

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 761 846**

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: **25.05.2017 PCT/JP2017/019573**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.07.2018 WO18135014**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017 E 17731797 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2019 EP 3369721**

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

30 Prioridad:

**18.01.2017 JP 2017006645**  
**02.03.2017 JP 2017039389**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**21.05.2020**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIMIZU, MASAHIKO;**  
**GODA, SUSUMU y**  
**MIURA, HIROYUKI**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI , Peter**

**ES 2 761 846 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Método para la producción de ácido acético

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir ácido acético. La presente solicitud reclama las prioridades de la solicitud de patente japonesa n.º 2017-006645, presentada en Japón, el 18 de enero de 2017, y la solicitud de patente japonesa n.º 2017-039389, presentada en Japón, el 2 de marzo de 2017.

10

**Antecedentes de la invención**

Se conoce un proceso de carbonilación de un método de metanol como un método industrial para producir ácido acético. En este proceso, por ejemplo, se hacen reaccionar metanol y monóxido de carbono en presencia de un catalizador en un recipiente de reacción para producir ácido acético. La mezcla de reacción obtenida se separa en un evaporador en una fase de vapor que contiene ácido acético y componentes de punto de ebullición inferior y una fase de líquido residual que contiene ácido acético y el catalizador y la fase de vapor se separa por destilación en una columna de destilación (columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior) en una corriente general que contiene componentes de punto de ebullición inferior y una corriente de ácido acético. La corriente de ácido acético se purifica adicionalmente para obtener ácido acético del producto. En este proceso, el acetaldehído se produce como subproducto durante la reacción, y este acetaldehído es responsable de reducir la calidad del ácido acético del producto. Por lo tanto, por ejemplo, en la Literatura de Patente 1, un condensado de la corriente general de la columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior se separa en una fase acuosa y una fase orgánica usando un decantador. De ellos, la fase acuosa se destila en una columna de eliminación de acetaldehído, y un condensado (que contiene acetaldehído y yoduro de metilo) de una corriente general de los mismos se somete a extracción con agua para separar y eliminar el acetaldehído.

25

El documento EP 2 628 720 A1 divulga un proceso para producir ácido acético, comprendiendo:

30 - una etapa de recolección de ácido acético para la alimentación continua. Una columna de destilación 3 (columna separadora) con el componente de punto de ebullición inferior (2A) y separando un componente de punto de ebullición inferior o superior (3A) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, subproducto de acetaldehído y agua, una corriente de corte lateral o acético fase ácida (3B) que contiene ácido acético y un componente de punto de ebullición superior (3C) que contiene ácido acético, agua y ácido propiónico del componente de punto de ebullición inferior (2A);

35

- una etapa de condensación para condensar y retener o almacenar temporalmente el componente del punto de ebullición inferior (3A) en una jarra 4 y descargar el componente del punto de ebullición inferior (3A) del decantador 4; y

40

- una etapa de separación para separar, en una columna de destilación 6 (columna de destilación de acetaldehído), el componente de punto de ebullición inferior (3A) descargado del decantador 4 en un componente de punto de ebullición inferior (4A) que contiene acetaldehído y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición superior (4B) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y ácido acético.

45

De acuerdo con el proceso del documento EP 2 628 720 A1, la composición del componente de punto de ebullición inferior (3A) a alimentar a la columna de destilación 6 es una mezcla de la capa superior y la capa inferior en el decantador 4.

50 El documento EP 0 687 662 A2 divulga un proceso para producir ácido acético, que comprende las etapas de hacer reaccionar continuamente metanol con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo. En la Figura 1 se muestra un proceso ejemplar. La Figura 1 muestra un reactor de carbonilación 10, un intermitente 12 y una columna separadora 14 de yoduro de metilo - ácido acético. Un componente de punto de ebullición inferior se separa en un decantador en una fase orgánica inferior 30 que comprende principalmente yoduro de metilo y pequeñas cantidades de acetato de metilo y ácido acético, y una fase acuosa superior 32 que comprende principalmente agua, ácido acético y una pequeña cantidad de acetato de metilo. En el ejemplo, el líquido 30 de fase inferior, es decir, la fase orgánica, se trata adicionalmente en una etapa de separación y eliminación de acetaldehído y contiene un 5,0 % en peso de acetato de metilo.

55

**60 Lista de Referencias**

Literatura de Patente

Literatura de Patente 1: Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional n.º 2001-508405

65

**Sumario de la invención**

#### Problema técnico

De acuerdo con los estudios de los presentes inventores, un método de destilación, en una columna de eliminación de acetaldehído, de una fase acuosa de dos fases separadas usando un decantador en una columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior como se describe en la Literatura de Patente 1 mencionada anteriormente, tiende generalmente a tener alta eficiencia de separación porque la fase acuosa tiene una concentración de acetaldehído más alta que la de la fase orgánica. Sin embargo, en este método, la energía de tratamiento se incrementa para destilar un líquido que contiene una gran cantidad de agua que tiene un gran calor latente de evaporación. Además, es necesario un aparato de destilación hecho de un material costoso que tiene una resistencia a la corrosión muy alta porque el yoduro de hidrógeno formado por la hidrólisis del yoduro de metilo contenido en una pequeña cantidad en la fase acuosa corroe fácilmente un aparato de destilación. Dado que está presente una cantidad considerable de yoduro de metilo en la fase acuosa, es necesario el número de platos de una columna de destilación equivalente a la del caso de destilación de una fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en una columna de eliminación de acetaldehído como se menciona más adelante para la separación de yoduro de metilo y acetaldehído con pequeña diferencia en el punto de ebullición además de la separación de agua.

Por otra parte, se conoce también un método de destilación, en una columna de eliminación de acetaldehído, una fase orgánica de las dos fases separadas usando el decantador en la columna de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo, y sometiendo un condensado de una corriente general de la misma a la extracción con agua con la cual separa y elimina acetaldehído. Este método tiene las ventajas de que: la energía de tratamiento es pequeña porque el componente principal de la fase orgánica es yoduro de metilo que tiene un pequeño calor latente de evaporación; y el problema de corrosión es también menos probable que surja en comparación con el caso de tratar la fase acuosa. Sin embargo, como se ha descrito anteriormente, según los estudios de los presentes inventores, existe la desventaja de que la eficiencia de separación es generalmente baja porque la fase orgánica tiene una concentración de acetaldehído inferior a la de la fase acuosa. Por tanto, tanto el método de someter la fase acuosa al tratamiento de eliminación de acetaldehído como el método de someter la fase orgánica al tratamiento de eliminación de acetaldehído tienen ventajas y desventajas.

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un método capaz de separar y eliminar industrialmente de manera ventajosa un subproducto de acetaldehído en consideración de las ventajas y desventajas del método de someter la fase acuosa al tratamiento de eliminación de acetaldehído y el método de someter la fase orgánica al tratamiento de eliminación de acetaldehído en la etapa de separación de separar una corriente de proceso en la fase acuosa y la fase orgánica en el proceso de carbonilación del método de metanol.

#### Solución al Problema

Para alcanzar el objetivo, los presentes inventores se han centrado en un coeficiente de distribución de acetaldehído (concentración de acetaldehído en la fase acuosa/concentración de acetaldehído en la fase orgánica) bajo diversas condiciones en la etapa de separación y se realizó un experimento de equilibrio líquido-líquido que simula el condensado de una corriente general de una columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior. Como resultado, los presentes inventores han encontrado que existe la correlación dada de las concentraciones de acetaldehído en una fase acuosa y una fase orgánica obtenida por separación usando un decantador en la columna de eliminación del componente de punto de ebullición más bajo, una temperatura del líquido en el momento de la separación, y las concentraciones de acetato de metilo en la fase acuosa y la fase orgánica con el coeficiente de distribución del acetaldehído. Como se ha mencionado anteriormente, el método de someter la fase acuosa al tratamiento de eliminación de acetaldehído y el método de someter la fase orgánica al tratamiento de eliminación de acetaldehído tienen ventajas y desventajas. Por lo tanto, es industrialmente ventajoso adoptar el método anterior en el caso en que el coeficiente de distribución de acetaldehído es alto hasta cierto punto (en el caso de que el acetaldehído se distribuya en una cantidad relativamente grande en la fase acuosa), adoptar el último método en el caso en que el coeficiente de distribución del acetaldehído es bajo hasta cierto punto (en el caso donde el acetaldehído se distribuya en una cantidad relativamente grande en la fase orgánica) y adoptar ambos métodos para una región intermedia del mismo. En particular, para adoptar el método de someter la fase acuosa al tratamiento de eliminación de acetaldehído, es necesario usar un aparato costoso o un equipo que tenga alta resistencia a la corrosión. Por lo tanto, es necesario determinar estrictamente el coeficiente de distribución del acetaldehído. La presente invención se basa en estas conclusiones y discusiones y se ha completado mediante estudios adicionales.

Específicamente, la presente invención proporciona un método para producir ácido acético haciendo reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y un yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua, comprendiendo:

una etapa de separación para separar una corriente de proceso que contiene al menos agua, ácido acético, yoduro de metilo y acetaldehído en una fase acuosa y una fase orgánica; y  
una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar y eliminar el acetaldehído derivado de la corriente de proceso, donde  
la etapa de separación satisface la siguiente condición (i), la siguiente condición (iii), al menos una de las

siguientes condiciones (iv) y (v), y opcionalmente la siguiente condición (ii), y al menos una porción de la fase orgánica se trata en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído:

(i) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa es no menor que 0,045 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica es no menor que 0,013 % en masa;

(ii) una temperatura en el momento de separación es no menor a -5 °C;

(iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no menor que 5,8 % y no mayor que 60 %;

(iv) un coeficiente de distribución de acetaldehído  $\{ \text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase acuosa} \} / \{ \text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase orgánica} \}$  es no mayor a 4,1; y

(v) un coeficiente de distribución de acetato de metilo  $\{ \text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase acuosa} \} / \{ \text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase orgánica} \}$  es no mayor a 0,53.

(A continuación en el presente documento, este método se denomina también "método de producción 2 de la presente invención").

En el método de producción 2 de la presente invención, el sistema catalizador puede comprender además un yoduro iónico.

En el método de producción 2 de la presente invención, se prefiere que la etapa de separación cumpla todas las condiciones (i), (ii), (iii), (iv) y (v).

La presente invención proporciona además un método para producir ácido acético haciendo reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo, acetato de metilo y agua, comprendiendo:

una etapa de separación para separare una corriente de proceso que comprende al menos agua, ácido acético, yoduro de metilo y acetaldehído en una fase acuosa y una fase orgánica; y

una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar y eliminar el acetaldehído derivado de la corriente de proceso, donde

la etapa de separación satisface la siguiente condición (vi), la siguiente condición (viii), al menos una de las siguientes condiciones (ix) y (x), y opcionalmente la siguiente condición (vii), y al menos una porción de la fase acuosa es tratada en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído:

(vi) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa es no mayor al 28,1 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica es no mayor al 24,8 % en masa;

(vii) una temperatura en el momento de separación es no mayor a 70 °C;

(viii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa es no mayor al 12,0 % en masa, y/o una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no mayor al 47,6 % en masa, y/o la suma de la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no mayor al 59,6 % en masa;

(ix) un coeficiente de distribución de acetaldehído  $\{ \text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase acuosa} \} / \{ \text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase orgánica} \}$  es no menor a 1,1 y no mayor de

5,0; y

(x) un coeficiente de distribución de acetato de metilo  $\{ \text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase acuosa} \} / \{ \text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase orgánica} \}$  es no menor a 0,25 y no

mayor de 0,60.

(A continuación en el presente documento, este método se denomina también "método de producción 4 de la presente invención").

En el método de producción 4 de la presente invención, el sistema catalizador puede comprender además un yoduro iónico.

En el método de producción 4 de la presente invención, se prefiere que la etapa de separación cumpla todas las condiciones (vi), (vii), (viii), (ix) y (x). El método de producción 4 de la presente invención puede comprender además:

una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;

una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador; y

una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente aérea rica en al menos un componente de punto de ebullición inferior seleccionado

entre yoduro de metilo y acetaldehído y una corriente de ácido acético rica en ácido acético.

Los métodos de producción 2 y 4 de la presente invención pueden comprender adicionalmente una etapa de depuración de separar gas de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica

en ácido acético por tratamiento de absorción con un solvente de absorción que comprende por lo menos ácido acético.

## Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, en la etapa de separación de separar una corriente de proceso en una fase acuosa y una fase orgánica, se determina un objeto a someter al tratamiento de eliminación de acetaldehído con base en una concentración de acetaldehído en la fase acuosa, una concentración de acetaldehído en la fase orgánica, una temperatura en el momento de la separación, una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa, o una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica, etc. Por lo tanto, el acetaldehído producido como subproducto en el proceso de carbonilación del método de metanol se puede eliminar industrialmente de manera ventajosa y eficiente.

## Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 es un diagrama de flujo de producción de ácido acético que muestra una modalidad de la presente invención.

[Figura 2] La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo de un sistema de separación y eliminación de acetaldehído.

[Figura 3] La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo de un sistema de separación y eliminación de acetaldehído.

[Figura 4] La figura 4 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional de un sistema de separación y eliminación de acetaldehído.

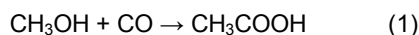
[Figura 5] La figura 5 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional de un sistema de separación y eliminación de acetaldehído.

[Figura 6] La Figura 6 es un diagrama esquemático de un aparato de medición de equilibrio líquido-líquido usado en los Ejemplos de la presente invención.

## Descripción de las realizaciones

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

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



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

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

El co-catalizador es un yoduro para ayudar a la acción del catalizador mencionado anteriormente, y, por ejemplo, se usa yoduro de metilo o un yoduro iónico. El yoduro de metilo puede exhibir el efecto de promover el efecto catalítico del catalizador mencionado anteriormente. La concentración del yoduro de metilo es, por ejemplo, de 1 a 20 % en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. El yoduro iónico es un yoduro que genera iones yoduro en una solución de reacción (en particular, un yoduro metálico iónico) y puede exhibir el efecto de estabilizar el catalizador mencionado anteriormente y el efecto de suprimir la reacción secundaria. Los ejemplos del yoduro iónico incluyen yoduros de metales alcalinos tales como yoduro de litio, yoduro de sodio y yoduro de potasio. La concentración del yoduro iónico en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 1 a 25 % en masa, preferentemente 5 a 20 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Además, cuando se usa un catalizador de iridio o similar, por ejemplo, se puede usar un compuesto de rutenio o un compuesto de osmio como co-catalizador. La cantidad de estos compuestos a usar como cantidad total es, por ejemplo, de 0,1 a 30 moles (en términos de metal), preferentemente de 0,5 a 15 moles (en términos de metal) basados en 1 mol de iridio (en términos de metal).

El agua en la mezcla de reacción es un componente que es necesario para generar ácido acético en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol, y es necesaria también para solubilizar un componente soluble en agua en el sistema de reacción. La concentración de agua en la mezcla de reacción es, por ejemplo, del 0,1 al 15 % en masa, preferentemente del 0,8 al 10 % en masa, más preferentemente del 1 al 6 % en masa, particularmente preferentemente del 1,5 al 4 % en masa, con respecto a la fase líquida entera de la mezcla de reacción. La concentración de agua preferentemente es no mayor del 15 % en masa para perseguir una producción de ácido acético eficiente reduciendo la energía requerida para la eliminación de agua en el curso de la purificación de ácido acético. Con el fin de controlar la concentración de agua, el agua puede ser alimentada continuamente a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1.

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

Ejemplos de los subproductos principales contenidos en la mezcla de reacción incluyen acetato de metilo. Este acetato de metilo puede generarse a través de la reacción entre ácido acético y metanol. La concentración de acetato de metilo en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,1 a 30 % en masa, preferentemente 1 a 10 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otro ejemplo de los subproductos contenidos en la mezcla de reacción incluye yoduro de hidrógeno. Este yoduro de hidrógeno se genera inevitablemente bajo el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol en el caso en que se usa el catalizador o el co-catalizador tal como se ha mencionado anteriormente. La concentración del yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,01 a 2 % en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otros ejemplos de los subproductos incluyen hidrógeno, metano, dióxido de carbono, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, éter dimetílico, ácido fórmico, ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de hexilo y yoduro de decilo. Además, la mezcla de reacción puede contener un metal, tal como hierro, níquel, cromo, manganeso o molibdeno, generado por la corrosión del aparato (en lo sucesivo, también denominado "metal corroído") y otros metales tales como cobalto, zinc y cobre. El metal corroído y otros metales también se denominan colectivamente como "metal corroído, etc."

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

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

El condensador 1a separa el vapor del recipiente de reacción 1 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se introduce en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 1a a través de la línea 14 y se recicla.

5 La porción gaseosa comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 1a a través de la línea 15. En el sistema de depuración 8, se separan y recuperan componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético) de la porción gaseosa del condensador 1a. En esta separación y  
10 recuperación, se utiliza en la presente modalidad un método húmedo que se realiza usando un líquido absorbente para capturar los componentes útiles en la porción gaseosa. Como líquido absorbente se prefiere un disolvente de absorción que comprende al menos ácido acético y/o metanol. El líquido absorbente puede contener acetato de metilo. Por ejemplo, se puede usar una porción condensada de un vapor de la columna de destilación 6 mencionada más adelante como líquido absorbente. En la separación y recuperación, se puede usar un método de adsorción por  
15 oscilación de presión. Los componentes útiles separados y recuperados (por ejemplo, yoduro de metilo) se introducen en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de la línea de reciclado 48 y se reciclan. Un gas después de la captura de los componentes útiles se desecha a través de la línea 49. El gas descargado desde la línea 49 puede usarse como una fuente de CO que se introducirá en la parte inferior del evaporador 2 mencionada más adelante o en las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19. En  
20 cuanto al tratamiento en el sistema de depuración 8 y posterior reciclado al recipiente de reacción 1 y desecho, lo mismo ocurre con las porciones gaseosas descritas más adelante que se alimentan al sistema de depuración 8 desde otros condensadores. Para el método de producción de la presente invención, se prefiere tener una etapa de depuración para separar gas de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que comprende al menos ácido  
25 acético.

En el recipiente de reacción 1 durante el funcionamiento del aparato, como se ha mencionado anteriormente, se produce continuamente ácido acético. La mezcla de reacción que comprende dicho ácido acético se retira continuamente a una velocidad de flujo predeterminada desde el recipiente de reacción 1 y se introduce en el  
30 siguiente evaporador 2 a través de la línea 16.

El evaporador 2 es una unidad para realizar la etapa de evaporación (etapa de ráfaga). Esta etapa de evaporación es una etapa para separar la mezcla de reacción introducida continuamente al evaporador 2 a través de la línea 16 (línea de alimentación de la mezcla de reacción), en una corriente de vapor (fase volátil) y una corriente de líquido residual (fase volátil baja) por evaporación parcial. La evaporación puede ser causada por la reducción de la presión sin calentar la mezcla de reacción, o la evaporación puede ser causada por la reducción de la presión mientras se calienta la mezcla de reacción. En la etapa de evaporación, la temperatura de la corriente de vapor es, por ejemplo, de 100 a 260 °C, preferentemente de 120 a 200 °C, y la temperatura de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 80 a 200 °C, preferentemente 100 °C a 180 °C. La presión interna del evaporador es, por ejemplo, de 50 a  
40 1000 kPa (presión absoluta). La relación entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual a separar en la etapa de evaporación es, por ejemplo, de 10/90 a 50/50 (corriente de vapor/corriente de líquido residual) en términos de una relación de masa. El vapor generado en esta etapa comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se retira continuamente a la línea 17 (línea de descarga de la corriente de vapor) del evaporador 2. Una  
45 porción de la corriente de vapor extraída del evaporador 2 se introduce continuamente en el condensador 2a, y otra porción de la corriente de vapor se introduce continuamente a la siguiente columna de destilación 3 a través de la línea 21. La corriente de vapor tiene una concentración de ácido acético de, por ejemplo, 40 a 85 % en masa (por ejemplo, 50 a 85 % en masa), más preferentemente 50 a 75 % en masa (por ejemplo, 55 a 75 % en masa), una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, 2 a 50 % en masa (preferentemente 5 a 30 % en masa), una  
50 concentración de agua de, por ejemplo, 0,2 a 20 % en masa (preferentemente 1 a 15 % en masa), y una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, 0,2 a 50 % en masa (preferentemente 2 a 30 % en masa). La corriente de líquido residual generada en esta etapa comprende, por ejemplo, el catalizador y el co-catalizador (yoduro de metilo, yoduro de litio, etc.) contenidos en la mezcla de reacción, y agua, acetato de metilo, ácido acético, ácido fórmico y ácido propiónico que permanece sin ser volatilizado en esta etapa, y se introduce continuamente al  
55 intercambiador de calor 2b desde el evaporador 2 a través de la línea 18 usando la bomba 57. El intercambiador de calor 2b enfría los componentes de la corriente de líquido residual del evaporador 2. La corriente de líquido residual enfriado se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 desde el intercambiador de calor 2b a través de la línea 19 y se recicla. La línea 18 y la línea 19 se denominan colectivamente líneas de reciclado de la corriente de líquido residual. La concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, del 55 al 90 %  
60 en masa, preferentemente del 60 al 85 % en masa.

Se prefiere conectar una línea de introducción de gas que comprende monóxido de carbono 54 para introducir un gas que comprende monóxido de carbono al fondo del evaporador 2 y/o las líneas de reciclaje de la corriente de líquido residual (línea 18 y/o línea 19). El monóxido de carbono se introduce en un líquido residual retenido en la  
65 parte inferior del evaporador 2 o en una corriente de líquido residual que pasa a través de las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19 (particularmente, la línea 18) para aumentar de este modo la cantidad de

monóxido de carbono disuelto en la corriente de líquido residual. De este modo, se mejora la estabilidad del catalizador y se puede prevenir la precipitación y acumulación del catalizador. El contenido del monóxido de carbono en el gas que comprende el monóxido de carbono que se va a introducir es, por ejemplo, no menor al 10 % en masa, preferentemente no menor al 20 % en masa, preferentemente no menor al 40 % en masa, más preferentemente no menor del 60 % en masa.

El condensador 2a separa la corriente de vapor del evaporador 2 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetílico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se introduce en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 2a a través de las líneas 22 y 23 y se recicla. La porción gaseosa comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetílico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 2a a través de las líneas 20 y 15. Dado que la reacción para producir ácido acético en la etapa de reacción mencionada anteriormente es una reacción exotérmica, una porción de calor acumulada en la mezcla de reacción se transfiere al vapor generado a partir de la mezcla de reacción en la etapa de evaporación (etapa de ráfaga). La porción condensada generada por el enfriamiento de este vapor en el condensador 2a se recicla al recipiente de reacción 1. Específicamente, en este aparato de producción de ácido acético, el calor generado a través de la reacción de carbonilación de metanol se elimina eficazmente en el condensador 2a.

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

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

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

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



En la presente invención, en la etapa de separación (por ejemplo, separación en el decantador 4) de separar una corriente de proceso que comprende al menos agua, ácido acético (AC), yoduro de metilo (Mel) y acetaldehído (AD) en una fase acuosa y una fase orgánica, una fase a someter a la etapa de separación y eliminación de acetaldehído se determina sobre la base de una concentración de acetaldehído en la fase acuosa, una concentración de acetaldehído en la fase orgánica, una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa, una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica, la suma de concentración de acetato de metilo en la fase acuosa y concentración de acetato de metilo en la fase orgánica, una temperatura (temperatura del líquido) en el momento de la separación, un coeficiente de distribución de acetaldehído (coeficiente de distribución de AD) determinado de acuerdo con la expresión dada a continuación, o un coeficiente de distribución de acetato de metilo (coeficiente de distribución de MA) determinado de acuerdo con la expresión dada a continuación. En otro aspecto, se muestran una condición de separación preferida para someter la fase orgánica a la etapa de separación y eliminación de acetaldehído y una condición de separación preferida para someter la fase acuosa a la etapa de separación y eliminación de acetaldehído.

15 Coeficiente de distribución de AD = {concentración de AD (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de AD (% en masa) de la fase orgánica}

20 Coeficiente de distribución de MA = {concentración de MA (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de MA (% en masa) de la fase orgánica}

En el método de producción 2 de la presente invención, la etapa de separación satisface las siguientes condiciones (i) y (iii), al menos una porción de las siguientes condiciones (iv) y (v) y opcionalmente la siguiente condición (ii), y al menos una porción de la fase orgánica se trata en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído:

25 (i) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa es no menor que 0,045 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica es no menor que 0,013 % en masa;

(ii) una temperatura en el momento de separación es no menor a -5 °C;

(iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no menor al 5, % y no mayor del 60 % en masa;

30 (iv) un coeficiente de distribución de acetaldehído [{concentración de acetaldehído (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de acetaldehído (% en masa) de la fase orgánica}] es no mayor a 4,1; y

(v) un coeficiente de distribución de acetato de metilo [{concentración de acetato de metilo (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de acetato de metilo (% en masa) de la fase orgánica}] es no mayor a 0,53.

35 En la condición (i), la concentración de acetaldehído en la fase acuosa es, por ejemplo, 0,045 a 35 % en masa, preferentemente 0,15 a 10 % en masa, más preferentemente 0,2 a 2,0 % en masa. Además, la concentración de acetaldehído en la fase orgánica es, por ejemplo, de 0,013 a 30 % en masa, preferentemente de 0,05 a 5,0 % en masa, más preferentemente de 0,1 a 1,0 % en masa. En la condición (i), se prefiere que la concentración de acetaldehído en la fase acuosa sea no menor a 0,045 % en masa, y la concentración de acetaldehído en la fase orgánica sea no menor a 0,013 % en masa. En la condición (i), una concentración de acetaldehído en un líquido a ser sometido a la separación (en lo sucesivo, también denominado "líquido de alimentación de la etapa de separación", por ejemplo un líquido que se va a alimentar al decantador 4) es, por ejemplo, no menor a 0,026 % en masa (por ejemplo, 0,026 a 32 % en masa), preferentemente 0,10 a 8,0 % en masa, más preferentemente 0,15 a 1,8 % en masa. En el caso en que la concentración de acetaldehído en la fase acuosa sea inferior al 0,045 % en masa o en el caso en que la concentración de acetaldehído en la fase orgánica sea inferior al 0,013 % en masa, es muy poco ventajoso tratar la fase orgánica en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído porque el coeficiente de distribución de AD es un valor grande.

50 En la condición (ii), la temperatura (temperatura del líquido) en el momento de la separación es no menor que -5 °C (por ejemplo, -5 °C a 90 °C), preferentemente no menor de 0 °C (por ejemplo, 0 a 90 °C), preferentemente no inferior a 10 °C (por ejemplo, 10 a 90 °C), particularmente preferible una temperatura superior a 70 °C (por ejemplo, más de 70 °C y no más de 90 °C). En el caso en que la temperatura (temperatura del líquido) en el momento de la separación es inferior a -5 °C, es muy poco ventajoso tratar la fase orgánica en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído porque el coeficiente de distribución de AD es, por ejemplo, más de 4,3.

55 En la condición (iii), la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es, preferentemente del 5,8 al 48 % en masa, más preferentemente del 19 al 42 % en masa. Se prefiere que la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa no sea inferior a 1,2 % en masa. La concentración de acetato de metilo en la fase acuosa es, por ejemplo, por ejemplo, de 1,2 a 15 % en masa, preferentemente de 2,5 a 12 % en masa, más preferentemente de 6,0 a 11 % en masa. Además, la suma de la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase orgánica es, por ejemplo, del 3,4 a 75 % en masa, preferentemente del 8,3 a 60 % masa (por ejemplo, 10 a 40 % en masa), más preferentemente 25 a 53 % en masa. En el caso de la condición (iii), una concentración de acetato de metilo en el líquido de alimentación de paso de separación (por ejemplo, un líquido que se va a alimentar al decantador 4) es, por ejemplo, de 2,0 a 50 % en masa, preferentemente de 5,0 a 38 % en masa, más preferentemente de 15 a 31 % en masa. En el caso donde la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa es menor a 1,2 % en masa, en el caso de que la concentración

de acetato de metilo en la fase orgánica es menor a 2,2 % en masa o en el caso en que la suma de la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase orgánica es menor a 3,4 % en masa, es poco ventajoso tratar la fase acuosa en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído porque el coeficiente de distribución de AD es un valor grande.

5 En la condición (iv), el coeficiente de distribución de AD es no mayor que 4,1 (por ejemplo, 0,5 a 4,1), preferentemente no mayor de 3,35 (por ejemplo, 0,6 a 3,35), más preferentemente menor que 1,5 (por ejemplo, no inferior a 0,7 y menor de 1,5), más preferentemente menor de 1,1 (por ejemplo, no menor de 0,8 y menor de 1,1). En el caso donde el coeficiente de distribución de AD es superior a 4,1, es muy poco ventajoso tratar la fase orgánica en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído porque la concentración de acetaldehído en la fase orgánica es muy baja. Un método para alcanzar el coeficiente de distribución de AD (menor de 1,1) más preferido para el tratamiento de eliminación de acetaldehído de la fase orgánica incluye, por ejemplo, fijar la concentración de acetaldehído en la fase acuosa a más del 28,1 % en masa, fijando la concentración de acetaldehído en la fase orgánica a más del 24,8 % en masa, ajustando la concentración de acetaldehído en el líquido de alimentación de la etapa de separación a más de 26,0 % en masa, ajustando la temperatura en el momento de la separación a más de 70 °C, ajustando la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa hasta más del 12,0 % en masa, ajustando la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica a más del 47,6 % en masa, y ajustando la concentración de acetato de metilo en el líquido de alimentación de la etapa de separación a más del 38,2 % en masa.

20 En la condición (v), el coeficiente de distribución MA no es mayor que 0,53 (por ejemplo, 0,15 a 0,53), preferentemente no más de 0,44 (por ejemplo, 0,20 a 0,44), más preferentemente menor que 0,25 (por ejemplo, no inferior a 0,20 y menor de 0,25). Las velocidades de distribución del acetato de metilo (MA) a la fase acuosa y la fase orgánica varían dependiendo de la temperatura y composición (que contiene componentes tales como ácido acético además de agua y yoduro de metilo), y esto también sirve como una guía para el control del coeficiente de distribución de acetaldehído.

30 En el método de producción 2 de la presente invención, la etapa de separación puede satisfacer, por ejemplo, las condiciones (i), (iii) y (iv), las condiciones (i), (iii) y (v), las condiciones (i), (ii), (iii) y (iv), las condiciones (i), (ii), (iii) y (v), las condiciones (i), (iii), (iv) y (v), y las condiciones (i), (ii), (iii), (iv) y (v). Entre ellas, se prefiere particularmente satisfacer al menos las condiciones (i), (ii), (iii) y (iv) al mismo tiempo, o satisfacer todas las condiciones (i), (ii), (iii), (iv) y (v) al mismo tiempo.

35 Por otra parte, en el método de producción 4 de la presente invención, la etapa de separación satisface las siguientes condiciones (vi) y (viii), al menos una de las siguientes condiciones (ix) a (x), y opcionalmente la siguiente condición (vii), y al menos una porción de la fase acuosa se trata en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído:

- 40 (vi) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa es no mayor al 28,1 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica es no mayor al 24,8 % en masa;
- (vii) una temperatura en el momento de separación es no mayor a 70 °C;
- (viii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa es no menor al 5,0 % y no mayor al 12,0 % en masa, y/o una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no menor al 8,0 % y no mayor al 47,6 % en masa, y/o la suma de la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no menor al 14 % y no mayor al 59,6 % en masa;
- 45 (ix) un coeficiente de distribución de acetaldehído  $\left\{ \frac{\text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase acuosa}}{\text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase orgánica}} \right\}$  es no menor a 1,1 y no mayor a 5,0;
- y
- (x) un coeficiente de distribución de acetato de metilo  $\left\{ \frac{\text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase acuosa}}{\text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase orgánica}} \right\}$  es no menor a 0,25 y no mayor a 0,60.

55 En la condición (vi), la concentración de acetaldehído en la fase acuosa es, por ejemplo, 0,045 a 28,1 % en masa, preferentemente 0,098 a 10 % en masa, además preferentemente 0,098 a o 3,0 % en masa, particularmente de preferencia 0,098 a 1,0 % en masa (por ejemplo, 0,15 a 0,9 % en masa). También, la concentración de acetaldehído en la fase orgánica, es por ejemplo, 0,013 a 24,8 % en masa, preferentemente 0,030 a 2,0 % en masa, además de preferencia 0,030 a 0,50 % en masa, particularmente de preferencia 0,030 a 0,24 % en masa. En la condición (vi), se prefiere que la concentración de acetaldehído en la fase acuosa no sea superior al 28,1 % en masa, y la concentración de acetaldehído en la fase orgánica no sea superior al 24,8 % en masa. En la condición (vi), una concentración de acetaldehído en un líquido que alimenta la etapa de separación (por ejemplo, un líquido que se va a alimentar al decantador 4) es, por ejemplo, no más de 26,0 % en masa (por ejemplo, 0,026 a 26,0 % en masa), preferentemente 0,057 a 10 % en masa, más preferentemente 0,057 a 3,0 % en masa, particularmente preferente 0,057 a 1,0 % en masa (por ejemplo, 0,057 a 0,42 % en masa). En el caso de que la concentración de acetaldehído en la fase acuosa sea superior al 28,1 % en masa o en el caso en que la concentración de acetaldehído en la fase orgánica sea superior al 24,8 % en masa, es muy poco ventajoso tratar la fase acuosa en la etapa de separación y eliminación pesando la cantidad de acetaldehído recuperado y la necesidad de usar un aparato costoso que tiene muy alta resistencia a la corrosión, ya que el coeficiente de distribución de AD es pequeño (por ejemplo, menor a

1,1).

En la condición (vii), la temperatura (temperatura del líquido) en el momento de la separación es, por ejemplo, -5 °C a 70 °C, preferentemente -5 °C a 51 °C, más preferentemente -5 °C a 41 °C (por ejemplo, -5 °C a 31 °C). En el caso donde la temperatura (temperatura del líquido) en el momento de la separación es superior a 70 °C, es muy poco ventajoso tratar la fase acuosa en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído porque el coeficiente de distribución de AD es muy pequeño.

En la condición (viii), la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa es 5,0 a 12,0 % en masa (por ejemplo, 6,0 a 12,0 % en masa). Además, la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es, por ejemplo, 8,0 a 42 % en masa, más preferentemente 8,0 a 35 % en masa (por ejemplo, 10 a 30 % en masa). En la condición (viii), se prefiere que la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa no sea superior al 12,0 % en masa, y la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica no sea superior al 47,6 % en masa. Además, la suma de la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase orgánica es preferentemente de 14 a 47 % en masa (por ejemplo, de 16 al 42 % en masa). En la condición (viii), una concentración de acetato de metilo en el líquido de alimentación de la etapa de separación (por ejemplo, un líquido que se alimentará al decantador 4) es, por ejemplo, no superior al 38,2 % en masa (por ejemplo, de 2,0 a 38,2 % en masa), preferentemente de 5,0 a 31 % en masa, más preferentemente de 10 a 25 % en masa. En el caso donde la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa sea superior al 12,0 % en masa, en el caso donde la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica sea superior al 47,6 % en masa, o en el caso donde la suma del metilo la concentración de acetato (% en masa) en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo (% en masa) en la fase orgánica es más del 59,6 % en masa, es muy poco ventajoso tratar la fase acuosa en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído por las mismas razones que antes porque el coeficiente de distribución AD es, por ejemplo, menor que 1,1.

En la condición (ix), el coeficiente de distribución AD es, por ejemplo, de 1,1 a 5,0, preferentemente de 1,5 a 5,0, más preferentemente de 1,9 a 5,0. En el caso donde el coeficiente de distribución AD es menor que 1,1, es industrialmente muy desventajoso realizar el tratamiento de eliminación de acetaldehído de la fase acuosa que requiere gran energía y corroe fácilmente un aparato porque la concentración de acetaldehído en la fase acuosa es baja. Sin embargo, cuando el coeficiente de distribución AD no es inferior a 1,1 (preferentemente no inferior a 1,5, preferentemente no inferior a 1,9), la mejora en la separación de acetaldehído y la eficacia de eliminación es altamente ventajosa incluso si se usa un aparato que tiene una alta resistencia a la corrosión.

En la condición (x), el coeficiente de distribución de MA es de 0,25 a 0,60, preferentemente no menor que 0,26 (por ejemplo, 0,26 a 0,60), preferentemente no menor que 0,28 (por ejemplo, 0,28 a 0,60). Como se ha mencionado anteriormente, las velocidades de distribución de acetato de metilo (MA) a la fase acuosa y la fase orgánica varían dependiendo de la temperatura y composición (que comprende componentes tales como ácido acético además de agua y yoduro de metilo), y esto también sirve como una guía para el control del coeficiente de distribución de acetaldehído.

En el método de producción 4 de la presente invención, la etapa de separación puede satisfacer, por ejemplo, las condiciones (vi), (viii) y (ix), las condiciones (vi), (viii) y (x), las condiciones (vi), (vii), (viii) y (ix), las condiciones (vi), (vii), (viii) y (x), las condiciones (vi), (viii), (ix), y (x), y las condiciones (vi), (vii), (viii), (ix) y (x). Entre ellas, se prefiere particularmente satisfacer al menos las condiciones (vi), (vii), (viii) y (ix) al mismo tiempo, o satisfacer todas las condiciones (vi), (vii), (viii), (ix) y (x) al mismo tiempo.

Las concentraciones de acetaldehído y las concentraciones de acetato de metilo en la fase acuosa y la fase orgánica se determinan mediante la composición del líquido de alimentación de la etapa de separación y la temperatura en el momento de la separación. A medida que el líquido de alimentación de la etapa de separación tiene una concentración más alta de acetaldehído, las concentraciones de acetaldehído en la fase acuosa y la fase orgánica son mayores. A medida que el líquido de alimentación de la etapa de separación tiene una concentración más alta de acetato de metilo, las concentraciones de acetato de metilo en la fase acuosa y la fase orgánica son mayores. Como se muestra en los Ejemplos, a una temperatura más alta en el momento de la separación, la velocidad de distribución del acetaldehído a la fase orgánica es relativamente mayor. Además, la concentración de acetaldehído y la concentración de acetato de metilo en el líquido de alimentación de la etapa de separación se pueden controlar, por ejemplo, por condiciones de reacción para el recipiente de reacción 1, condiciones de evaporación para el evaporador 2 y condiciones de destilación para la columna de destilación 3. En general, cuando la mezcla de reacción tiene una concentración más alta de acetaldehído y de acetato de metilo, la concentración de acetaldehído y la concentración de acetato de metilo en el paso de separación que alimenta líquido son respectivamente mayores. La concentración de acetaldehído en la mezcla de reacción tiende a incrementarse con un aumento en cada una de la temperatura de reacción, la presión parcial de hidrógeno, la concentración de yoduro de metilo, la concentración de agua, la concentración de catalizador y la concentración de yoduro de litio en el sistema de reacción y a disminuir con el aumento en cada una de la presión parcial de CO y la concentración de acetato de metilo (ver Patente japonesa abierta a inspección pública n.º 2006-182691). Dado que se forma acetato de metilo a través de la reacción de esterificación entre ácido acético y metanol, la concentración de acetato de metilo en la mezcla de reacción aumenta con el aumento de cada concentración de ácido acético y concentración de metanol en el sistema de

reacción y disminuye con el aumento de la concentración de agua. Por lo tanto, la composición del líquido de alimentación de paso de separación y por extensión, las concentraciones de acetaldehído y las concentraciones de acetato de metilo en la fase acuosa y la fase orgánica se pueden ajustar ajustando las condiciones de reacción para el recipiente de reacción y las condiciones de operación en la etapa de evaporación o la etapa de destilación que se realiza antes de la etapa de separación.

En la etapa de separación y eliminación de acetaldehído usando el sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9, el acetaldehído derivado de la corriente de proceso que comprende al menos el agua, el ácido acético (AC), el yoduro de metilo (MeI) y el acetaldehído (AD) se separa y elimina. Un método conocido en la técnica puede usarse como un método para separar y eliminar el acetaldehído. El acetaldehído se separa y se elimina, por ejemplo, por destilación, extracción o una combinación de los mismos. El acetaldehído separado se descarga al exterior del aparato a través de la línea 53. Los componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo) contenidos en la fase orgánica y/o la fase acuosa se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 52 y 23 y se reusan.

La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo de un sistema de separación y eliminación de acetaldehído. De acuerdo con este flujo, en el caso de tratar, por ejemplo, la fase orgánica en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído, la fase orgánica se alimenta a una columna de destilación (primera columna de eliminación de acetaldehído) 91 a través de una línea 101 y se separa por destilación en una corriente general rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo (línea 103). La corriente general se condensa en un condensador 91a. Una porción del condensado se refluje a la parte superior de columna de la columna de destilación 91 (línea 104) y la porción restante del condensado se alimenta a una columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento de extracción con agua introducida desde una línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento de extracción se alimenta a la columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de la línea 107 y se separa por destilación en una corriente general rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Después, la corriente general rica en acetaldehído se condensa en el condensador 93a. Una porción del condensado se refluje a la parte superior de columna de la columna de destilación 93 (línea 114) y la porción restante del condensado se descarga al exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación de acetaldehído 91, un refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92 y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación de acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111 y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del proceso y se vuelven a usar. Por ejemplo, el refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar a la columna de destilación 91 a través de la línea 110. El líquido procedente de la línea 113 se descarga habitualmente hacia el exterior como descarga de agua. Un gas que no ha sido condensado en el condensador 91a o 93a (línea 106 o 116) se somete a tratamiento de absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

De acuerdo con el flujo de la figura 2, en el caso de tratar la fase acuosa en la etapa de separación y eliminación de acetaldehído, por ejemplo, la fase acuosa se alimenta a la columna de destilación (primera columna de eliminación de acetaldehído) 91 a través de la línea 101 y se separa por destilación en una corriente general rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 103). La corriente general se condensa en el condensador 91a. Una porción del condensado se refluje a la parte superior de columna de la columna de destilación 91 (línea 104) y la porción restante del condensado se alimenta a la columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento de extracción con agua introducida desde la línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento de extracción se alimenta a la columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de la línea 107 y se separa por destilación en una corriente general rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Después, la corriente general rica en acetaldehído se condensa en el condensador 93a. Una porción del condensado se refluje a la parte superior de columna de la columna de destilación 93 (línea 114) y la porción restante del condensado se descarga al exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación de acetaldehído 91, un refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92 y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación de acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111 y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del proceso y se vuelven a usar. Por ejemplo, el refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar a la columna de destilación 91 a través de la línea 110. El líquido procedente de la línea 113 se descarga habitualmente hacia el exterior como descarga de agua. Un gas que no ha sido condensado en el condensador 91a o 93a (línea 106 o 116) se somete a tratamiento de absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

El acetaldehído derivado de la corriente del proceso que comprende al menos el agua, el ácido acético (AC), el yoduro de metilo (MeI) y el acetaldehído (AD) también se pueden separar y eliminar mediante destilación extractiva, además del método descrito anteriormente. Por ejemplo, la fase orgánica y/o la fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente de proceso se alimenta a una columna de destilación (columna de destilación extractiva). Además, se introduce un disolvente de extracción (usualmente agua) en una zona de

concentración (por ejemplo, espacio desde la parte superior de la columna hasta la posición de alimentación de la mezcla de carga) donde se concentran yoduro de metilo y acetaldehído en la columna de destilación. Se extrae un líquido (extracto) de la zona de concentración como una corriente lateral (corriente de corte lateral). Esta corriente lateral se separa en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa puede ser destilada para descargar así acetaldehído al exterior del sistema. En el caso donde está presente una cantidad relativamente grande de agua en la columna de destilación, el líquido caído de la zona de concentración puede retirarse como una corriente lateral sin introducir el disolvente de extracción en la columna de destilación. Por ejemplo, una unidad (bandeja de chimenea, etc.) que puede recibir el líquido (extracto) que cae de la zona de concentración se dispone en esta columna de destilación para que un líquido (extracto) recibido por esta unidad pueda eliminarse como una corriente lateral. La posición de introducción del disolvente de extracción es preferentemente superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga, más preferentemente cerca de la parte superior de la columna. La posición de eliminación de la corriente lateral es preferentemente inferior a la posición de introducción del disolvente de extracción y más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de la altura de la columna. De acuerdo con este método, el acetaldehído se puede extraer con una concentración elevada a partir de un concentrado de yoduro de metilo y el acetaldehído usando un disolvente de extracción (usualmente, agua). Además, la región entre el sitio de introducción del disolvente de extracción y el sitio de corte lateral se usa como una zona de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído puede extraerse eficientemente con una pequeña cantidad del disolvente de extracción. Por lo tanto, por ejemplo, el número de platos en la columna de destilación puede ser drásticamente disminuido en comparación con un método de extracción de un extracto por destilación extractiva del fondo de columna de la columna de destilación (columna de destilación extractiva). Además, también se puede reducir la carga de vapor. Además, la proporción de yoduro de metilo a acetaldehído (relación MeI/AD) en un extracto acuoso puede disminuir en comparación con un método de combinación de la destilación de eliminación de acetaldehído de la Figura 2 con extracción de agua usando una pequeña cantidad de un disolvente de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído se puede eliminar bajo condiciones que pueden suprimir una pérdida de yoduro de metilo hacia el exterior del sistema. La concentración de acetaldehído en la corriente lateral es mucho mayor que la concentración de acetaldehído en la mezcla de carga y la fracción inferior (fracción del fondo de columna). La proporción de acetaldehído a yoduro de metilo en la corriente lateral es mayor que la proporción de acetaldehído a yoduro de metilo en la mezcla de carga y la fracción inferior. La fase orgánica (fase de yoduro de metilo) obtenida por la separación de la corriente lateral se puede reciclar a esta columna de destilación. En este caso, la posición de reciclado de la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral es preferentemente inferior a la posición de eliminación de la corriente lateral y preferentemente superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga en la dirección de la altura de la columna. Se puede introducir en esta columna de destilación (columna de destilación extractiva) un disolvente miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituyen la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente de proceso. Los ejemplos del disolvente miscible incluyen ácido acético y acetato de etilo. La posición de introducción del disolvente miscible es preferentemente inferior a la posición de eliminación de la corriente lateral y preferentemente más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de la altura de la columna. Además, la posición de introducción de disolvente miscible es preferentemente inferior a una posición de reciclado en el caso donde la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recicla a esta columna de destilación. La fase orgánica obtenida mediante la separación de la corriente lateral se recicla a la columna de destilación o se introduce el disolvente miscible en la columna de destilación, por lo que puede disminuirse la concentración de acetato de metilo en el extracto retirado como corriente lateral y se puede reducir la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa obtenida por la separación del extracto. Por lo tanto, la contaminación de la fase acuosa con yoduro de metilo puede suprimirse.

El número teórico de platos de la columna de destilación (columna de destilación extractiva) es, por ejemplo, de 1 a 100, preferentemente de 2 a 50, más preferentemente de 3 a 30, particularmente preferentemente de 5 a 20. El acetaldehído puede separarse y eliminarse eficazmente mediante un número de platos menor de 80 a 100 platos en una columna de destilación o una columna de destilación extractiva para usarse en la eliminación convencional de acetaldehído. La proporción de masa entre la velocidad del flujo del disolvente de extracción y la velocidad del flujo de la mezcla de carga (fase orgánica y/o fase acuosa obtenida por separación de la corriente de proceso) (anterior/posterior) puede seleccionarse entre el intervalo de 0,0001/100 a 100/100 y es usualmente de 0,0001/100 a 20/100, preferentemente de 0,001/100 a 10/100, más preferentemente de 0,01/100 a 8/100, aún más preferentemente de 0,1/100 a 5/100. La temperatura superior de columna de la columna de destilación (columna de destilación extractiva) es, por ejemplo, de 15 a 120 °C, preferentemente de 20 a 90 °C, más preferentemente de 20 a 80 °C, aún más preferentemente de 25 a 70 °C. La presión superior de la columna es del orden de, por ejemplo, 0,1 a 0,5 MPa en términos de presión absoluta. Otras condiciones para la columna de destilación (columna de destilación extractiva) pueden ser las mismas que para una columna de destilación o una columna de destilación extractiva para usarse en la eliminación convencional de acetaldehído.

La Figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo del sistema de separación y eliminación de acetaldehído usando la destilación extractiva descrita anteriormente. En este ejemplo, la fase orgánica y/o la fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente de proceso se alimenta a una parte intermedia (posición entre la parte superior de la columna y el fondo de la columna) de una columna de destilación 94 a través de una línea de alimentación 201, mientras que se introduce agua desde cerca de la parte superior de la columna a través de una línea 202, de manera que se realiza la destilación extractiva en la columna de destilación 94 (columna de destilación extractiva). Una bandeja de chimenea 200 para recibir un líquido (extracto) que cae desde una zona

de concentración en la que se concentran yoduro de metilo y acetaldehído en la columna se dispone superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga de la columna de destilación 94. En esta destilación extractiva, se retira preferentemente toda la cantidad del líquido en la bandeja de chimenea 200, se introduce en un decantador 95 a través de una línea 208 y se separa. La fase acuosa (que comprende acetaldehído) en el decantador 95 se introduce en un enfriador 95a a través de una línea 212 y se enfría de modo que el yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa se separa en 2 fases en un decantador 96. La fase acuosa en el decantador 96 se alimenta a una columna de destilación 97 (columna de eliminación de acetaldehído) a través de una línea 216 y se destila. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 97a a través de una línea 217 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente acetaldehído y yoduro de metilo) se refluye a la parte superior de columna de la columna de destilación 97 y la porción restante se desecha o se alimenta a una columna de destilación 98 (columna de destilación extractiva) a través de una línea 220. Se introduce agua desde cerca de la parte superior de columna de la columna de destilación 98 a través de una línea 222, seguido de destilación extractiva. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 98a a través de una línea 223 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, yoduro de metilo) se refluye a la parte superior de la columna y la porción restante se recicla al sistema de reacción a través de una línea 226, pero puede descargarse al exterior del sistema. Preferentemente, la cantidad total de la fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en el decantador 95 se recicla por debajo de la posición de la bandeja de chimenea 200 de la columna de destilación 94 a través de las líneas 209 y 210. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 y la fase orgánica del decantador 96 se reciclan a la columna de destilación 94 a través de las líneas 213 y 210 y de las líneas 214 y 210, respectivamente, pero pueden no ser recicladas. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 se puede utilizar como disolvente de extracción (agua) en la columna de destilación 94. Una porción de la fase acuosa del decantador 96 puede reciclarse a la columna de destilación 94 a través de la línea 210. En algunos casos (por ejemplo, el caso en que el acetato de metilo está contenido en la mezcla de carga), un disolvente (ácido acético, acetato de etilo, etc.) miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) constituyendo la fase orgánica obtenida por separación de la corriente de proceso puede ser alimentada a la columna de destilación 94 a través de una línea 215 para mejorar así la eficiencia de la destilación. La posición de alimentación del disolvente miscible a la columna de destilación 94 es superior a la porción de alimentación de la mezcla de carga (unión de la línea 201) e inferior a la unión de la línea de reciclado 210. Una fracción inferior de la columna de destilación 94 se recicla al sistema de reacción. Un vapor en la parte superior de columna de la columna de destilación 94 se conduce a un condensador 94a a través de una línea 203 y se condensa. El condensado se separa en un decantador 99. La fase orgánica se refluye a la parte superior de columna de la columna de destilación 94 a través de una línea 206, mientras que la fase acuosa se conduce al decantador 95 a través de una línea 207. Una fracción inferior (agua es un componente principal) de la columna de destilación 97 y una fracción de fondo (agua que comprende una pequeña cantidad de acetaldehído) de la columna de destilación 98 (columna de destilación extractiva) son descargadas al exterior del sistema a través de las líneas 218 y 224, respectivamente, o se recicla al sistema de reacción. Un gas que no ha sido condensado en el condensador 94a, 97a, o 98a (línea 211, 221 o 227) se somete a un tratamiento de absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

La Figura 4 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo alternativo del sistema de separación y eliminación de acetaldehído usando la destilación extractiva descrita anteriormente. En este ejemplo, un condensado de un vapor procedente de la parte superior de columna de la columna de destilación 94 se conduce a un tanque de retención 100, y toda la cantidad del mismo se refluye a la parte superior de columna de la columna de destilación 94 a través de la línea 206. Los otros puntos son los mismos que en el ejemplo de la Figura 3.

La Figura 5 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo alternativo del sistema de separación y eliminación de acetaldehído usando la destilación extractiva descrita anteriormente. En este ejemplo, se retira la cantidad total de un líquido en la bandeja de chimenea 200, se introduce directamente en el enfriador 95a a través de la línea 208 sin el medio del decantador 95, se enfría y se alimenta al decantador 96. Los otros puntos son los mismos que en el ejemplo de la Figura 4.

En la figura 1 descrita anteriormente, la porción gaseosa generada en el condensador 3a comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 3a a través de las líneas 32 y 15. Por ejemplo, el yoduro de metilo, el yoduro de hidrógeno, el agua, el acetato de metilo, el ácido acético, el éter dimetilico, el metanol, el acetaldehído y el ácido fórmico en la porción gaseosa que ha entrado en el sistema de depuración 8 se absorben en un líquido absorbente en el sistema de depuración 8. El yoduro de hidrógeno genera yoduro de metilo mediante reacción con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente. Después, una porción líquida que comprende componentes útiles tales como el yoduro de metilo, se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se reusa.

La fracción inferior retirada de la parte inferior de columna de la columna de destilación 3 comprende una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición mayor (componentes en punto de ebullición mayor) que el del ácido acético en comparación con la corriente general y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y comprende, por ejemplo, ácido propiónico y el catalizador y co-catalizador retenidos mencionados anteriormente. La fracción inferior también comprende, por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, y agua. En

la presente modalidad, una porción de tal una fracción inferior se introduce continuamente al evaporador 2 a través de las líneas 25 y 26 y se recicla y otra porción de la fracción inferior se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 por medio de las líneas 25 y 23 y se recicla.

- 5 La primera corriente de ácido acético extraída continuamente como una corriente lateral de la columna de destilación 3 está más enriquecida con ácido acético que la corriente de vapor continuamente introducida en la columna de destilación 3. Específicamente, la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la corriente de vapor. La concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es por ejemplo, 90 al 99,9 % en masa, preferentemente del 93 al 99 % en masa. Además,
- 10 la primera corriente de ácido acético comprende, además de ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico. La primera corriente de ácido acético tiene una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, no más de 8 % en masa (por ejemplo, de 0,1 a 8 % en masa), preferentemente 0,2 a 5 % en masa, una concentración de agua de, por ejemplo, no más del 8 % en masa (por ejemplo, de 0,1 a 8 % en masa), preferentemente 0,2 a 5 % en masa, y una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, no más de 8% en masa (por ejemplo, de 0,1 a 8 % en masa), preferentemente 0,2 a 5 % en masa. La posición de conexión de la línea 27 a la columna de destilación 3 puede ser, como se muestra en el dibujo, superior a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 en la dirección de la altura de la columna de destilación 3, pero puede ser inferior a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 o puede ser la misma que la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce continuamente a una velocidad de flujo predeterminada a la columna de destilación 5 a través de la línea 27. La primera corriente de ácido acético extraída como corriente lateral de la columna de destilación 3, la fracción inferior de columna de la columna de destilación 3, o condensado del vapor en la parte inferior de columna de la columna de destilación 3 puede usarse directamente como ácido acético del producto, o puede introducirse directamente en la columna de destilación 6 sin usar la columna de destilación 5.

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

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

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

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

- 65 El condensador 5a separa el vapor de la columna de destilación 5 en una porción condensada y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción condensada comprende, por ejemplo, agua y ácido

acético. Una porción de la porción condensada se refluye continuamente a la columna de destilación 5 desde el condensador 5a a través de la línea 35. Otra porción de la porción condensada se introduce continuamente en el recipiente de reacción 1 desde el condensador 5a a través de las líneas 35, 36 y 23 y se recicla. La porción gaseosa generada en el condensador 5a comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, éter dimetilico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 5a a través de las líneas 37 y 15. El yoduro de hidrógeno en la parte gaseosa que ha entrado en el sistema de depuración 8 es absorbido por un líquido absorbente en el sistema de depuración 8. El yoduro de metilo se genera mediante la reacción del yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente. Después, una porción líquida que comprende componentes útiles tales como el yoduro de metilo, se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se reusa.

La fracción inferior (o la corriente lateral) retirada de la parte inferior de columna de la columna de destilación 5 comprende una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición mayor (componentes en punto de ebullición mayor) que el del ácido acético en comparación con la corriente general y de la columna de destilación 5 y comprende, por ejemplo, ácido propiónico, acetato de potasio (en el caso de suministrar hidróxido de potasio a la línea 27, etc.) y el catalizador y co-catalizador retenidos mencionados anteriormente. Esta fracción inferior también puede contener ácido acético. Dicha fracción inferior se introduce continuamente en forma de la segunda corriente de ácido acético a la siguiente columna de destilación 6 a través de la línea 34.

Esta segunda corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de destilación 5. Específicamente, la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es por ejemplo, 99,1 a 99,99 % en masa mientras sea mayor que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. También, la segunda corriente de ácido acético puede contener, como se ha descrito anteriormente, además de ácido acético, por ejemplo, ácido propiónico y yoduro de hidrógeno. En la presente modalidad, en el caso de retirar una corriente lateral, la posición de retirada de la corriente lateral de la columna de destilación 5 es menor que la posición de introducción de la primera corriente de ácido acético a la columna de destilación 5 en la dirección de la altura de la columna de destilación 5.

A la segunda corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 34, el hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse a través de la línea 56 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse, por ejemplo, como una solución tal como una solución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético puede disminuirse por la alimentación o adición de hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, el yoduro de hidrógeno reacciona con el hidróxido de potasio para formar yoduro de potasio y agua. Esto puede reducir la corrosión de un aparato tal como una columna de destilación atribuible al yoduro de hidrógeno.

La columna de destilación 6 es una unidad para llevar a cabo la tercera etapa de destilación y sirve como la denominada columna de eliminación del componente de punto de ebullición mayor en la presente modalidad. La tercera etapa de destilación es una etapa para purificar más el ácido acético mediante el tratamiento de destilación de la segunda corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 6. La columna de destilación 6 consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 6, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3000 de acuerdo con el número teórico de platos. Al interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la presión superior de la columna se fija a por ejemplo -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de columna es mayor que la presión superior de la columna y se ajusta a, por ejemplo, -90 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición del agua e inferior al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna determinada y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna determinada y se ajusta de 70 a 160 °C.

Un vapor como corriente general se retira continuamente a la línea 38 desde la parte superior de columna de la columna de destilación 6. Una fracción inferior se retira continuamente a la línea 39 desde la parte inferior de columna de la columna de destilación 6. 6b denota un rehervidor. Una corriente lateral (líquido o gas) puede retirarse continuamente a la línea 46 desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de destilación 6. La posición de conexión de la línea 46 a la columna de destilación 6 puede ser, como se muestra en el dibujo, superior a la posición de conexión de la línea 34 a la columna de destilación 6 en la dirección de la altura de la columna de destilación 6, pero puede ser inferior a la posición de conexión de la línea 34 a la columna de destilación 6 o puede ser la misma que la posición de conexión de la línea 34 a la columna de destilación 6.

El vapor retirado de la parte superior de columna de la columna de destilación 6 comprende una mayor cantidad de



componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes de menor punto de ebullición) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 6 y comprende, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Este vapor se introduce continuamente en el condensador 6a a través de la línea 38.

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

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

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

60 La columna de resina de intercambio iónico 7 es una unidad de purificación para llevar a cabo la etapa de eliminación por adsorción. Esta etapa de eliminación por adsorción es una etapa para purificar adicionalmente ácido acético mediante la eliminación por adsorción de, principalmente, yoduros de alquilo (yoduro de hexilo, yoduro de decilo, etc.) contenidos en una cantidad muy pequeña en la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de resina de intercambio iónico 7. En la columna de resina de intercambio iónico 7, una resina de intercambio iónico que tiene la capacidad de adsorber yoduros de alquilo se envasa en la columna para  
65 establecer un lecho de resina de intercambio iónico. Los ejemplos de tal una resina de intercambio iónico pueden incluir resinas de intercambio iónico en las que una porción de protones de salida en un grupo de intercambio tal

- como un grupo de ácido sulfónico, un grupo carboxilo, o un grupo de ácido fosfónico se sustituye mediante un metal tal como plata o cobre. En la etapa de eliminación por adsorción por ejemplo, la tercera corriente de ácido acético (líquido) fluye a través de la parte interna de la columna de resina de intercambio de iones 7 empacados con tal una resina de intercambio iónico y en el curso de este flujo, las impurezas tales como los yoduros de alquilo en la tercera corriente de ácido acético se adsorben a la resina de intercambio iónico y se remueven de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio iónico 7 en la etapa de eliminación por adsorción, la temperatura interna es por ejemplo, de 18 a 100 °C y la velocidad de la corriente de ácido acético [el rendimiento de ácido acético por m<sup>3</sup> de volumen de resina (m<sup>3</sup>/h)] es, por ejemplo, 3 a 15 m<sup>3</sup>/h·m<sup>3</sup> (volumen de resina).
- Una cuarta corriente de ácido acético se conduce continuamente a la línea 47 desde el extremo inferior de la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. Específicamente, la cuarta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético en la cuarta corriente de ácido acético puede ser por ejemplo, 99,9 a 99,999 % en masa o menos de este rango en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. En este método de producción, la cuarta corriente de ácido acético puede ser retenida en un tanque de producto (no se muestra).
- En este aparato de producción de ácido acético, se puede disponer una denominada columna de producto o columna de acabado que es una columna de destilación como unidad de purificación para purificar adicionalmente la cuarta corriente de ácido acético de la columna de resina de intercambio iónico 7. En el caso donde se dispone dicha columna de producto, la columna de producto consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de producto, el número teórico de platos es, por ejemplo, de 5 a 50, y la proporción de reflujo es, por ejemplo, de 0,5 a 3000 de acuerdo con el número teórico de platos. Al interior de la columna de producto en el paso de purificación, la presión superior de columna puede ser ajustada de , por ejemplo, -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de columna es mayor que la presión superior de la columna y se ajusta a, por ejemplo, -190 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de producto, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura superior al punto de ebullición del agua e inferior al punto de ebullición del ácido acético a la presión superior de la columna establecida y se ajusta a 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura mayor al punto de ebullición de ácido acético en la presión inferior de columna ajustada y se ajusta a 70 a 160 °C. En lugar de la columna de producto o de la columna de acabado se puede usar un destilador simple (evaporador).
- En el caso de disponer de la columna de producto, la totalidad o una porción de la cuarta corriente de ácido acético (líquido) de la columna de resina de intercambio iónico 7 se introduce continuamente en la columna de producto. Se retira continuamente un vapor como corriente general que comprende una cantidad muy pequeña de componentes de punto de ebullición más bajo (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, éter dimetílico, crotonaldehído, acetaldehído y ácido fórmico) desde la parte superior de columna de dicha columna de producto. Este vapor se separa en una porción condensada y una porción gaseosa en un condensador predeterminado. Una porción de la porción condensada se refluja continuamente a la columna de producto, y otra porción de la porción condensada puede reciclarse al recipiente de reacción 1 o desecharse al exterior del sistema, o ambos. La porción gaseosa se alimenta al sistema de depuración 8. Una fracción inferior que comprende una cantidad muy pequeña de componentes de punto de ebullición más alto se retira continuamente desde el fondo de la columna de la columna de producto. Esta fracción inferior se recicla a, por ejemplo, la segunda corriente de ácido acético en la línea 34 antes de su introducción en la columna de destilación 6. Una corriente lateral (líquido) se retira continuamente como una quinta corriente de ácido acético desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de producto. La posición de retirada de la corriente lateral de la columna de producto es menor que, por ejemplo, la posición de introducción de la cuarta corriente de ácido acético a la columna de producto en la dirección de la altura de la columna de producto. La quinta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la cuarta corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de producto. Específicamente, la concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es mayor que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético en la quinta corriente de ácido acético puede ser por ejemplo, 99,9 a 99,999 % en masa o menos de este rango en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La quinta corriente de ácido acético se retiene en, por ejemplo, un tanque de producto (no se muestra). La columna de resina de intercambio iónico 7 puede colocarse después de la columna de producto en lugar de (o además de) su colocación corriente abajo de la columna de destilación 6 para tratar la corriente de ácido acético de la columna de producto.

## 60 Ejemplos

- A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá con mayor detalle con referencia a los ejemplos. Sin embargo, la presente invención no pretende estar limitada por estos ejemplos. "AD" representa acetaldehído, "MeI" representa yoduro de metilo, "MA" representa acetato de metilo y "AC" representa ácido acético. Las mediciones de cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica se realizaron usando cromatografía de gases para los componentes excepto para agua y usando un aparato de determinación de

agua Karl Fischer para agua. El coeficiente de distribución AD entre la fase acuosa y la fase orgánica y el coeficiente de distribución MA entre la fase acuosa y la fase orgánica se determinaron de acuerdo con las siguientes expresiones:

5 Coeficiente de distribución de AD = {concentración de AD (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de AD (% en masa) de la fase orgánica}

Coeficiente de distribución de MA = {concentración de MA (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de MA (% en masa) de la fase orgánica}

10 Ejemplos 1 a 10 (Referencia)

15 Los Ejemplos 1 a 10 emplearon un aparato de medición de equilibrio líquido-líquido 300 adaptable a un sistema presurizado mostrado en la Figura 6 y se realizaron experimentos para examinar cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica y un coeficiente de distribución AD cambiando una concentración de AD en una mezcla de carga para ser sometida a la etapa de separación (líquido de alimentación de la etapa de separación). En la figura 6, 301 denota un recipiente de vidrio resistente a la presión (volumen interno: 100 cc), 302 indica un chip agitador (en forma de balón de rugby), 303 indica un tubo de eliminación de fase inferior, 304 indica un tubo de eliminación de fase superior, 305 indica un termómetro, 306 indica un agitador magnético, 307 indica un baño de agua, 308 indica un controlador de temperatura, 309 denota un termómetro, 310 denota un tubo de muestreo de fase inferior, 311 denota un tubo de muestreo de fase superior, 312 indica un manómetro, 313 denota una válvula de regulación de presión, 314, 315, 316 y 317 denotan cada uno una válvula, 318 indica una válvula de seguridad, 319 indica una línea de eliminación de fase inferior, 320 indica una línea de eliminación de fase superior, 321 indica una línea de introducción de gas nitrógeno, 322 denota una línea de descarga de presión y 323 denota una línea de escape. La línea punteada representa un nivel de líquido o una interfaz.

30 AD, Mel y agua se alimentaron en las cantidades mostradas en la columna "Cantidad de alimentación real" de la Tabla 1 al recipiente de vidrio resistente a la presión 301. El chip agitador 302 se colocó en el mismo y el recipiente se cubrió con una tapa. Después de purgar el interior con nitrógeno, la temperatura se ajustó como se muestra en la columna "Temperatura" de la Tabla 1 usando el baño de agua 307, seguido de agitación a 300 rpm durante 30 minutos. Después de detener la agitación, el recipiente se dejó durante 10 minutos para la separación completa. Después, se tomó muestra de la fase acuosa y la fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en los tubos de muestreo 311 y 310, respectivamente, y se midieron sus concentraciones respectivas de AD, Mel y agua, mientras se determinó el coeficiente de distribución de AD. Los resultados se muestran en la tabla 1.

35 Ejemplos 11 a 15 (Referencia)

40 En los Ejemplos 11 a 15, se llevaron a cabo experimentos para examinar cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica y un coeficiente de distribución de AD cuando una concentración de AD en una mezcla de carga se mantuvo constante y se cambió una temperatura (temperatura del líquido) en la etapa de separación.

45 Las cantidades de AD, Mel y agua alimentadas al recipiente de vidrio resistente a la presión 301 y a la temperatura se ajustaron a los valores mostrados en la Tabla 1. Los experimentos de acuerdo con los mismos procedimientos que en los Ejemplos 1 a 10 se realizaron para medir cada concentración de componente en la fase acuosa y la fase orgánica y para determinar el coeficiente de distribución de AD. Los resultados se muestran en la tabla 1.

Ejemplos 16 a 21

50 En los Ejemplos 16 a 21, se realizaron experimentos para examinar cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica, un coeficiente de distribución de AD y un coeficiente de distribución de MA cuando una concentración de AD y una concentración de MA en una mezcla de carga se mantuvieron constantes y una se cambió una temperatura (temperatura del líquido) en la etapa de separación.

55 Las cantidades de AD, Mel, MA y agua alimentadas al recipiente de vidrio resistente a la presión 301 y a la temperatura se ajustaron a los valores mostrados en la tabla 2. Los experimentos de acuerdo con los mismos procedimientos que en los Ejemplos 1 a 10 se realizaron para medir cada concentración de componente en la fase acuosa y la fase orgánica y para determinar el coeficiente de distribución de AD y el coeficiente de distribución de MA. Los resultados se muestran en la tabla 2.

60 Ejemplos 22 a 26 (Ejemplo 22 = referencia)

65 En los Ejemplos 22 a 26, se realizaron experimentos para examinar cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica y un coeficiente de distribución de AD y un coeficiente de distribución MA cambiando una concentración de MA en una mezcla de carga.

## ES 2 761 846 T3

Las cantidades de AD, Mel, MA y agua alimentadas al recipiente de vidrio resistente a la presión 301 y a la temperatura se ajustaron a los valores mostrados en la tabla 2. Los experimentos de acuerdo con los mismos procedimientos que en los Ejemplos 1 a 10 se realizaron para medir cada concentración de componente en la fase acuosa y la fase orgánica y para determinar el coeficiente de distribución de AD y el coeficiente de distribución de MA. Los resultados se muestran en la tabla 2.

Ejemplos de referencia 1 y 2

En los Ejemplos de Referencia 1 y 2, se realizaron experimentos para examinar cada concentración de componente en una fase acuosa y una fase orgánica y un coeficiente de distribución de AD cambiando una concentración de AC en una mezcla de carga.

Las cantidades de AD, Mel, agua y AC alimentadas al recipiente de vidrio resistente a la presión 301 y a la temperatura se ajustaron a los valores mostrados en la Tabla 2. Los experimentos de acuerdo con los mismos procedimientos que en los Ejemplos 1 a 10 se realizaron para medir cada concentración de componente en la fase acuosa y la fase orgánica y para determinar el coeficiente de distribución de AD. Los resultados se muestran en la tabla 2.

[Tabla 1]  
Tabla 1

Ejemplo	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15	
Cantidad de suministro real [g]	AD	0,05	0,11	0,20	0,39	1,62	5,63	21,20	24,80	35,21	0,41	0,39	0,41	0,39	0,42	
	Mel	132,15	132,02	132,10	132,95	131,91	132,05	115,06	101,12	66,04	104,03	104,03	111,33	112,87	114,12	
	MA															
	H2O	60,09	60,09	60,11	60,23	59,85	60,15	54,01	41,05	29,01	33,99	37,00	37,00	39,42	39,90	
AC																
Temperatura [°C]	total	192,29	192,22	192,41	193,57	192,57	193,82	187,68	177,31	154,93	135,24	141,44	141,42	151,16	154,95	
	[°C]	40	40,2	40,1	40,2	40,2	40,2	40,1	40,1	40,2	40,2	70,0	50,0	30,6	20,6	11,1
Presión [MPaG]	AD	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,07	0,08	0,10	0,13	0,13	0,07	0,03	0,01
	[MPaG]	0,026	0,057	0,104	0,201	0,42	0,84	3,0	12,0	16,0	26,0	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Suministro real [% en peso]	Mel	68,7 %	68,7 %	68,7 %	68,7 %	68,5 %	68,1 %	68,2 %	64,9 %	65,3 %	48,8 %	73,6 %	73,6 %	73,7 %	73,6 %	
	MA															
	H2O	31,2 %	31,3 %	31,2 %	31,1 %	31,1 %	31,0 %	28,8 %	23,2 %	18,7 %	25,1 %	26,2 %	26,2 %	26,1 %	26,1 %	
	AC															
Fase acuosa [% en peso]	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	
	AD	0,045 %	0,098 %	0,190 %	0,371 %	0,76 %	1,539 %	5,22 %	16,78 %	20,64 %	28,10 %	0,44 %	0,51 %	0,54 %	0,50 %	
	Mel	2,45 %	2,45 %	2,45 %	2,46 %	2,47 %	2,49 %	2,53 %	3,09 %	3,98 %	5,43 %	2,47 %	2,46 %	3,37 %	2,40 %	
	MA															
H2O	97,50 %	97,45 %	97,36 %	97,17 %	96,77 %	95,97 %	92,24 %	80,14 %	75,37 %	66,47 %	97,09 %	97,03 %	96,09 %	97,10 %	97,10 %	
AC																

Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
	AD	0,013 %	0,030 %	0,058 %	0,115 %	0,240 %	0,495 %	1,95 %	9,48 %	24,80 %	0,230 %	0,181 %	0,153 %	0,122 %	0,143 %
	Mel	99,49 %	99,47 %	99,44 %	99,39 %	99,26 %	99,01 %	97,18 %	90,06 %	73,34 %	99,13 %	99,18 %	99,45 %	99,56 %	99,57 %
Fase orgánica	MA														
[% en peso]	H2O	0,50 %	0,50 %	0,50 %	0,50 %	0,50 %	0,87 %	0,46 %	0,77 %	1,86 %	0,64 %	0,64 %	0,40 %	0,32 %	0,28 %
	AC														
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
Coeficiente de distribución AD (fase acuosa/fase orgánica)															
		3,35	3,30	3,26	3,22	3,17	3,11	2,68	1,8	1,5	1,1	1,9	2,8	3,5	4,1

[Tabla 2]  
Tabla 2

Ejemplo	Ejemplo 16	Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24	Ejemplo 25	Ejemplo 26	Ejemplo de referencia 1	Ejemplo de referencia 2
Cantidad de suministro real [g]	AD	0,40	0,41	0,41	0,39	0,40	0,44	0,42	0,43	0,42	0,42	0,41	0,40
	MeI	88,49	89,68	94,94	98,18	101,08	105,53	127,09	78,01	46,03	46,03	113,01	92,02
	MA	7,43	7,55	7,98	8,21	8,55	8,43	3,80	23,03	39,03	56,00		
	H2O	34,21	34,66	36,72	37,59	39,01	40,50	59,01	55,97	50,01	44,02	58,00	57,00
	AC											9,01	17,02
	total	130,53	132,30	140,05	144,37	149,04	154,90	190,32	174,17	151,48	146,47	180,43	166,44
Temperatura [°C]		50,3	40,6	30,5	21,0	11,3	-5,1	40,3	40,3	40,5	40,5	40,0	40,0
Presión [MPaG]		0,14	0,11	0,07	0,05	0,02	0,02	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Suministro real [% en peso]	AD	0,31 %	0,31 %	0,29 %	0,27 %	0,27 %	0,28 %	0,22 %	0,28 %	0,32 %	0,29 %	0,23 %	0,24 %
	MeI	67,8 %	67,8 %	67,8 %	68,0 %	67,8 %	68,1 %	66,8 %	62,7 %	35,5 %	31,4 %	62,6 %	55,3 %
	MA	5,7 %	5,7 %	5,7 %	5,7 %	5,7 %	5,4 %	2,0 %	5,0 %	15,2 %	30,1 %	38,2 %	
	H2O	26,2 %	26,2 %	26,2 %	26,0 %	26,2 %	26,1 %	31,0 %	32,1 %	33,0 %	34,0 %	30,1 %	32,1 %
	AC											5,0 %	10,2 %
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
Fase acuosa [% en peso]	AD	0,55 %	0,60 %	0,61 %	0,55 %	0,54 %	0,56 %	0,46 %	0,41 %	0,37 %	0,30 %	0,40 %	0,39 %
	MeI	3,72 %	2,83 %	2,62 %	2,58 %	2,97 %	2,88 %	2,31 %	1,68 %	1,45 %	1,20 %	3,09 %	3,37 %
	MA	2,28 %	2,18 %	2,25 %	2,30 %	2,48 %	2,51 %	1,21 %	2,56 %	6,01 %	10,36 %	12,00 %	
	H2O	93,45 %	94,40 %	94,53 %	94,57 %	94,01 %	94,05 %	96,03 %	94,79 %	91,90 %	87,82 %	86,50 %	84,90 %
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %

Ejemplo	Ejemplo 16	Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24	Ejemplo 25	Ejemplo 26	Ejemplo de referencia 1	Ejemplo de referencia 2
	AC											11,61 %	22,35 %
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
	AD	0,190 %	0,194 %	0,179 %	0,145 %	0,132 %	0,134 %	0,136 %	0,21 %	0,29 %	0,28 %	0,127 %	0,125 %
	Mel	93,00 %	93,16 %	93,25 %	93,45 %	93,47 %	95,71 %	93,50 %	79,34 %	56,63 %	49,15 %	98,88 %	98,75 %
Fase orgánica [% en peso]	MA	5,94 %	5,92 %	5,96 %	5,92 %	5,99 %	2,29 %	5,81 %	19,57 %	41,08 %	47,57 %		
	H2O	0,87 %	0,73 %	0,60 %	0,48 %	0,42 %	1,87 %	0,55 %	0,88 %	2,00 %	3,00 %	0,24 %	0,28 %
	AC											0,75 %	0,85 %
	total	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %	100,0 %
Coefficiente de distribución AD (fase acuosa/fase orgánica)		2,9	3,1	3,4	3,8	4,1	3,4	3,1	1,9	1,3	1,1	3,1	3,1
Concentración MA de fase acuosa + concentración MA de fase orgánica [% en peso]		8,22 %	8,01 %	8,21 %	8,22 %	8,47 %	3,50 %	8,37 %	25,58 %	51,44 %	59,57 %		
Coefficiente de distribución AD (fase acuosa/fase orgánica)		0,38	0,37	0,38	0,39	0,41	0,53	0,44	0,31	0,25	0,25		



## [Discusión sobre los resultados]

A partir de los resultados de los Ejemplos 1 a 10, es evidente que como la mezcla de carga tiene una concentración de AD más alta y la fase acuosa y la fase orgánica tienen mayores concentraciones de AD, el coeficiente de distribución de AD es menor de modo que la velocidad de distribución de AD a la fase orgánica tiende a ser relativamente más alta. Específicamente, desde el punto de vista de la eficacia de eliminación de acetaldehído, el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es altamente ventajoso en el caso en que las concentraciones de AD en la fase acuosa y la fase orgánica son altas, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es poco ventajoso en el caso de que las concentraciones de AD en la fase acuosa y la fase orgánica sean bajas. Por otra parte, el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es altamente ventajoso en el caso donde las concentraciones de AD en la fase acuosa y la fase orgánica son bajas, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es poco ventajoso en el caso donde las concentraciones de AD en la fase acuosa y la fase orgánica son altas. Desde otro punto de vista, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica, se prefiere aumentar la concentración de AD en la fase acuosa y/o la fase orgánica en la etapa de separación ajustando, por ejemplo, las condiciones de reacción para un recipiente de reacción, las condiciones de evaporación para un evaporador y las condiciones de destilación para una corriente de vapor obtenida en la etapa de evaporación. También, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica, se prefiere disminuir las concentraciones de AD en la fase acuosa y/o la fase orgánica en la etapa de separación ajustando, por ejemplo, las condiciones de reacción para un recipiente de reacción, las condiciones de evaporación para un evaporador y las condiciones de destilación para una corriente de vapor obtenida en la etapa de evaporación.

A partir de los resultados de los Ejemplos 11 a 15, es evidente que bajo la condición de concentración AD constante, a una temperatura más alta en el momento de la separación, el coeficiente de distribución AD es menor, de modo que la velocidad de distribución de AD a la fase orgánica tiende a ser relativamente mayor. Específicamente, desde el punto de vista de la eficacia de eliminación de acetaldehído, el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es altamente ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es alta, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es poco ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es baja. Por otra parte, el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es altamente ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es baja, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es poco ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es alta.

A partir de los resultados de los Ejemplos 16 a 21, es evidente que bajo la concentración de AD constante y las condiciones de concentración de MA, a una temperatura más alta en el momento de la separación, el coeficiente de distribución de AD es menor e incluso en un sistema donde el acetato de metilo está presente, a una temperatura más alta, la velocidad de distribución de AD a la fase orgánica tiende a ser relativamente más alta. Específicamente, desde el punto de vista de la eficacia de eliminación de acetaldehído, el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es altamente ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es alta, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es poco ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es baja. Por otra parte, incluso en un sistema donde está presente acetato de metilo, el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es altamente ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es baja, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es poco ventajoso en el caso en que la temperatura en el momento de la separación es alta. Desde otro punto de vista, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica, se prefiere fijar la temperatura del líquido en el momento de la separación en la etapa de separación a una temperatura elevada, independientemente de la presencia o ausencia de acetato de metilo. También, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa, se prefiere ajustar la temperatura del líquido en el momento de la separación en la etapa de separación a una temperatura baja.

A partir de los resultados de los Ejemplos 22 a 26, 4 y 17, es evidente que como la mezcla de carga tiene una concentración MA más alta y la fase acuosa y la fase orgánica tienen mayores concentraciones de MA, el coeficiente de distribución AD es menor para que la velocidad de distribución de AD a la fase orgánica tiende a ser relativamente mayor. Específicamente, desde el punto de vista de la eficacia de eliminación de acetaldehído, el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es altamente ventajoso en el caso en que las concentraciones de MA en la fase acuosa y la fase orgánica son altas, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica es poco ventajoso en el caso de que las concentraciones de MA en la fase acuosa y la fase orgánica sean bajas. Por otra parte, el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es altamente ventajoso en el caso donde las concentraciones de MA en la fase acuosa y la fase orgánica son bajas, mientras que el tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa es poco ventajoso en el caso donde las concentraciones de MA en la fase acuosa y la fase orgánica son altas. Desde otro punto de vista, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica, se prefiere aumentar la concentración de MA en la fase acuosa y/o la fase orgánica en la etapa de separación ajustando, por ejemplo, las condiciones de reacción para un recipiente de reacción, las condiciones de evaporación para un evaporador y las condiciones de destilación para una corriente de vapor obtenida en la etapa de evaporación. También, en el caso de usar una etapa o equipo para el tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica, se prefiere disminuir las concentraciones de MA en la fase

acuosa y la fase orgánica en la etapa de separación ajustando, por ejemplo, las condiciones de reacción para un recipiente de reacción, las condiciones de evaporación para un evaporador y las condiciones de destilación para una corriente de vapor obtenida en la etapa de evaporación. A partir de los resultados de los Ejemplos 22 a 26, es evidente que como la mezcla de carga tiene una concentración de MA más alta y la fase acuosa y/o la fase orgánica tienen mayores concentraciones de MA, no solo el coeficiente de distribución de AD sino el coeficiente de distribución de MA es menor.

A partir de los resultados de los Ejemplos de referencia 1 y 2, es evidente que el coeficiente de distribución de AD no es muy cambiado por las concentraciones de AC de la mezcla de carga, la fase acuosa y la fase orgánica. Específicamente, desde el punto de vista de la eficacia de eliminación de acetaldehído, la concentración de AC no es muy significativa para comparar las ventajas del método del tratamiento de eliminación de AD de la fase orgánica y el método del tratamiento de eliminación de AD de la fase acuosa.

### Aplicabilidad industrial

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

### Listado de Signos de Referencia

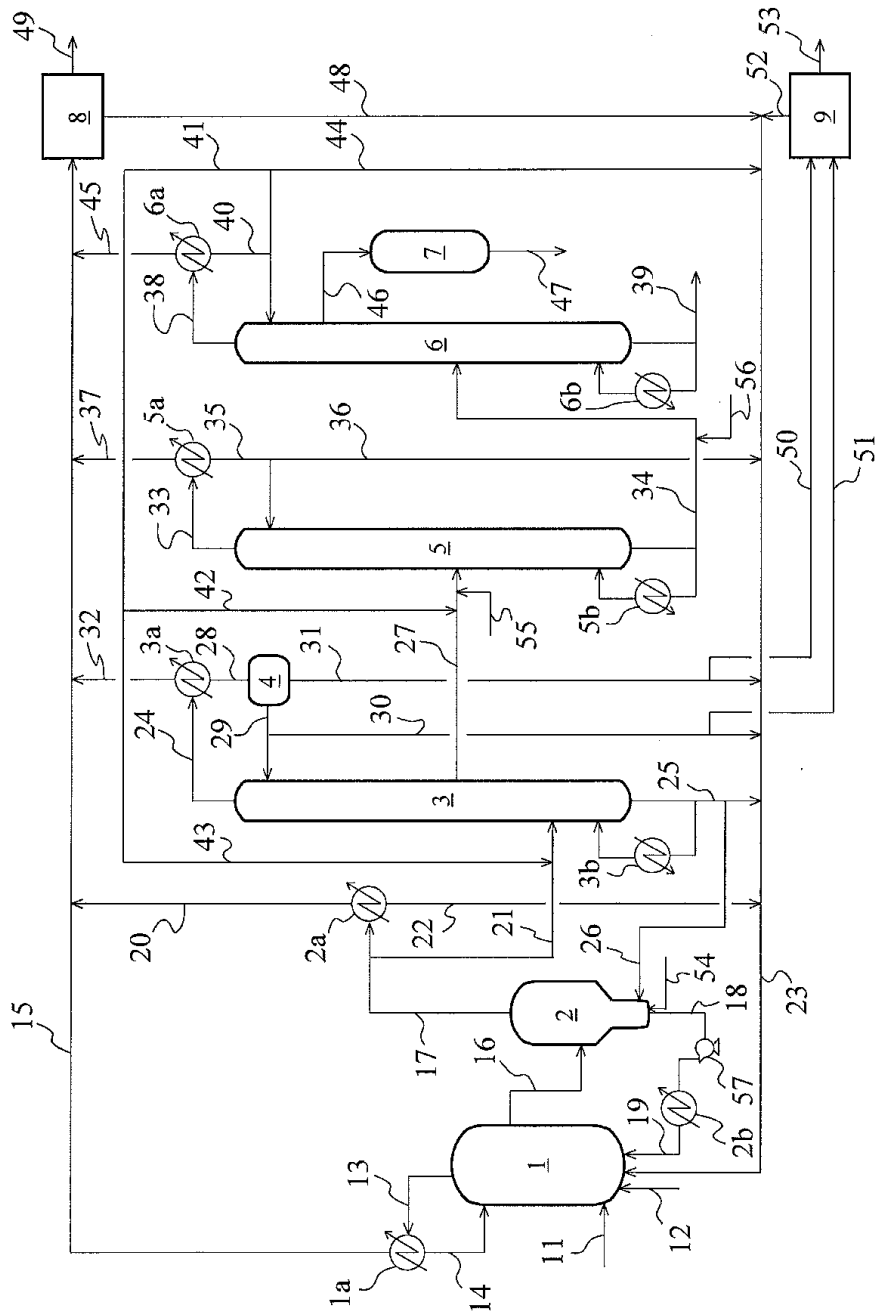
- 1: recipiente de reacción
- 2: evaporador
- 3, 5 y 6: columna de destilación
- 4: decantador
- 7: columna de resina de intercambio iónico
- 8: sistema de depuración
- 9: sistema de separación y eliminación de acetaldehído
- 16: línea de alimentación de mezcla de reacción
- 17: línea de descarga de corriente de vapor
- 18 y 19: línea de reciclado de corriente de líquido residual
- 54: línea de introducción de gas que contiene monóxido de carbono
- 55 y 56: línea de introducción de hidróxido de potasio
- 57: bomba de circulación de catalizador
- 91: columna de destilación (primera columna de eliminación de acetaldehído)
- 92: columna de extracción
- 93: columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído)
- 94: columna de destilación (columna de destilación extractiva)
- 95: decantador
- 96: decantador
- 97: columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído)
- 98: columna de destilación (columna de destilación extractiva)
- 99: decantador
- 200: bandeja de chimenea
- 300: aparato de medición de equilibrio líquido-líquido

## REIVINDICACIONES

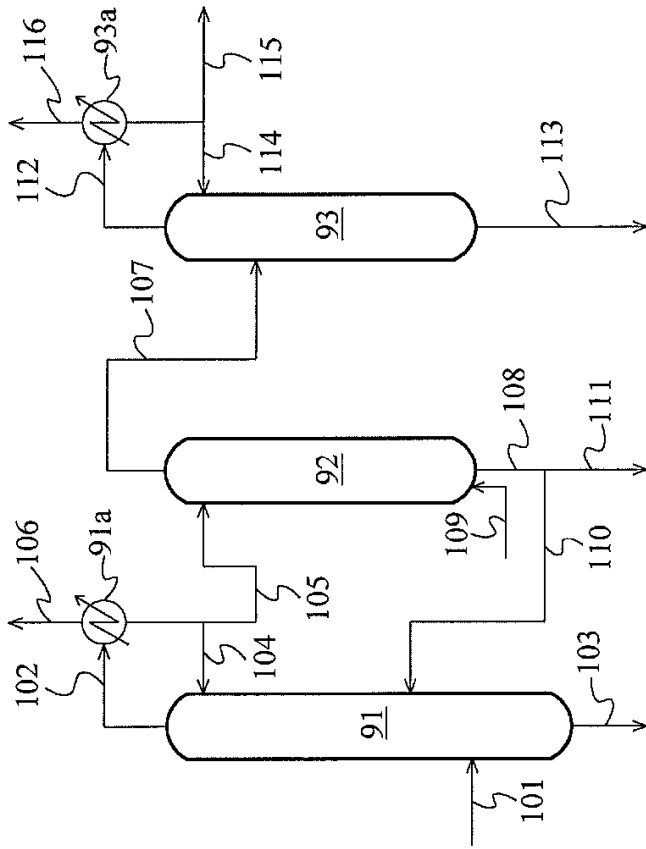
1. Un método para producir ácido acético haciendo reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico comprendiendo un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua, que comprende:
- 5 una etapa de separación de separar una corriente de proceso que contiene al menos agua, ácido acético, yoduro de metilo y acetaldehído en una fase acuosa y una fase orgánica; y
- 10 una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar y eliminar el acetaldehído obtenido a partir de la corriente del proceso, donde
- 15 la etapa de separación satisface la siguiente condición (i), la siguiente condición (iii), al menos una de las siguientes condiciones (iv) y (v), y opcionalmente la siguiente condición (ii), y al menos una porción de la fase orgánica se trata en el paso de separación y eliminación de acetaldehído:
- (i) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa no es inferior al 0,045 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica no es inferior al 0,013 % en masa;
- 20 (ii) una temperatura en el momento de la separación no es inferior a -5 °C;
- (iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica no es inferior al 5,8 % y no superior al 60 % en masa;
- (iv) un coeficiente de distribución de acetaldehído  $\left\{ \frac{\text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase acuosa}}{\text{concentración de acetaldehído (\% en masa) de la fase orgánica}} \right\}$  es no mayor a 4,1; y
- 25 (v) un coeficiente de distribución de acetato de metilo  $\left\{ \frac{\text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase acuosa}}{\text{concentración de acetato de metilo (\% en masa) de la fase orgánica}} \right\}$  es no mayor a 0,53.
- 30 2. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 1, comprendiendo además:
- una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;
- 35 una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador; y
- 40 una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente aérea rica en al menos un componente de punto de ebullición inferior seleccionado entre yoduro de metilo y acetaldehído y una corriente de ácido acético rica en ácido acético.
- 45 3. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde el sistema catalítico comprende además un yoduro iónico.
- 50 4. El método para producir ácido acético de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la etapa de separación satisface todas las condiciones (i), (ii), (iii), (iv) y (v).
5. Un método para producir ácido acético haciendo reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico comprendiendo un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua, que comprende:
- 55 una etapa de separación de separar una corriente de proceso que contiene al menos agua, ácido acético, yoduro de metilo y acetaldehído en una fase acuosa y una fase orgánica; y
- una etapa de separación y eliminación de acetaldehído para separar y eliminar el acetaldehído derivado de la corriente del proceso, donde
- 60 la etapa de separación satisface la siguiente condición (vi), la siguiente condición (viii), al menos una de las siguientes condiciones (ix) y (x), y opcionalmente la siguiente condición (vii), y al menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación de acetaldehído:
- (vi) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa no es más del 28,1 % en masa, y/o una concentración de acetaldehído en la fase orgánica no es más del 24,8 % en masa;
- 65 (vii) una temperatura en el momento de la separación no es superior a 70 °C;

- (viii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa no es inferior al 5,0 % y no superior al 12,0 % en masa, y/o una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica no es inferior al 8,0 % y no más del 47,6 % en masa y/o la suma de la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa y la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica no es inferior al 14 % ni superior al 59,6 % en masa;
- 5
- (ix) un coeficiente de distribución de acetaldehído [{concentración de acetaldehído (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de acetaldehído (% en masa) de la fase orgánica}] no es inferior a 1,1 y no más de 5,0; y
- 10
- (x) un coeficiente de distribución de acetato de metilo [{concentración de acetato de metilo (% en masa) de la fase acuosa} / {concentración de acetato de metilo (% en masa) de la fase orgánica}] no es inferior a 0,25 ni superior a 0,60.
- 15
6. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 5, comprendiendo además:
- una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico y yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo y agua en un recipiente de reacción para producir ácido acético;
- 20
- una etapa de evaporación para separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador; y
- 25
- una etapa de eliminación del componente de punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente aérea rica en al menos un componente de punto de ebullición inferior seleccionado entre yoduro de metilo y acetaldehído y una corriente de ácido acético rica en ácido acético.
7. El método para producir ácido acético de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, donde el sistema catalítico comprende además un yoduro iónico.
- 30
8. El método para producir ácido acético de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, donde la etapa de separación satisface todas las condiciones (vi), (vii), (viii), (ix) y (x).
- 35
9. El método para producir ácido acético de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, comprendiendo además una etapa de depuración para separar el gas residual del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético mediante tratamiento de absorción con un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético.

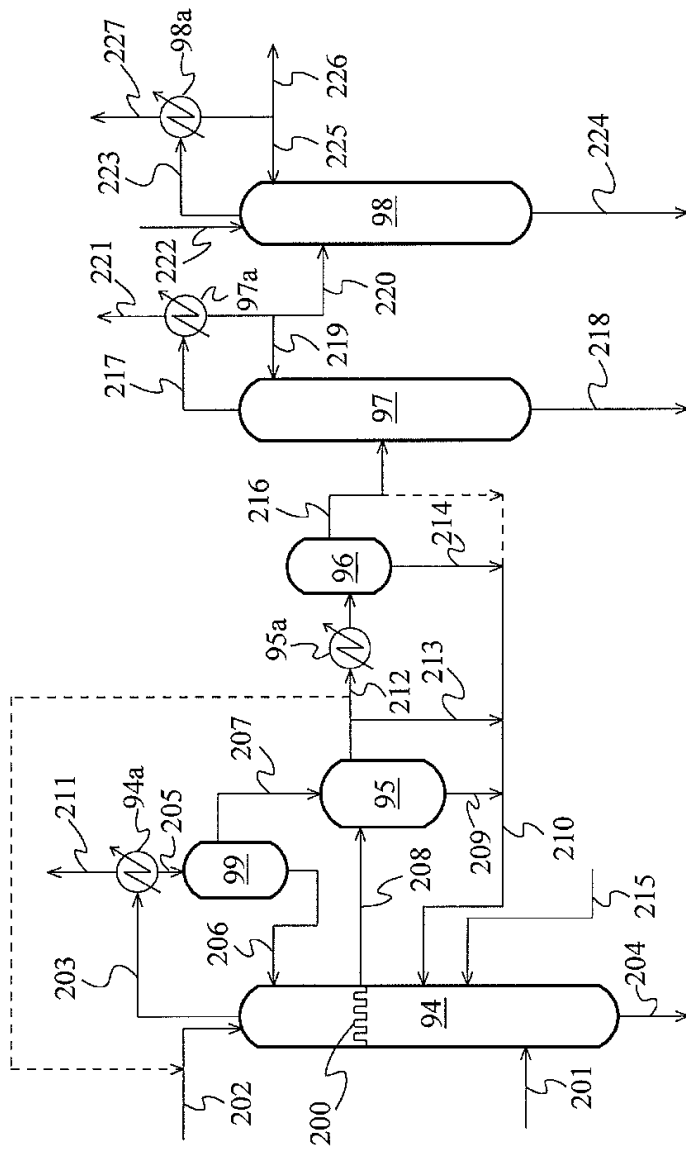
[Figura 1]



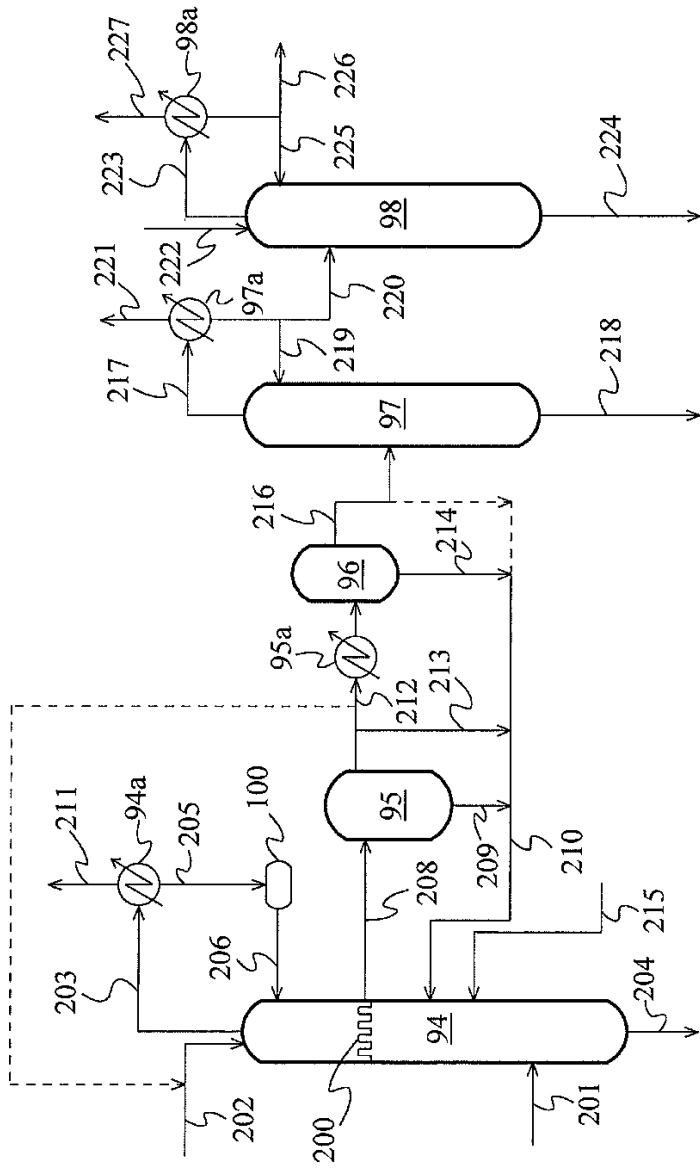
[Figura 2]



[Figura 3]

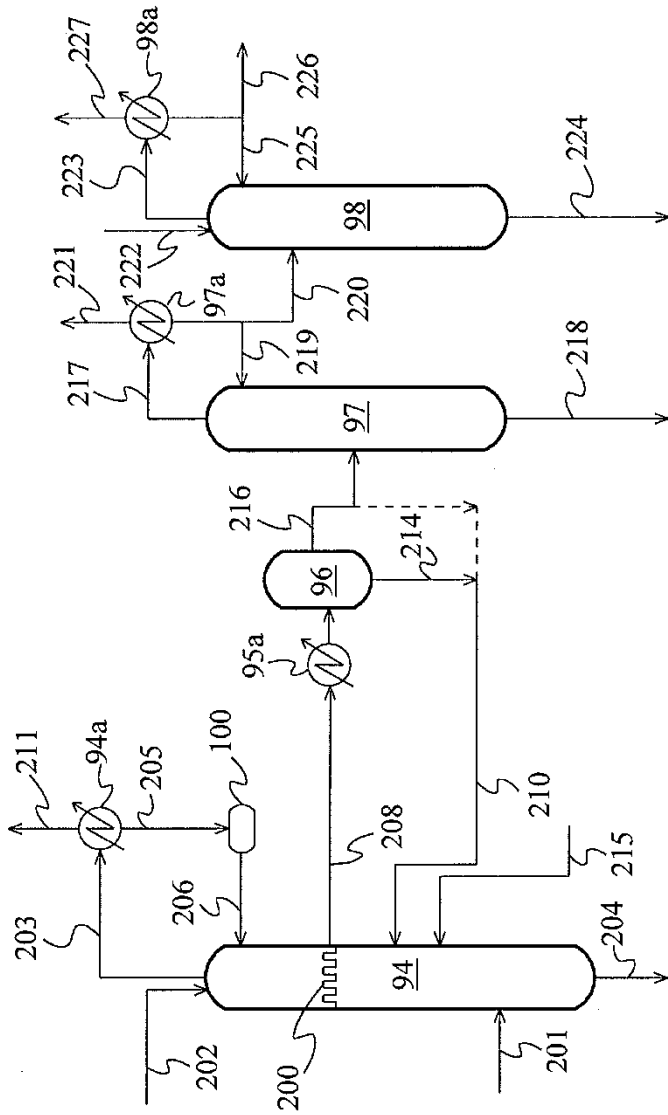


[Figura 4]





[Figura 5]



[Figura 6]

