente lateral también se puede controlar más fácilmente. Un beneficio de estas operaciones es que se puede equilibrar la separación general de agua a partir del producto de ácido acético entre las dos columnas, en oposición a sólo una, para desempeño óptimo dentro de las limitaciones del equipo operativo real.

30 "Operación en estado estable" es una expresión bien conocida en la técnica. Operación en estado estable significa que los parámetros de una operación particular son constantes a través del tiempo (o varían sólo nominalmente). Por ejemplo, para operaciones en columna, estado estable significa que el total de corrientes que entran en una operación es igual al flujo total de corrientes que salen de una operación. Estado estable no se refiere a periodos de puesta en marcha o de parada. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "bajo operación en estado estacionario" se puede interpretar como bajo operaciones en estado estacionario durante al menos 6 horas, por ejemplo, al menos 12 horas, al menos 24 horas, o al menos 48 horas.

45 Sistemas de producción de ácido acético

50 A continuación, se describe un ejemplo de procedimiento de producción de ácido acético. En aras de la claridad, en la presente memoria descriptiva no se describen todos los elementos de una implementación real. La descripción del procedimiento es meramente a manera a modo de ejemplo y no se pretende limitar el alcance de la invención.

55 La reacción de carbonilación de metanol hasta producto de ácido acético se puede efectuar poniendo en contacto la alimentación de metanol con monóxido de carbono gaseoso burbujeado a través de un medio de reacción de solvente de ácido acético que contiene el catalizador metálico, por ejemplo, catalizador de rodio, un promotor de catalizador que contiene halógeno, por ejemplo, yoduro de metilo, sal de halogenuro soluble adicional, por ejemplo, sal de yoduro tal como yoduro de litio, y opcionalmente acetato de metilo y/o agua, a condiciones de temperatura y presión apropiadas para formar el producto de carbonilación.

60 El catalizador puede ser un catalizador de metal del Grupo VIII, tal como rodio, y un promotor de catalizador que contiene halógeno. Un procedimiento particularmente útil es la carbonilación catalizada con rodio baja en agua de metanol hasta ácido acético como se ejemplifica en la patente de EE. UU. N.º 5,001,259. También se contemplan otros catalizadores metálicos, por ejemplo, catalizadores basados en iridio. En términos generales, se cree que el componente metálico, por ejemplo, componente de rodio, del sistema catalizador está presente en forma de un compuesto de coordinación de rodio con un componente de halógeno que proporciona al menos uno

de los ligandos de dicho compuesto de coordinación. Además de la coordinación de rodio y halógeno, se cree también que el monóxido de carbono se va a coordinar con el rodio. El componente de rodio del sistema catalizador se puede proporcionar introduciendo en la zona de reacción rodio en forma de rodio metálico, sales de rodio tales como los óxidos, acetatos, yoduros, carbonatos, hidróxidos, cloruros, etc., u otros compuestos que den como resultado la formación de un compuesto de coordinación de rodio en el ambiente de la reacción. El catalizador metálico, por ejemplo, catalizador de rodio, en algunas realizaciones, está presente en cantidades de 200 a 2000 partes por millón en peso (ppm en peso).

El promotor de catalizador que contiene halógeno del sistema catalizador consiste de un compuesto de halógeno que comprende un halogenuro orgánico. Por lo tanto, se pueden utilizar halogenuros de alquilo, arilo, y alquilo o arilo sustituidos. De preferencia, el promotor de catalizador que contiene halógeno está presente en forma de un halogenuro de alquilo. Incluso más preferentemente, el promotor de catalizador que contiene halógeno está presente en forma de un halogenuro de alquilo en el que el radical alquilo corresponde al radical alquilo del alcohol alimentado, el cual está siendo carbonilado. Por lo tanto, en la carbonilación de metanol hasta ácido acético, el promotor de halogenuro incluirá halogenuro de metilo y, más preferentemente, yoduro de metilo.

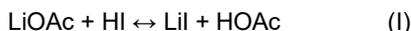
En términos generales se reconocerá que es la concentración del ión yoduro en el sistema catalizador la que es importante y no la del catión asociado con el yoduro, y que a una concentración molar dada de yoduro la naturaleza del catión no es tan significativa como la del efecto de la concentración de yoduro. Cualquier sal de yoduro metálica, o cualquier sal de yoduro de cualquier catión orgánico, u otros cationes tales como aquellos basados en compuestos de amina o fosfina (opcionalmente, cationes ternarios o cuaternarios), se puede mantener en el medio de reacción con la condición que la sal sea lo suficientemente soluble en el medio de reacción para proporcionar el nivel deseado del yoduro. Cuando el yoduro es una sal metálica, ésta de preferencia es una sal yoduro de un miembro del grupo que consiste en los metales del Grupo IA y del Grupo IIA de la tabla periódica como se indica en "Handbook of Chemistry and Physics (Manual de Química y Física)" publicado por CRC Press, Cleveland, Ohio, 2002-03 (83a edición). En particular, son útiles los yoduros de metal alcalino, siendo particularmente apropiado el yoduro de litio. En el procedimiento de carbonilación baja en agua, el ión yoduro adicional con respecto a y por encima del ión yoduro presente como yoduro de hidrógeno generalmente está presente en la solución de catalizador en cantidades tales que la concentración total de ión yoduro es de 2 a 20% en peso y el acetato de metilo generalmente está presente en cantidades de 0,5 a 30% en peso, y el yoduro de metilo generalmente está presente en cantidades de 5 a 20% en peso.

En algunas realizaciones, las velocidades de reacción deseadas se obtienen incluso a concentraciones bajas de agua manteniendo en el medio de reacción un éster del ácido carboxílico deseado y un alcohol, de manera deseable el alcohol utilizado en la carbonilación, y un ión yoduro adicional que esté además de y por encima del ión yoduro que está presente como yoduro de hidrógeno. Un éster deseado es acetato de metilo. Se ha encontrado, como se describe en la patente de EE. UU. N.º 5,001,259, que, bajo concentraciones bajas de agua, el acetato de metilo y el yoduro de litio actúan como promotores de la velocidad solamente cuando están presentes concentraciones relativamente altas de cada uno de estos componentes y que la promoción es más alta cuando ambos de dichos componentes están presentes simultáneamente. La concentración absoluta de contenido de ión yoduro se proporciona simplemente como un ejemplo, y no se debe interpretar como limitativa.

En realizaciones, el procedimiento de producción de ácido acético también incluye introducir un compuesto de litio en el reactor para mantener la concentración de acetato de litio en una cantidad de 0,3 a 0,7% en peso en el medio de reacción. En realizaciones, se introduce una cantidad del compuesto de litio en el reactor para mantener la concentración de yoduro de hidrógeno en una cantidad de 0,1 a 1,3% en peso en el medio de reacción. En realizaciones, la concentración del catalizador de rodio se mantiene en una cantidad de 200 a 3000 ppm en peso en el medio de reacción, la concentración de agua se mantiene en una cantidad de 0,1 a 4,1% en peso en el medio de reacción, y la concentración de acetato de metilo se mantiene de 0,6 a 4,1% en peso en el medio de reacción, en función del peso total del medio de reacción presente dentro del reactor de carbonilación.

En realizaciones, el compuesto de litio introducido en el reactor se selecciona a partir del grupo que consiste en acetato de litio, carboxilatos de litio, carbonatos de litio, hidróxido de litio, otras sales de litio orgánicas, y mezclas de los mismos. En realizaciones, el compuesto de litio es soluble en el medio de reacción. En una realización, se puede utilizar acetato de litio dihidratado como la fuente del compuesto de litio.

El acetato de litio reacciona con yoduro de hidrógeno de acuerdo con la siguiente reacción en equilibrio (I) para formar yoduro de litio y ácido acético:



Se cree que el acetato de litio proporciona control mejorado de la concentración de yoduro de hidrógeno con relación a otros acetatos, tal como acetato de metilo, presentes en el medio de reacción. Sin estar limitado a la teoría, acetato de litio es una base conjugada del ácido acético y por lo tanto reactivo hacia el yoduro de hidrógeno mediante una reacción ácido-base. Se cree que esta propiedad da como resultado un equilibrio de la

reacción (I) que favorece los productos de reacción con respecto aquellos que son producidos por el equilibrio correspondiente de acetato de metilo y yoduro de hidrógeno. Este equilibrio mejorado se ve favorecido por concentraciones de agua de menos de 4,1% en peso en el medio de reacción. Además, la volatilidad relativamente baja del acetato de litio comparada con el acetato de metilo permite que el acetato de litio permanezca en el medio de reacción excepto por pérdidas por volatilidad y cantidades pequeñas de arrastre hacia el vapor del producto crudo. En contraste, la volatilidad relativamente alta del acetato de metilo permite que el material se destile hacia el tren de purificación, haciendo que el acetato de metilo sea más difícil de controlar. El acetato de litio es mucho más fácil de mantener y controlar en el procedimiento a concentraciones consistentes bajas de yoduro de hidrógeno. Por consiguiente, se puede utilizar una cantidad relativamente pequeña de acetato de litio con relación a la cantidad de acetato de metilo necesaria para controlar las concentraciones de yoduro de hidrógeno en el medio de reacción. También se ha descubierto que el acetato de litio es al menos tres veces más efectivo que el acetato de metilo para promover la adición oxidativa del yoduro de metilo al complejo de rodio [I].

En realizaciones, la concentración de acetato de litio en el medio de reacción se mantiene en una cantidad mayor o igual a 0,3% en peso, o mayor o igual a 0,35% en peso, o mayor o igual a 0,4% en peso, o mayor o igual a 0,45% en peso, o mayor o igual a 0,5% en peso, y/o en realizaciones, la concentración de acetato de litio en el medio de reacción se mantiene en una cantidad menor o igual a 0,7% en peso, o menor o igual a 0,65% en peso, o menor o igual a 0,6% en peso, o menor o igual a 0,55% en peso.

Se ha descubierto que un exceso de acetato de litio en el medio de reacción puede afectar adversamente a los otros compuestos en el medio de reacción, lo que conduce a productividad disminuida. Por el contrario, se ha descubierto que una concentración de acetato de litio en el medio de reacción por debajo de aproximadamente 0,3% en peso es incapaz de mantener las concentraciones de yoduro de hidrógeno deseadas en el medio de reacción por debajo de 1,3% en peso.

En realizaciones, el compuesto de litio se puede introducir de manera continua o de manera intermitente en el medio de reacción. En realizaciones, el compuesto de litio se introduce durante el arranque del reactor. En realizaciones, el compuesto de litio se introduce de manera intermitente para reemplazar las pérdidas por el arrastre.

El medio de reacción también puede contener impurezas que se deben controlar para evitar la formación de subproductos. Una impureza en el medio de reacción puede ser yoduro de etilo, el cual es difícil de separar del ácido acético. El Solicitante descubrió además que la formación de yoduro de etilo puede estar afectada por numerosas variables, incluyendo la concentración de acetaldehído, acetato de etilo, acetato de metilo y yoduro de metilo en el medio de reacción. Adicionalmente, se ha descubierto que el contenido de etanol en la fuente de metanol, la presión parcial del hidrógeno y el contenido de hidrógeno en la fuente de monóxido de carbono afectan la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción y, por consiguiente, la concentración de ácido propiónico en el producto de ácido acético final.

En realizaciones, la concentración de ácido propiónico en el producto de ácido acético se puede mantener adicionalmente por debajo de 250 ppm en peso manteniendo la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción en una cantidad menor o igual a 750 ppm en peso sin remover el ácido propiónico del producto de ácido acético.

En realizaciones, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción y de ácido propiónico en el producto de ácido acético puede estar presente en una relación en peso desde 3:1 hasta 1:2. En realizaciones, la concentración de acetaldehído:yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene en una relación en peso desde 2:1 hasta 20:1.

En realizaciones, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción se puede mantener controlando al menos una de la presión parcial del hidrógeno, la concentración de acetato de metilo, la concentración de yoduro de metilo, y/o la concentración de acetaldehído en el medio de reacción.

En realizaciones, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene/controla para que sea menor o igual a 750 ppm en peso o, por ejemplo, menor o igual a 650 ppm en peso, o menor o igual a 550 ppm en peso, o menor o igual a 450 ppm en peso, o menor o igual a 350 ppm en peso. En realizaciones, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene/controla en una cantidad mayor o igual a 1 ppm en peso o, por ejemplo, 5 ppm en peso, o 10 ppm en peso, o 20 ppm en peso, o 25 ppm en peso, y menor o igual a 650 ppm en peso o, por ejemplo, 550 ppm en peso, o 450 ppm en peso, o 350 ppm en peso.

En realizaciones, la relación en peso de yoduro de etilo en el medio de reacción a ácido propiónico en el producto de ácido acético puede variar desde 3:1 hasta 1:2 o, por ejemplo, desde 5:2 hasta 1:2, o desde 2:1 hasta 1:2, o desde 3:2 hasta 1:2.

En realizaciones, la relación en peso de acetaldehído a yoduro de etilo en el medio de reacción puede variar desde 20:1 hasta 2:1 o, por ejemplo, desde 15:1 hasta 2:1 o desde 9:1 hasta 2:1.

5 En una realización, la corriente de purga gaseosa 106 contiene cantidades bajas de yoduro de hidrógeno menores o iguales a 1% en peso, por ejemplo, menores o iguales a 0,9% en peso, menores o iguales a 0,8% en peso, menores o iguales a 0,7% en peso, menores o iguales a 0,5% en peso. El exceso de yoduro de hidrógeno en estas cantidades puede incrementar el trabajo de la torre de lavado para evitar que el hidrógeno sea purgado.

10 En una realización, una prueba de permanganato de potasio apropiada es JIS K1351 (2007).

El medio de reacción líquido empleado puede incluir cualquier solvente compatible con el sistema de catalizador y puede incluir alcoholes puros, o mezclas del material de alimentación de alcohol y/o el ácido carboxílico deseado y/o ésteres de estos dos compuestos. Un solvente preferido y el medio de reacción líquido para el procedimiento de carbonilación baja en agua contiene el producto de ácido carboxílico deseado. Por lo tanto, en la carbonilación de metanol hasta ácido acético, un sistema de solvente preferido contiene ácido acético.

15 El agua está contenida en el medio de reacción, pero de manera deseable en concentraciones bajas para lograr velocidades de reacción suficientes. Previamente se ha enseñado, por ejemplo, en la patente de EE. UU. N.º 3,769,329 que, en reacciones de carbonización catalizadas por rodio, la adición de agua ejerce un efecto benéfico sobre la velocidad de reacción. Por lo tanto, algunas operaciones comerciales son corridas habitualmente en concentraciones de agua mayores de 14% en peso. Sin embargo, en algunas realizaciones, se puede utilizar concentraciones de agua menores o iguales a 14% en peso, por ejemplo, menores o iguales a 10% en peso, menores o iguales a 1% en peso o menores o iguales a 0,1% en peso. En términos de intervalos, el medio de reacción puede comprender desde 0,1% en peso hasta 14% en peso de agua, por ejemplo, desde 20 0,2% en peso hasta 10% en peso o desde 0,25% en peso hasta 5% en peso, en función del peso total del medio de reacción.

30 Las temperaturas de reacción usuales para la carbonilación pueden ser desde 150 hasta 250°C, con el intervalo de temperatura de 180 a 225°C siendo un intervalo preferido. La presión parcial del monóxido de carbono en el reactor puede variar ampliamente, pero es usualmente de 2 a 30 atmósferas, por ejemplo, de 3 a 10 atmósferas. Debido a la presión parcial de los sub-productos y la presión de vapor de los líquidos contenidos, la presión del reactor total puede variar desde 15 hasta 40 atmósferas.

35 Se muestra un sistema de reacción y de recuperación de ácido acético 100 en la Figura 1. Tal como se muestra, la corriente de alimentación de metanol 101 y la corriente de alimentación que contiene monóxido de carbono 102 se dirigen hacia el reactor de carbonilación en fase líquida 104, en el que ocurre la reacción de carbonilación para formar ácido acético.

40 El reactor de carbonilación 104 es de preferencia cualquiera de un recipiente agitado o recipiente tipo columna de burbuja, con o sin un agitador, dentro del cual se mantienen los contenidos del líquido o suspensión espesa que reaccionan, de preferencia de manera automática, un nivel predeterminado, el cual de preferencia permanece sustancialmente constante durante la operación normal. Dentro del reactor de carbonización 104, se introducen la composición de metanol, monóxido de carbono, y suficiente agua de manera continua según sea necesario para mantener al menos una concentración finita de agua, por ejemplo, 0,1% en peso, en el medio de 45 reacción.

En un procedimiento de carbonilación usual, se introduce monóxido de carbono de manera continua en el reactor de carbonilación, de manera deseable por debajo del agitador, el cual se puede utilizar para agitar los contenidos. La alimentación gaseosa de preferencia se dispersa completamente a través del líquido en reacción 50 utilizando este medio de agitación. La corriente de purga gaseosa 106 de manera deseable se ventila desde el reactor 104 para evitar la acumulación de sub-productos gaseosos y para mantener una presión parcial del monóxido de carbono fija a una presión de reactor total dada. Se puede controlar la temperatura del reactor y se introduce la alimentación de monóxido de carbono a una velocidad suficiente para mantener la presión de reactor total deseada. La corriente 113 que comprende un producto de ácido acético no sometido a vaporización 55 instantánea, crudo sale reactor 104.

60 El producto de ácido acético crudo se puede purificar en la zona de separación 108 para recuperar el ácido acético y reciclar la solución de catalizador, el yoduro de metilo, acetato de metilo, y otros componentes del sistema dentro del procedimiento. Por lo tanto, también se introducen una solución de catalizador reciclada, tal como una corriente 110 desde el recipiente de vaporización instantánea 112, y opcionalmente una o más de las corrientes de reciclado 114, 116, 118, y 120, en el reactor 104. Por supuesto, se pueden combinar una o más de las corrientes de reciclado antes de ser introducidas en el reactor 104. Sin embargo, como se indicó anteriormente, en vista de los esquemas de control divulgados en la presente memoria, se puede reducir o 65 eliminar el uso de dichas corrientes de reciclado para el control del procedimiento. Sin embargo, en algunos casos, dichas corrientes de reciclado se pueden utilizar simplemente para retornar los componentes al reactor.

El producto crudo se extrae a partir del reactor de carbonilación 104 a una velocidad suficiente para mantener un nivel constante en el mismo y se proporciona al recipiente de vaporización instantánea 112 mediante la corriente 113. En el recipiente de vaporización instantánea 112, el producto crudo se separa en una etapa de separación por vaporización instantánea para obtener una corriente de cabeza de columna volátil ("vapor") (una primera corriente de vapor) 122 que comprende ácido acético y una corriente de residuo menos volátil (líquida) 110 que comprende una solución que contiene catalizador (predominantemente ácido acético que contiene el rodio y la sal de yoduro junto con cantidades menores de acetato de metilo, yoduro de metilo y agua), la cual de preferencia se recicla hacia el reactor, como se discutió anteriormente. Por lo tanto, la purificación del producto de ácido acético crudo puede comprender las etapas de someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo, con o sin calor, para formar la primera corriente de vapor (corriente 122) que comprende ácido acético y monóxido de carbono residual y la primera corriente de residuo líquido (corriente 110) que comprende catalizador y reciclar el primer residuo líquido hacia el primer reactor.

En una realización, la corriente de producto de vapor comprende ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, acetaldehído, y yoduro de hidrógeno. En una realización, la corriente de producto de vapor comprende ácido acético en una cantidad de 45 a 75% en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 20 a 50% en peso, acetato de metilo en una cantidad menor o igual a 9% en peso y agua en una cantidad menor o igual a 15% en peso, en función del peso total de la corriente de producto de vapor. En otra realización, la corriente de producto de vapor comprende ácido acético en una cantidad de 45 a 75% en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 24 hasta menos de 36% en peso, acetato de metilo en una cantidad menor o igual a 9% en peso y agua en una cantidad menor o igual a 15% en peso, en función del peso total de la corriente de producto de vapor. Más preferentemente, la corriente de producto de vapor comprende ácido acético en una cantidad de 55 a 75% en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 24 a 35% en peso, acetato de metilo en una cantidad de 0,5 a 8% en peso y agua en una cantidad de 0,5 a 14% en peso. Incluso en una realización preferente adicional, la corriente de producto de vapor comprende ácido acético en una cantidad de 60 a 70% en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 25 a 35% en peso, acetato de metilo en una cantidad de 0,5 a 6,5% en peso y agua en una cantidad de 1 a 8% en peso. La concentración de acetaldehído en la corriente de producto de vapor puede estar en una cantidad de 0,005 a 1% en peso, en función del peso total de la corriente de producto de vapor, por ejemplo, de 0,01 a 0,8% en peso, o de 0,01 a 0,7% en peso. En algunas realizaciones el acetaldehído puede estar presente en cantidades menores o iguales a 0,01% en peso. La corriente de producto de vapor puede comprender yoduro de hidrógeno en una cantidad menor o igual a 1% en peso, en función del peso total de la corriente de producto de vapor, por ejemplo, menor o igual a 0,5% en peso, o menor o igual a 0,1% en peso. El yoduro de hidrógeno de preferencia está presente en la corriente de producto de vapor. La corriente de producto de vapor de preferencia está sustancialmente libre de, por ejemplo, contiene una cantidad menor o igual a 0,0001% en peso, de ácido propiónico, en función del peso total de la corriente de producto de vapor.

La corriente de reciclado líquida comprende ácido acético, el catalizador metálico, metales corrosivos, así como también otros compuestos diversos. En una realización, la corriente de reciclado líquida comprende ácido acético en una cantidad de 60 a 90% en peso, catalizador metálico en una cantidad de 0,01 a 0,5% en peso; metales corrosivos (por ejemplo, níquel, hierro y cromo) en una cantidad total de 10 a 2500 ppm en peso; yoduro de litio en una cantidad de 5 a 20% en peso; yoduro de metilo en una cantidad de 0,5 a 5% en peso; acetato de metilo en una cantidad de 0,1 a 5% en peso; agua en una cantidad de 0,1 a 8% en peso; acetaldehído en una cantidad menor o igual a 1% en peso (por ejemplo, desde 0,0001 hasta 1% en peso de acetaldehído); y yoduro de hidrógeno en una cantidad menor o igual a 0,5% en peso (por ejemplo, desde 0,0001 hasta 0,5% en peso de yoduro de hidrógeno).

La corriente de cabeza de columna proveniente del recipiente de vaporización instantánea 112 se dirige hacia la columna de productos finales ligeros 124 como la corriente 122, en la que la destilación produce una corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126, un producto de ácido acético purificado que de preferencia se retira mediante una descarga lateral 128, y una corriente de residuo de alto punto de ebullición 116. El ácido acético retirado mediante la descarga lateral 128 de preferencia se somete a purificación adicional, tal como en una columna de secado 130 para la separación selectiva del ácido acético a partir del agua. Por lo tanto, la purificación puede comprender además la etapa de separar, en una columna de productos finales ligeros, la corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor (corriente 126) que comprende monóxido de carbono, una descarga lateral (corriente 128) que comprende producto de ácido acético purificado, y una segunda corriente de residuo líquido (corriente 116).

Se ha divulgado en las patentes de EE. UU. N.º 6,143,930 y 6,339,171 que por lo general existe una concentración más alta de los PRC, y en particular una concentración de acetaldehído, en la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición que sale de la columna de productos finales ligeros que en la corriente de residuo de alto punto de ebullición que sale de la columna. Por lo tanto, en algunos casos, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126, que contiene PRC, se somete a procesamiento adicional en el PRS 132 para reducir y/o remover la cantidad de PRC presentes. Por lo tanto, tal como se muestra, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126, se condensa y se dirige hacia una unidad de separación de fase de cabeza de columna, como se muestra mediante el decantador

receptor de cabeza de columna 134. Además de los PRC, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126 usualmente puede contener yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético y agua.

De manera deseable, las condiciones en el procedimiento se mantienen de manera tal que la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126, una vez en el decantador 134, se pueda separar para formar al menos una fase líquida, por ejemplo, una fase ligera y/o una fase pesada. En términos generales, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 126 se enfría hasta una temperatura suficiente para condensar y separar el yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo condensables y agua para formar dos fases separadas. Una porción de la corriente 126 puede incluir gases no condensables tales como monóxido de carbono, dióxido de carbono, hidrógeno, y similares que se pueden ventilar como se muestra mediante la corriente 136 en la Figura 1, la cual se puede dirigir hacia una unidad absorbente de baja presión (no mostrada). Las fases líquidas en el decantador pueden establecer el nivel de líquido 135 en el decantador 134. El dispositivo de medición 137 se coloca en o alrededor del decantador 134. El dispositivo de medición 137 mide el nivel de líquido. Dicho nivel de líquido se puede utilizar en los esquemas de control divulgados para controlar la operación de la columna de productos finales ligeros y/o controlar el nivel de líquido del decantador. De preferencia, el dispositivo 137 está en comunicación con otro hardware de control asociado con el decantador (no mostrado). Está dentro del ámbito de la técnica seleccionar el hardware de control apropiado para implementar los esquemas de control divulgados.

La fase ligera condensada en el decantador 134 en términos generales puede comprender agua, ácido acético, y PRC, así como también cantidades de yoduro de metilo y acetato de metilo. La fase ligera condensada sale del decantador 134 mediante la tubería 131. La fase pesada condensada en el decantador 134 por lo general puede comprender yoduro de metilo, acetato de metilo, y PRC. La fase pesada condensada sale del decantador mediante la tubería 118. Como se muestra en la Figura 1, al menos una porción de la fase ligera y/o la fase pesada se puede hacer refluir de regreso hacia columna de productos finales ligeros 124. Una porción de la fase ligera en la tubería 131 se puede hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros 124 mediante la tubería 131', estableciendo de este modo un bucle de reflujo con la tubería 126, el decantador 134, la tubería 131', y la columna de productos finales ligeros 124. Una porción de la fase pesada en la tubería 118 se puede hacer refluir de regreso hacia la columna de productos finales ligeros 124 mediante la tubería 118' (con o sin la fase ligera en la tubería 131'), estableciendo de este modo un bucle de reflujo con la tubería 126, el decantador 134, la tubería 118', y la columna de productos finales ligeros 124. La tasa de reflujo de las corrientes 131' y/o 118' se puede utilizar para mantener el nivel de líquido en el decantador 134. Aunque las corrientes 131' y 118' están indicadas con líneas sólidas, está dentro de la contemplación de la invención que se podría utilizar solamente 131' o solamente 118' en combinación con la tubería 126, el decantador 134, y la columna de productos finales ligeros 124 para establecer el bucle de reflujo.

Además de las porciones de la fase ligera que se pueden hacer refluir 131', se puede dirigir una porción separada de la corriente 131 hacia el PRS 132. La corriente 131" dirige la porción separada de la corriente 131 hacia el PRS 132 mediante la tubería 138. Además de la fase pesada que se puede hacer refluir, 118', una porción separada de la corriente 118 se puede dirigir hacia el PRS 132. La corriente 118" dirige una porción separada de la corriente 118 hacia el PRS 132 después de ser combinada con la tubería 131" (opcionalmente la corriente 118" se podría alimentar directamente hacia el PRS 132. En vista de los esquemas de control divulgados en la presente memoria la composición de las corrientes 118" y 131" puede ser más consistente, lo cual conducirá de manera conveniente a separaciones más efectivas en el PRS 132.

La fase líquida pesada condesada en el decantados 134 se puede recircular de manera conveniente, ya sea directa o indirectamente, hacia el reactor 104 mediante la corriente 118, aunque dicha recirculación puede no ser necesaria para razones del control del procedimiento. Por ejemplo, una porción de esta fase líquida pesada condesada se puede recircular hacia el reactor, con una corriente deslizante (no mostrada), por lo general una cantidad pequeña, por ejemplo, de 5 a 40% en volumen, o de 5 a 20% en volumen, de la fase líquida pesada se dirige hacia un PRS. Dicha corriente deslizante de la fase líquida pesada se puede tratar de manera individual o se puede combinar con la corriente de fase líquida ligera condensada 138 para la destilación y extracción adicional de impurezas de carbonilo.

Aunque las composiciones específicas de la corriente de fase ligera pueden variar ampliamente, a continuación de proporcionan algunas composiciones preferentes en la Tabla 1.

**TABLA 1**  
Fase líquida ligera a modo de ejemplo proveniente de la cabeza de columna de productos finales ligeros

	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)
Agua	40-80	50-75	70-75
Acetato de metilo	1-50	1-25	1-15

	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)
Ácido acético	1-40	1-25	5-15
PRC	<5	<3	<1
Yoduro de metilo	<10	<5	<3

En una realización, el decantados de cabeza de columna está arreglado y construido para mantener un nivel de interfaz bajo para evitar una retención en exceso de yoduro de metilo. Aunque las composiciones específicas de la fase líquida pesada pueden variar ampliamente, a continuación, se proporcionan algunas composiciones a modo de ejemplo en la Tabla 2.

**TABLA 2**  
Fase líquida pesada a modo de ejemplo proveniente de la cabeza de columna de productos finales ligeros

	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)
Agua	0,01-2	0,05-1	0,1-0,9
Acetato de metilo	0,1-25	0,5-20	0,7-15
Ácido acético	0,1-10	0,2-8	0,5-6
PRC	<5	<3	<1
Yoduro de metilo	40-98	50-95	60-85

La densidad de la fase líquida pesada 134 puede ser desde 1,3 hasta 2, por ejemplo, desde 1,5 hasta 1,8, desde 1,5 hasta 1,75 o desde 1,55 hasta 1,7. Como se describe en la patente de EE. UU. N.º 6,677,480, la densidad medida en la fase líquida pesada 134 se correlaciona con la concentración de acetato de metilo en el medio de reacción. A medida que la densidad disminuye, la concentración de acetato de metilo en el medio de reacción se incrementa. En una realización de la presente invención, la fase líquida pesada 134 se recicla hacia el reactor y la fase líquida ligera 133 se controla para ser reciclada a través de la misma bomba. Podría ser deseable reciclar una porción de la fase líquida ligera 133 que no interrumpe la bomba y mantiene una densidad de la fase líquida ligera 133 y la fase líquida pesada combinadas mayor o igual a 1,3, por ejemplo, mayor o igual a 1,4, mayor o igual a 1,5, o mayor o igual a 1,7. Tal como se describió en la presente memoria, una porción de la fase líquida pesada 134 se puede tratar para remover impurezas tales como acetaldehído.

Tal como se muestra en la Figura 1, la fase ligera sale del decantados 134 mediante la corriente 131. Una porción, por ejemplo, porción de alícuota, de la corriente de fase ligera 131 se dirige hacia el PRS 132. Otra porción, por ejemplo, porción de alícuota, de la corriente de fase ligera 131 opcionalmente se puede reciclar hacia el reactor 104 como se muestra mediante la corriente de reciclado 114, cuando se desee o se necesite agua adicional en el reactor 104, aunque dicha recirculación puede no ser necesaria para razones de control del procedimiento.

La columna de productos finales ligeros 124 de preferencia también forma la corriente de residuo o fondos 116, la cual comprende principalmente ácido acético y agua. Debido a que la corriente de fondos de productos finales ligeros 116 usualmente puede comprender un poco de catalizador residual, podría ser benéfico reciclar toda o una porción de la corriente de residuo de la columna de productos finales ligeros 116 hacia el reactor 104, aunque dicha recirculación podría no ser necesaria para razones de control del procedimiento. Opcionalmente, la corriente de residuo de la columna de productos finales ligeros 116 se puede combinar con la corriente de residuo líquido 110 proveniente del recipiente de vaporización instantánea 112 y retornarse juntas hacia el reactor 104, como se muestra en la Figura 1.

Tal como se indicó anteriormente, además de la fase de cabeza de columna, la columna de productos finales ligeros 124 también forma una descarga lateral de ácido acético 128, la cual de preferencia comprende principalmente ácido acético y agua. Con el fin de mantener una separación de productos eficiente, es importante que la composición de la descarga lateral 128 no varíe o fluctúe de manera significativa durante la operación normal. Como se discutió previamente, los esquemas de control divulgados en la presente memoria proporcionan mejoras en la consistencia de composición de la descarga lateral 128.

Opcionalmente, una porción de la descarga lateral 128 se puede recircular hacia la columna de productos finales ligeros 124, de preferencia hasta un punto por debajo del cual la descarga lateral 128 fue retirada de la columna de productos finales ligeros 124, con el fin de mejorar la separación.

Debido a que la descarga lateral 128 contiene agua además de ácido acético, la descarga lateral 128 proveniente de la columna de productos finales ligeros 124 de preferencia se dirige hacia la columna de secado

130, en la que se separan el ácido acético y agua uno del otro. Por lo tanto, el procedimiento puede comprender la etapa de secar, en una columna de secado, la descarga lateral (corriente 128) para remover el agua de la misma. Tal como se muestra, la columna de secado 130, separa la descarga lateral de ácido acético 128 para formar la corriente de cabeza de columna 144 comprendida principalmente de agua y la corriente de fondos 146 comprendida principalmente de ácido acético. La corriente de cabeza de columna 144 de preferencia se enfría y se condensa en una unidad de separación de fase, por ejemplo, el decantador 148, para formar una fase ligera y una fase pesada. Tal como se muestra, una porción de la fase ligera se hace refluir, como se muestra mediante las corrientes 150 y 152 y el resto de la fase ligera se regresa hacia el reactor 104, como se muestra mediante la corriente 120. La fase pesada, la cual usualmente es una emulsión que comprende agua y yoduro de metilo, de preferencia se regresa en su totalidad hacia el reactor 104, como se muestra mediante la corriente 122, opcionalmente después de ser combinada con la corriente 120. Las composiciones a modo de ejemplo para la fase ligera de la cabeza de columna de la columna de secado se proporcionan a continuación en la Tabla 3.

**TABLA 3**  
Composiciones ligeras a modo de ejemplo provenientes de la cabeza de columna de la columna de secado

	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)	Concentración (% en peso)
HOAc	1-20	1-15	1-10
Agua	50-90	60-90	70-90
Mel	<10	<5	<3
MeAc	1-20	1-15	1-10

La corriente de fondos de la columna de secado 146 de preferencia comprende o consiste esencialmente de ácido acético, con cantidades menores de yoduro de hidrógeno. En realizaciones preferentes, la corriente de fondos de la columna de secado 146 comprende ácido acético en una cantidad mayor de 90% en peso, por ejemplo, mayor de 95% en peso o mayor de 98% en peso. Opcionalmente, la corriente de fondos de la columna de secado 146 se puede procesar adicionalmente, por ejemplo, haciéndola pasar a través de una resina de intercambio iónico, antes de ser almacenada o transportada para uso comercial.

Se muestra otra reacción y sistema de recuperación de ácido acético 200 en la Figura 2. La Figura 2 muestra muchos de los mismos componentes que la Figura 1, y los números similares reflejan componentes similares que operan en una manera similar. Por ejemplo, el elemento 212 en la Figura 2 se refiere a un recipiente de vaporización instantánea que es similar al recipiente de vaporización instantánea 112 de la Figura 1 y opera en una manera similar a la del recipiente de vaporización instantánea 112.

Tal como se muestra, la corriente de alimentación de metanol 201 y la corriente de alimentación que contiene monóxido de carbono 202 se dirigen al reactor de carbonilación en fase líquida 204, en el que ocurre la reacción de carbonilación para formar ácido acético. Se introducen en el reactor de carbonilación 204, la composición de metanol, monóxido de carbono, y suficiente agua de manera continua según sea necesario para mantener al menos una concentración finita de agua, por ejemplo, 0,1% en peso, en el medio de reacción. La corriente de purga gaseosa 206 de manera deseable se ventila desde el reactor 204 para evitar la acumulación de subproductos gaseosos y para mantener una presión parcial de monóxido de carbono fija a una presión del reactor total dada. La corriente 113 que comprende un producto de ácido acético no sometido a vaporización instantánea, crudo sale del reactor 204.

El producto de ácido acético crudo se puede purificar en la zona de separación 208 para recuperar el ácido acético y reciclar la solución de catalizador, el yoduro de metilo, acetato de metilo, y otros componentes del sistema dentro del procedimiento.

El producto crudo se extrae desde el reactor de carbonilación 204 y se proporciona al recipiente de vaporización instantánea 212 mediante la corriente 213. Tal como se muestra en la Figura 2, la corriente 213 se puede dirigir hacia el condensador opcional 214, en el que se condensa el vapor que pudiera estar presente. El dispositivo de medición 215 se coloca a lo largo de la tubería 213. El dispositivo de medición 215 mide el caudal del producto de ácido acético crudo hacia el recipiente de vaporización instantánea, por ejemplo, el caudal de vaporización instantánea. Dicho caudal de vaporización instantánea se puede utilizar en los esquemas de control divulgados para controlar la operación de la columna de productos finales ligeros y/o controlar el nivel de líquido del decantador. De preferencia, el dispositivo de medición 215 está en comunicación con otro hardware de control asociado con la columna de productos finales ligeros y/o el decantador (no mostrado). Está dentro del ámbito de la técnica seleccionar el hardware de control apropiado para implementar los esquemas de control divulgados.

En el recipiente de vaporización instantánea 212, el producto crudo se separa en una etapa de separación de vaporización instantánea para obtener una corriente de cabeza de columna volátil ("vapor") (una primera

corriente de vapor) 222 que comprende ácido acético y una corriente de residuo (líquida) menos volátil 210 que comprende una solución que contiene catalizador (predominantemente ácido acético que contiene el rodio y la sal de yoduro junto con cantidades menores de acetato de metilo, yoduro de metilo y agua), la cual de preferencia se recicla hacia el reactor, como se discutió anteriormente.

5 La corriente de cabeza de columna proveniente del recipiente de vaporización instantánea 212 se dirige hacia la columna de productos finales ligeros 224 como la corriente 222, en la que la destilación produce una corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226, un producto de ácido acético purificado que de preferencia se retira mediante una descarga lateral 228, y una corriente de residuo de alto punto de ebullición 116. El ácido acético retirado mediante la descarga lateral 228 de preferencia se somete a purificación adicional, tal como en una columna de secado 230 para la separación selectiva del ácido acético a partir del agua.

15 Se ha divulgado en las patentes de EE. UU. N.º 6,143,930 y 6,339,171 que por lo general existe una concentración más alta de los PRC, y en particular una concentración de acetaldehído, en la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición que sale de la columna de productos finales ligeros que en la corriente de residuo de alto punto de ebullición que sale de la columna. Por lo tanto, en algunos casos, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226, que contiene PRC, se somete a procesamiento adicional en el PRS 232 para reducir y/o remover la cantidad de PRC presentes. Por lo tanto, tal como se muestra, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226, se condensa y se dirige hacia una unidad de separación de fase de cabeza de columna, como se muestra mediante el decantador receptor de cabeza de columna 234. Además de los PRC, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226 usualmente puede contener yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético y agua.

25 De manera deseable se mantienen las condiciones en el procedimiento de manera tal que la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226, una vez en el decantador 234, se pueda separar para formar al menos una fase líquida, por ejemplo, una fase ligera y/o una fase pesada. En términos generales, la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición 226 se enfría hasta una temperatura suficiente para condensar y separar el yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo condensables y agua para formar dos fases. Una porción de la corriente 226 puede incluir gases no condensables tales como monóxido de carbono, dióxido de carbono, hidrógeno, y similares que se pueden ventilar como se muestra mediante la corriente 236 en la Figura 2, la cual se puede dirigir hacia una unidad absorbente de baja presión (no mostrada).

35 La fase ligera condensada sale del decantador 234 mediante la tubería 231. La fase pesada condensada sale del decantador mediante la tubería 218. Tal como se muestra en la Figura 2, al menos una porción de la fase ligera y/o la fase pesada se puede hacer refluir de regreso hacia la columna de productos finales ligeros 224. Una porción de la fase ligera en la tubería 231 se puede hacer refluir hacia columna de productos finales ligeros 224 mediante la tubería 231', estableciendo de este modo un bucle de reflujo con la tubería 226, el decantador 234, la tubería 231', y la columna de productos finales ligeros 224. Una porción de la fase pesada en la tubería 218 se puede hacer refluir de regreso hacia la columna de productos finales ligeros 224 mediante la tubería 218' (con o sin la fase ligera en la tubería 231'), estableciendo de este modo un bucle de reflujo con la tubería 226, el decantador 234, la tubería 218', y la columna de productos finales ligeros 224. La tasa de reflujo de las corrientes 231' y/o 218' se puede utilizar para mantener las operaciones de la columna de productos finales ligeros y/o el nivel de líquido en el decantador 234.

45 Además de las porciones de la fase ligera que se pueden hacer refluir 231', se puede dirigir una porción separada de la corriente 231 hacia el PRS 232. La corriente 231" dirige la porción separada de la corriente 231 hacia el PRS 232 mediante la tubería 238. Además de la fase pesada que se puede hacer refluir, 218', se puede dirigir una porción separada de la corriente 218 hacia el PRS 232. La corriente 218" dirige una porción separada de la corriente 218 hacia el PRS 232 después de ser combinada con la tubería 231" (opcionalmente la corriente 218" se podría alimentar directamente al PRS 232. En vista de los esquemas de control discutidos en la presente memoria la composición de las corrientes 218" y 231" puede ser más consistente, lo cual conducirá de manera conveniente a separaciones más efectivas en el PRS 232.

55 Tal como se muestra en la Figura 2, la fase ligera sale del decantados 234 mediante la corriente 231. Una porción, por ejemplo, porción de alícuota, de la corriente de fase ligera 231" se dirige hacia el PRS 232. Otra porción, por ejemplo, porción de alícuota, de la corriente de fase ligera 231 opcionalmente se puede reciclar hacia el reactor 204 como se muestra mediante la corriente de reciclado 214, cuando se desee o se necesite agua adicional en el reactor 204, aunque dicha recirculación podría no ser necesaria para razones de control del procedimiento.

65 Tal como se indicó anteriormente, además de la fase de cabeza de columna, la columna de productos finales ligeros 224 también forma una descarga lateral de ácido acético 228, la cual de preferencia comprende principalmente ácido acético y agua. Con el fin de mantener una separación de productos eficiente, es importante que la composición de descarga lateral 228 no varíe o fluctúe de manera significativa durante la operación

normal. Como se discutió previamente, los esquemas de control divulgados en la presente memoria proporcionan mejoras en la consistencia de composición de la descarga lateral 228.

- 5 Debido a que la descarga lateral 228 contiene agua además del ácido acético, la descarga lateral 228 proveniente de la columna de productos finales ligeros 224 de preferencia se dirige hacia la columna de secado 230, en la que se separan el ácido acético y agua uno del otro. Tal como se muestra, columna de secado 230, separa la descarga lateral de ácido acético 228 en la corriente de cabeza de columna 244 comprendida principalmente de agua y la corriente de fondos 246 comprendida principalmente de ácido acético.
- 10 La corriente de fondos de la columna de secado 246 de preferencia comprende o consiste esencialmente de ácido acético, con cantidades menores de yoduro de hidrógeno. En realizaciones preferentes, la corriente de fondos de la columna de secado 246 comprende ácido acético en una cantidad mayor de 90% en peso, por ejemplo, mayor de 95% en peso o mayor de 98% en peso. Opcionalmente, la corriente de fondos de la columna de secado 246 se puede procesar adicionalmente, por ejemplo, haciéndola pasar a través de una resina de intercambio iónico, antes de ser almacenada o transportada para uso comercial.
- 15

#### Sistema de remoción de PRC (PRS)

- 20 En algunas realizaciones, una porción de la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada se pueden separar y dirigir hacia el sistema de remoción de PRC para recuperar yoduro de metilo y acetato de metilo durante el procedimiento de remoción de acetaldehído. Tal como se mostró en las Tablas 1 y 2 anteriormente, la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada contiene cada una PRC y el procedimiento puede incluir remover impurezas de carbonilo, tales como acetaldehído, que deterioran la calidad del producto de ácido acético y se pueden remover en columnas y absorbentes para remoción de impurezas apropiados como se describe en las patentes de EE. UU. N.º 6,143,930; 6,339,171; 7,223,883; 7,223,886; 7,855,306; 7,884,237; 8,889,904; y la publicación de EE. UU. N.º 2006/0011462. Las impurezas del carbonilo, tales como el acetaldehído, pueden reaccionar con los promotores de catalizador de yoduro para formar yoduros de alquilo, por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo, yoduro de hexilo, etc. Además, debido a que muchas impurezas se originan con acetaldehído, es deseable remover las impurezas del carbonilo a partir de la fase ligera líquida.
- 30

- La porción de la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada alimentada al sistema para remoción de acetaldehído o de PRC puede variar desde 1% hasta 99% del flujo en masa de cualquiera de la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada, por ejemplo, desde 1 hasta 50%, desde 2 hasta 45%, desde 5 hasta 40%, 5 hasta 30% o 5 hasta 20%. Además, en algunas realizaciones, una porción de tanto la fase líquida ligera como la fase líquida pesada se puede alimentar al sistema de remoción de acetaldehído o de PRC. La porción de la fase líquida ligera no alimentada al sistema de remoción de acetaldehído o de PRC se puede hacer refluir hacia la primera columna o se recicla hacia el reactor, como se describió en la presente memoria. La porción de la fase líquida pesada no alimentada al sistema de remoción de acetaldehído o de PRC se puede reciclar hacia el reactor. Aunque se puede hacer refluir una porción de la fase líquida pesada hacia la primera columna, es más deseable regresar la fase líquida pesada enriquecida con yoduro de metilo hacia el reactor.
- 35
- 40

- En algunos casos, podría ser conveniente remover PRC, principalmente aldehídos tales como acetaldehído, de una corriente de vapor de cabeza de columna de punto de ebullición bajo de la columna de destilación de productos finales ligeros, de manera más preferible a partir de la fase ligera condensada de la corriente de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición proveniente de la columna de destilación de productos finales ligeros. Se pueden regresar una o más de las corrientes provenientes del sistema de remoción de PRC hacia el sistema, por ejemplo, recicladas, ya sea directa o indirectamente. En algunos casos, no se dirige ninguna corriente de retorno proveniente del sistema de remoción de PRC hacia el reactor o hacia las tuberías de reciclado hacia el reactor. El sistema de remoción de PRC de preferencia incluye al menos una columna de destilación y al menos una columna de extracción para reducir y/o remover PRC. La Publicación de Patente de EE. UU. N.º 2011/0288333, describe varias realizaciones de PRS que se pueden emplear con el presente procedimiento.
- 45
- 50

- 55 El sistema de remoción de PRC mostrado en las Figuras 1 y 2 puede contener una etapa de extracción individual o puede incluir etapas de extracción múltiples, como se describe, por ejemplo, en la patente de EE. UU. N.º 7,223,886 y opcionalmente incluye extracción a contracorriente en etapas múltiples. De conformidad con varias realizaciones, una o más corrientes obtenidas a partir de cualquiera o ambas de (i) la columna de destilación del sistema de remoción de PRC y/o (ii) la etapa de extracción del sistema de remoción de PRC, por ejemplo, se pueden regresar al sistema, por ejemplo, cualquiera o ambas de (i) la columna de remoción de productos finales ligeros y/o (ii) la columna de secado del sistema de separación para el sistema de producción de ácido acético. Por ejemplo, una primera porción, por ejemplo, una porción de alícuota, de una corriente de fondos proveniente de una columna del sistema de remoción de PRC se puede dirigir hacia la columna de productos finales ligeros para procesamiento adicional, o una segunda porción, por ejemplo, una porción de alícuota, de una corriente de fondos proveniente de una columna del sistema de remoción de PRC se puede dirigir hacia la columna de
- 60
- 65

secado, de preferencia la porción superior de la columna de secado, para procesamiento adicional. Como otro ejemplo, un refinado proveniente de una unidad de extracción de PRS, que contiene de manera notable yoduro de metilo, se puede regresar al sistema, por ejemplo, la columna de productos finales ligeros o la columna de secado o el refinado se puede agregar directamente al decantador y/o se puede regresar hacia el reactor.

Para los propósitos de la presente memoria descriptiva y reivindicaciones, las corrientes de cabeza de columna y los decantadores de cabeza de columna de la columna de remoción de productos finales ligeros y la columna de secado se consideran como parte de la columna de remoción de productos finales ligeros y de la columna de secado.

Tal como se indicó anteriormente, cualquier fase de las corrientes de vapor de cabeza de columna de bajo punto de ebullición se puede procesar posteriormente para remover los PRC.

Para los propósitos de la presente memoria descriptiva, se debe entender que el término "porción alícuota" se refiere tanto a: (i) una porción de una corriente progenitora que tiene la misma composición que la corriente progenitora a partir de la cual se deriva, como a (ii) una corriente que comprende una porción de una corriente progenitora que tiene la misma composición que la corriente progenitora a partir de la cual se deriva y una o más corrientes adicionales que han sido combinadas con la misma. Por lo tanto, dirigir una corriente de retorno que comprende una porción de alícuota de una corriente de fondos de destilación de PRS hacia la columna de productos finales ligeros abarca la transferencia directa de una porción de la corriente de fondos de destilación de PRS hacia la columna de productos finales ligeros así como también la transferencia de una corriente derivada que comprende (i) una porción de la corriente de fondos de destilación de PRS y (ii) una o más corrientes adicionales que se combinan con la misma antes de la introducción en la columna de productos finales ligeros. Una "porción de alícuota" no incluiría, por ejemplo, corrientes formadas en una etapa de destilación o una etapa de separación de fase, las cuales no serían las mismas en términos de composición que la corriente progenitora a partir de las cuales se derivan ni se derivan a partir de dicha corriente.

Además, ahora se ha descubierto que el uso de una torre absorbente que emplea el uso (alternante) de solventes para torre de lavado múltiples se puede utilizar para separar de manera efectiva yoduro de hidrógeno a partir de cualquiera de varias corrientes de procedimiento para la producción de ácido acético. Las corrientes de procedimiento a modo de ejemplo que se pueden utilizar como la alimentación de torre de absorbente incluyen una corriente de ventilación de reactor, una corriente de ventilación de vaporización instantánea, un destilado de productos finales ligeros, una cabeza de columna de sistema de remoción de PRC (o una ventilación de un receptor acompañante) y derivados de dichas corrientes de procedimiento. La combinación específica de solventes de torre de lavado, como se describió en la presente memoria, remueve de manera efectiva el yoduro de hidrógeno a partir de la corriente de procedimiento respectiva reduciendo de manera conveniente los efectos corrosivos de la misma. Como resultado, se reducen al mínimo los problemas metalúrgicos a lo largo de las zonas de reacción y de separación. Además, se ha descubierto de manera sorpresiva que el uso de los solventes específicos de la presente invención puede conducir de manera benéfica a la formación de yoduro de metilo adicional, el cual después se puede utilizar para incrementar la estabilidad del catalizador en la zona de reacción (o cualquier otra parte). Sin estar limitado a la teoría, cuando se utilizan metanol y/o acetato de metilo como solvente para torre de lavado, por ejemplo, como un solvente para torre de lavado secundario, el metanol y/o acetato de metilo pueden reaccionar con yoduro de hidrógeno en las diversas corrientes de procedimiento para la producción de ácido acético para formar el yoduro de metilo adicional. Los procedimientos de la presente invención mejoran la purificación del producto de ácido acético crudo mejorando la remoción de yoduro de hidrógeno, incrementando la formación de yoduro de metilo, y mejorando de manera benéfica la estabilidad general del catalizador.

Las columnas de destilación de la presente invención pueden ser una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna empacada y otras. Las columnas de placas pueden incluir una columna de plato perforado, columna de tapa de burbuja, columna con charola Kittel, charola uniflux, o una columna con charola de fluctuación. Para una columna de plato, el número teórico de platos no está particularmente limitado y dependiendo de la especie del componente que se va a separar, puede incluir hasta 80 platos, por ejemplo, desde 2 hasta 80, desde 5 hasta 60, desde 5 hasta 50, o de manera más preferible desde 7 hasta 35. La columna de destilación puede incluir una combinación de diferentes aparatos de destilación. Por ejemplo, se puede utilizar una combinación de columna de tapa de burbuja y columna de plato perforado, así como también una combinación de columna de plato perforado y una columna empacada.

La temperatura y presión de destilación en el sistema de destilación se pueden seleccionar de manera apropiada dependiendo de la condición tal como la especie del ácido carboxílico objetivo y la especie de la columna de destilación, o el objetivo de remoción que se selecciona a partir de la impureza de punto de ebullición más bajo y la impureza de punto de ebullición más alto de conformidad con la composición de la corriente de alimentación. Por ejemplo, en un caso en el que la purificación de ácido acético se lleva a cabo mediante la columna de destilación, la presión interna de la columna de destilación (habitualmente, la presión de la parte superior de la columna) puede ser desde 0,01 hasta 1 MPa, por ejemplo, desde 0,02 hasta 0.7 MPa, y de manera más

preferible desde 0,05 hasta 0,5 MPa en términos de presión manométrica. Además, la temperatura de destilación para la columna de destilación; a saber, la temperatura interna de la columna en la temperatura de la parte superior de la columna, se puede controlar ajustando la presión interna de la columna, y, por ejemplo, puede ser desde 20 hasta 200°C, por ejemplo, desde 50 hasta 180°C, y de manera más preferible desde 100 hasta 160°C.

- 5 El material de cada miembro o unidad asociada con el sistema de destilación, incluyendo las columnas, válvulas, condensadores, receptores, bombas, intercambiadores de calor, e internos, y diversas tuberías, cada una comunicando hacia el sistema de destilación puede ser de material apropiado tal como vidrio, metal, cerámica, o combinaciones de los mismos, y no está particularmente limitado a uno en específico. De conformidad con la
- 10 presente invención, el material del sistema de destilación descrito anteriormente y de varias tuberías es un metal de transición o una aleación basada en metal de transición tal como aleación de hierro, por ejemplo, un acero inoxidable, níquel o aleación de níquel, zirconio o aleación de zirconio del mismo, titanio o aleación de titanio del mismo, o aleación de aluminio. Las aleaciones basadas en hierro apropiadas incluyen cualquier aleación que contiene hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable que también comprende cromo,
- 15 níquel, molibdeno y otros. Las aleaciones basadas en níquel apropiadas incluyen aleaciones que contienen níquel como componente principal y uno o más de cromo, hierro, cobalto, molibdeno, tungsteno, manganeso, y otros, por ejemplo, HASTELLOY™ e INCONEL™. Los metales resistentes a la corrosión pueden ser particularmente apropiados como materiales para el sistema de destilación y diversas tuberías.
- 20 Un experto en la materia que tiene el beneficio de la presente divulgación puede diseñar y operar una columna de destilación de PRS para obtener los resultados deseados. Por consiguiente, la práctica de este procedimiento no está necesariamente limitada a las características específicas de una columna de destilación particular o a las características de operación de la misma, tales como el número de etapas totales, el punto de alimentación, la relación de reflujo, la temperatura de alimentación, temperatura de reflujo, perfil de la temperatura de columna, y
- 25 similares.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de ácido acético, comprendiendo el procedimiento:
- 5 carbonilar al menos un reactante que se selecciona a partir del grupo que consiste en metanol, éter dimetílico, acetato de metilo, y mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de halogenuro, y opcionalmente una cantidad finita de agua, para formar un producto de ácido acético crudo;
- 10 transportar el producto de ácido acético crudo hacia un recipiente de vaporización instantánea hasta un caudal de vaporización instantánea;
- someter a vaporización instantánea el producto de ácido acético crudo para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuo líquido que comprende catalizador metálico y sal de halogenuro;
- 15 separar, en una columna de productos finales ligeros, la primera corriente de vapor sometida a vaporización instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y opcionalmente acetaldehído, una descarga lateral que comprende producto de ácido acético purificado y opcionalmente agua, y una segunda corriente de residuo líquido;
- condensar, en un decantador, al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar al menos una fase líquida;
- 20 hacer refluir hacia la columna de productos finales ligeros al menos una porción de dicha al menos una fase líquida a una tasa de reflujo;
- en el que la tasa de reflujo se ajusta en función de los cambios en el caudal de vaporización instantánea.
- 25 2. El procedimiento según la reivindicación 1, que además comprende la etapa de controlar un nivel de líquido en el decantador en función de al menos uno de caudal de vaporización instantánea y tasa de reflujo.
3. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho control comprende medir el caudal de vaporización instantánea y ajustar la tasa de reflujo en respuesta a la medición.
- 30 4. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho control comprende disminuir el caudal de vaporización instantánea cuando se incrementa el nivel de líquido y/o incrementar el caudal de vaporización instantánea cuando disminuye el nivel de líquido.
- 35 5. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que el nivel de líquido en el decantador varía en +/- 5%, bajo operación en estado estable.
6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la concentración de agua en la descarga lateral varía en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable.
- 40 7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la concentración de agua en la descarga lateral varía desde 1,1% en peso hasta 3% en peso.
8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que dicha al menos una fase líquida comprende al menos una porción de la fase pesada y la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase pesada varía desde 1,5 hasta 1,8, bajo operación en estado estable.
- 45 9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que dicha al menos una fase líquida comprende al menos una porción de la fase pesada y la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase pesada varía desde 1,5 hasta 1,8, bajo operación en estado estable.
- 50 10. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, que además comprende dirigir una segunda porción de dicha al menos una fase líquida hacia un sistema de remoción de PRC a una velocidad de alimentación de PRS, en el que opcionalmente la velocidad de alimentación de PRS varía en +/- 25%, bajo operación en estado estable.
- 55 11. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que dicha al menos una fase líquida comprende al menos una porción de la fase ligera y la gravedad específica de la fase ligera varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase ligera varía desde 0,9 hasta 1,2, bajo operación en estado estable.
- 60 11. El procedimiento según la reivindicación 1, que además comprende:
- controlar un nivel de líquido en el decantador ajustando o controlando la tasa de reflujo;
- en el que la concentración de agua en la descarga lateral varía en +/- 0,3%, bajo operación en estado estable.
- 65

## ES 2 759 995 T3

12. El procedimiento según la reivindicación 11, en el que la concentración de agua en la descarga lateral varía desde 1,1% en peso hasta 3% en peso.
- 5 13. El procedimiento según la reivindicación 11 o la reivindicación 12, en el que el nivel de líquido en el decantador varía en +/- 5%, bajo operación en estado estable.
- 10 14. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 11-13, en el que dicha al menos una fase líquida comprende una fase pesada y la gravedad específica de la fase pesada varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase pesada varía desde 1,5 hasta 1,8, bajo operación en estado estable.
- 15 15. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 11-14, en el que dicha al menos una fase líquida comprende una fase ligera y la gravedad específica de la fase ligera varía en +/- 0,05, bajo operación en estado estable y/o la gravedad específica de la fase ligera varía desde 0,9 hasta 1,2, bajo operación en estado estable.

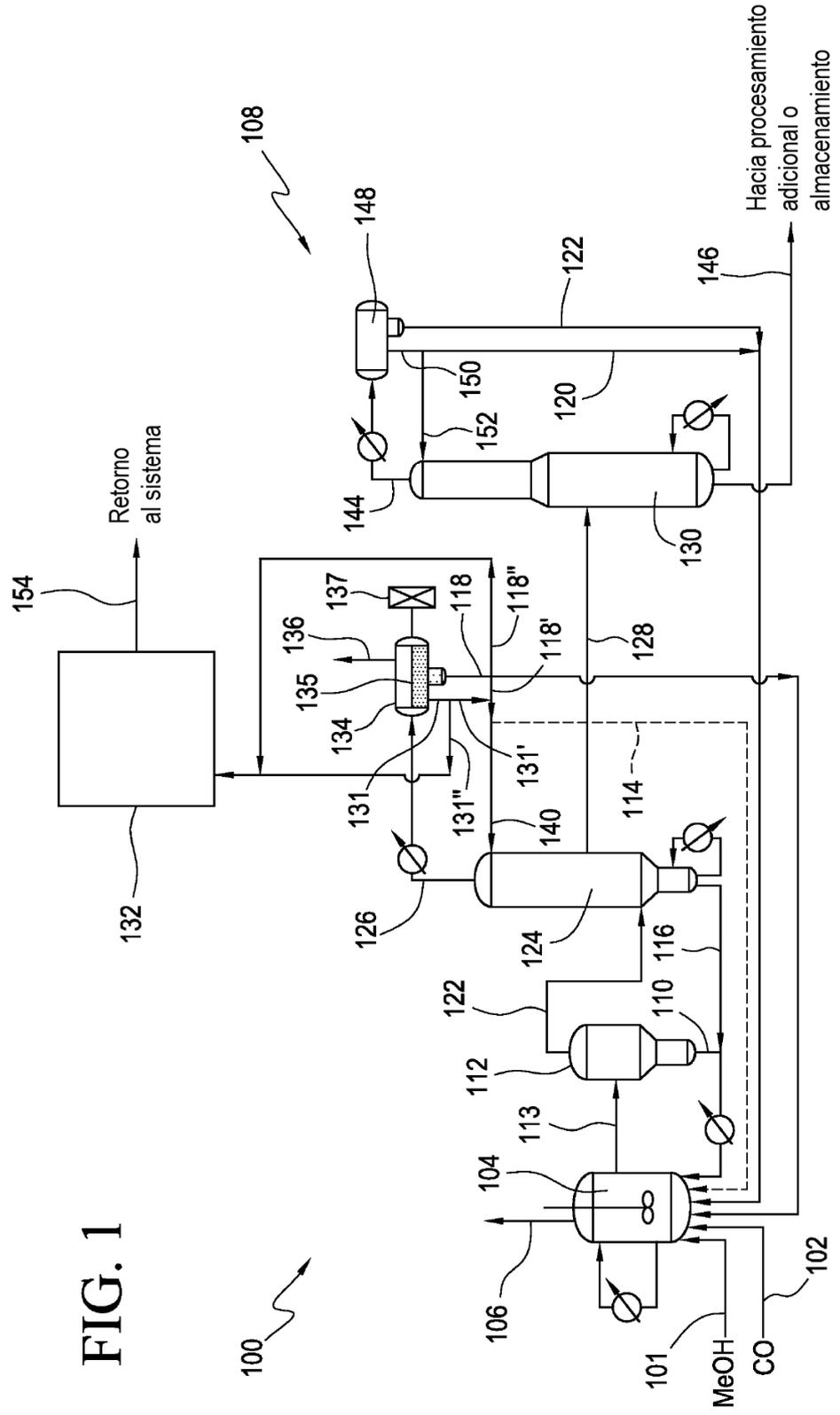


FIG. 2

