

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 772 775**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07B 61/00 (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/JP2017/019575**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.07.2018 WO18135016**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017 E 17732015 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 3369722**

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

30 Prioridad:

18.01.2017 JP 2017006647
02.03.2017 JP 2017039391

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.07.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SHIMIZU, MASAHIKO

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

ES 2 772 775 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 de producción de ácido acético

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un método para producir ácido acético. La presente solicitud reivindica las prioridades de la solicitud de patente japonesa n.º 2017-006647 presentada en Japón el 18 de enero de 2017, y la solicitud de patente japonesa n.º 2017-039391 presentada en Japón el 2 de marzo de 2017.

Técnica anterior

10 Un procedimiento de carbonilación de un método de metanol se conoce como un método industrial para producir ácido acético. En este procedimiento, por ejemplo, el metanol y el monóxido de carbono se hacen reaccionar en presencia de un catalizador en un recipiente de reacción para producir ácido acético. La mezcla de reacción se evapora en un evaporador, y la fase de vapor se purifica en una columna de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y posteriormente en una columna de deshidratación de manera que se prepara el ácido acético producto. Alternativamente, el ácido acético producto se prepara por medio de una columna de retirada de componentes con punto de ebullición superior posterior a la columna de deshidratación, y además, una columna del producto.

15 En dicho procedimiento de producción de ácido acético, el ácido fórmico se produce como un subproducto en el recipiente de reacción. La cantidad mínima de ácido fórmico es favorable porque el ácido fórmico reduce la pureza de ácido acético producto. Los documentos de patente 1 y 2 dan a conocer que: el ácido fórmico se forma a través de la reacción del monóxido de carbono con agua; y por lo tanto, la concentración de ácido fórmico en el ácido acético producto puede disminuirse controlando una concentración de agua en un medio de reacción a un nivel bajo. Sin embargo, existe el problema de que un catalizador se vuelve inestable si la concentración de agua en el medio de reacción disminuye.

Lista de citas**Bibliografía de patentes**

25 Documento de patente 1: Publicación de solicitud de patente estadounidense n.º 2008/0293966.

Documento de patente 2: Publicación de solicitud de patente de estadounidense n.º 2008/0293967.

El documento EP 2937329 A1 da a conocer la retirada de acetaldehído en un procedimiento para producir ácido acético.

Sumario de la invención**30 Problema técnico**

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método que puede disminuir una concentración de ácido fórmico en el ácido acético producto mediante un enfoque simple.

Solución al problema

35 Para lograr el objeto, los presentes inventores han realizado estudios diligentes para descubrir un mecanismo subyacente a la formación de ácido fórmico y, en consecuencia, han obtenido los hallazgos de que: se forma más de un poco de ácido fórmico, principalmente, en un recipiente de reacción, un evaporador y un columna de retirada de componentes con punto de ebullición inferior donde están presentes el hidrógeno y el dióxido de carbono; a una mayor presión parcial de hidrógeno y presión parcial de dióxido de carbono, se forma más ácido fórmico; a una temperatura más alta, se suprime la formación de ácido fórmico; la presencia de reacción de equilibrio de $H_2 + CO_2 \leftrightarrow HCOOH$ se predice a partir de éstos. Por consiguiente, los presentes inventores han realizado estudios adicionales y han encontrado que: para suprimir la formación de ácido fórmico, es deseable mantener una presión parcial de hidrógeno baja, una presión parcial de dióxido de carbono baja y una temperatura alta; el ácido fórmico puede descomponerse recirculando una disolución de procedimiento que contiene el ácido fórmico a un recipiente de reacción, un evaporador o una columna de destilación y manteniendo una presión parcial de hidrógeno baja, una presión parcial de dióxido de carbono baja y una temperatura alta; debido a que el ácido fórmico tiene un punto de ebullición inferior que el del ácido acético y, por lo tanto, se concentra en la parte superior de la columna de cada columna de destilación, una fracción de la parte superior de la columna de la columna de destilación se recircula al sistema de reacción o una columna de destilación colocada aguas arriba de la columna de destilación para que el ácido fórmico pueda descomponerse; etc. La presente invención se basa en estos hallazgos y se ha completado a través de estudios adicionales.

50 Específicamente, la presente invención proporciona un método para producir ácido acético, que comprende al menos una etapa seleccionada de una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (i) y una

etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (ii) en un procedimiento de producción de ácido acético:

(i) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 150 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 175°C; y

(ii) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.

Las condiciones de funcionamiento (ii) pueden implicar una presión parcial de hidrógeno de no más de 1 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 2 kPa (presión absoluta).

El método para producir ácido acético según la presente invención puede tener una etapa de reacción que satisface las condiciones de funcionamiento (i). En este caso, un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción puede tener una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa. Además, el líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción puede tener una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa, una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa, una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa, una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa, una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa.

El método para producir ácido acético según la presente invención puede tener una etapa de evaporación o una etapa de destilación que satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii). Una mezcla de carga para un evaporador en la etapa de evaporación puede tener una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa, una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa, una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa, una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa, una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 10000 ppm en masa. Además, una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación puede tener una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa. Además, una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 40 al 85% en masa, una concentración de yoduro de metilo del 2 al 50% en masa, una concentración de agua del 0,2 al 20% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,2 al 50% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa. Además, una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 80 al 99,9% en masa, una concentración de yoduro de metilo del 0,01 al 16% en masa, una concentración de agua del 0,05 al 18% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,01 al 16% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa. Además, una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 99,1 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 9000 ppm en masa.

En el método para producir ácido acético según la presente invención, el procedimiento de producción de ácido acético puede tener una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono para producir ácido acético, una etapa de evaporación de separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual, una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor en una corriente superior rica en componente con punto de ebullición inferior y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético o el procedimiento de producción de ácido acético también puede tener al menos una de las siguientes etapas (a) - (d) además de la etapa de reacción de carbonilación, la etapa de evaporación y la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior:

(a) una etapa de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético,

(b) una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior de separar la primera corriente de ácido acético o la segunda corriente de ácido acético por destilación en una corriente de fondo rica en componentes con punto de ebullición superior y una tercera corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación,

(c) una etapa de retirada por adsorción del tratamiento de la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético o la tercera corriente de ácido acético con una resina de intercambio iónico para obtener una cuarta corriente de ácido acético; y

(d) una etapa del producto de destilar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético, la

tercera corriente de ácido acético o la cuarta corriente de ácido acético para obtener una quinta corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación.

- 5 En este caso, la etapa de reacción de carbonilación puede satisfacer las condiciones de funcionamiento (i). Además, al menos una etapa seleccionada de la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior y la etapa del producto pueden satisfacer las condiciones de funcionamiento (ii).

En el método para producir ácido acético según la presente invención, se prefiere que un tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) sea no menos de 1 minuto.

- 10 En el método para producir ácido acético según la presente invención, una disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa puede recircularse a una etapa que satisfaga las condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de menos de 500 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta), y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.
- 15 En el método para producir ácido acético según la presente invención, el procedimiento de producción de ácido acético puede tener al menos una etapa de destilación, y un fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación en la al menos una etapa de destilación puede recircularse a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii). En este caso, la etapa al cual se recircula la fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación puede ser la
- 20 etapa de reacción y/o la etapa de evaporación o una etapa de destilación colocada aguas arriba de la etapa de destilación asociada con la columna de destilación.

Efectos ventajosos de la invención

- 25 Según la presente invención, la formación de ácido fórmico puede suprimirse, o el ácido fórmico formado puede descomponerse eficazmente, debido a que tiene una etapa que satisface condiciones de funcionamiento particulares. Por lo tanto, una concentración de ácido fórmico en el producto ácido acético puede simplemente disminuirse.

Breve descripción de los dibujos

- [Figura 1] La figura 1 es un diagrama de flujo de la producción de ácido acético que muestra una realización de la presente invención.
- 30 [Figura 2] La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo de un sistema de retirada y separación de acetaldehído.
- [Figura 3] La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo de un sistema de retirada y separación de acetaldehído.
- 35 [Figura 4] La figura 4 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de separación y retirada de acetaldehído.
- [Figura 5] La figura 5 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de separación y retirada de acetaldehído.

Descripción de las realizaciones

- 40 El método para producir ácido acético según la presente invención comprende al menos una etapa seleccionada de una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (i) y una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (ii) en un procedimiento de producción de ácido acético:

(i) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 150 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 175°C; y

- 45 (ii) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.

En la etapa que satisface tales condiciones de funcionamiento, la formación de ácido fórmico se suprime de manera efectiva, mientras que el ácido fórmico en un líquido de alimentación para la etapa se descompone eficazmente.

50 Esto es supuestamente porque existe una reacción de equilibrio de $H_2 + CO_2 \leftrightarrow HCOOH$, y este equilibrio se desplaza hacia el lado izquierdo en las condiciones de funcionamiento descritas anteriormente. la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento puede ser cualquiera de una etapa de reacción, una etapa de

evaporación, una etapa de destilación y similares.

En la presente memoria descriptiva, la “presión parcial de hidrógeno” y la “presión parcial de dióxido de carbono” significan presiones parciales de estos componentes en una porción de fase gaseosa en un aparato o equipo (un reactor, un evaporador, una columna de destilación) para su uso en la etapa. En la columna de destilación, las presiones parciales en una porción de fase gaseosa de al menos una placa (por ejemplo, una placa inferior, una placa de alimentación o una placa superior) pueden estar dentro de los intervalos descritos anteriormente. Es preferible que las presiones parciales en una porción de la fase gaseosa de cada placa desde la placa de alimentación hasta la placa superior estén dentro de los intervalos descritos anteriormente. Es más preferible que las presiones parciales en una porción de la fase gaseosa de cada placa desde la placa inferior hasta la placa superior estén dentro de los intervalos descritos anteriormente. La “temperatura de funcionamiento” significa la temperatura de una porción de fase líquida o una porción de fase gaseosa en un aparato o equipo (un reactor, un evaporador, una columna de destilación) para su uso en la etapa. En la columna de destilación, la temperatura de una porción de fase líquida o una porción de fase gaseosa de al menos una placa (por ejemplo, una placa inferior, una placa de alimentación o una placa superior) puede estar dentro de los intervalos descritos anteriormente. Es preferible que la temperatura de una porción de fase líquida o una porción de fase gaseosa de cada placa desde la placa de alimentación hasta la placa superior esté dentro del intervalo descrito anteriormente. Es más preferible que la temperatura de una porción de fase líquida o una porción de fase gaseosa de cada placa desde la placa inferior hasta la placa superior esté dentro del intervalo descrito anteriormente.

En las condiciones de funcionamiento (i), la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) no es de más de 150 kPa. Aunque el límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) puede ser de más de 1 kPa (o más de 5 kPa). La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de menos de 70 kPa y es preferiblemente de no más de 60 kPa, más preferiblemente no más de 50 kPa, más preferiblemente no más de 40 kPa, en particular preferiblemente no más de 30 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa, pero puede ser de 2 kPa (o 20 kPa). La temperatura de funcionamiento es una temperatura de más de 175°C y preferiblemente de no menos de 178°C, más preferiblemente no menos de 181°C, en particular preferiblemente no menos de 184°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 250°C, preferiblemente 230°C, más preferiblemente 200°C.

En las condiciones de funcionamiento (ii), la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de no más de 5 kPa y es preferiblemente no más de 4 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 2 kPa, en particular preferiblemente no más de 1 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) no es de más de 12 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es una temperatura de más de 100°C y preferiblemente no es de menos de 102°C, más preferiblemente no menos de 104°C, en particular preferiblemente no menos de 106°C, en particular preferiblemente no menos de 112°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 250°C, preferiblemente 200°C, más preferiblemente 175°C.

En las condiciones de funcionamiento (ii), la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) puede ser de no más de 1 kPa y la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) puede ser de menos de 2 kPa. En este caso, el límite superior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de 0,9 kPa, más preferiblemente de 0,8 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. El límite superior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de 1,8 kPa, más preferiblemente 1,5 kPa, en particular preferiblemente 1,0 kPa y en particular preferiblemente 0,5 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa.

Los ejemplos de la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) incluyen una etapa de reacción. En este caso, se prefiere que un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tenga una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 90% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa (de 0 a 102 ppm en masa). Más preferiblemente, el líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa (por ejemplo, del 60 al 80% en masa), una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 5000 ppm en masa (por ejemplo, de 400 a 2000 ppm en masa), una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa (por ejemplo, del 5 al 15% en masa), una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa (por ejemplo, del 5 al 20% en masa), una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa (por ejemplo, del 0,8 al 10% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa (por ejemplo, del 1 al 10% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no más de 85 ppm en masa (por ejemplo, de 0 a 85 ppm en masa).

Los ejemplos de la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) incluyen una etapa de evaporación y una etapa de destilación. En la etapa de evaporación que satisface las condiciones de funcionamiento (ii), una mezcla de carga para un evaporador puede tener una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa (por ejemplo, del 60 al 80% en masa), una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 5000 ppm en masa (por ejemplo, de 400 a 2000 ppm en masa), una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa (por ejemplo, del 5 al 15% en masa), una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa (por ejemplo, del 5 al

20% en masa), una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa (por ejemplo, del 0,8 al 10% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa (por ejemplo, del 1 al 10% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no más de 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 0 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

En la etapa de destilación que satisface las condiciones de funcionamiento (ii), una mezcla de carga para una columna de destilación puede tener una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa). Además, en la etapa de destilación, una mezcla de carga para una columna de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 40 al 85% en masa (por ejemplo, del 50 al 75% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 2 al 50% en masa (por ejemplo, del 5 al 30% en masa), una concentración de agua del 0,2 al 20% en masa (por ejemplo, del 1 al 15% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,2 al 50% en masa (por ejemplo, del 2 al 30% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 ppm a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa). Además, en la etapa de destilación, una mezcla de carga para una columna de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 80 al 99,9% en masa (por ejemplo, del 90 a 99,9% en masa, preferiblemente del 93 al 99% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de agua del 0,05 al 18% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa). Además, en la etapa de destilación, una mezcla de carga para una columna de destilación puede tener una concentración de ácido acético del 99,1 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 9000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

En el método para producir ácido acético, el procedimiento de producción de ácido acético puede tener una etapa de reacción de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono para producir ácido acético, una etapa de evaporación de separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual, una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente superior rica en componente con punto de ebullición inferior y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético, y una etapa de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético. Alternativamente, además de las etapas, el procedimiento de producción de ácido acético puede tener además al menos una de las siguientes etapas (a) - (d) además de la etapa de reacción de carbonilación, la etapa de evaporación y la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior:

(a) una etapa de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético,

(b) una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior de separar la primera corriente de ácido acético o la segunda corriente de ácido acético por destilación en una corriente de fondo rica en componente con punto de ebullición superior y una tercera corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación,

(c) una etapa de retirada por adsorción de tratar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético o la tercera corriente de ácido acético con una resina de intercambio iónico para obtener una cuarta corriente de ácido acético; y

(d) una etapa del producto de destilar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético, la tercera corriente de ácido acético o la cuarta corriente de ácido acético para obtener una quinta corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación.

La etapa de reacción de carbonilación puede satisfacer las condiciones de funcionamiento (i). Además, al menos una etapa seleccionada de la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior y la etapa del producto (preferiblemente la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, más preferiblemente la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación, alternativamente la etapa de evaporación y la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, en particular preferiblemente la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación) pueden satisfacer las condiciones de funcionamiento (ii).

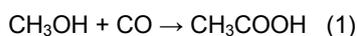
En el método para producir ácido acético según la presente invención, se prefiere que un tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o (ii) no sea de menos de 1 minuto (por ejemplo, no menos de 5 minutos, particularmente, no menos de 10 minutos). El límite superior del tiempo de retención es, por ejemplo, de 2 horas, preferiblemente 1 hora. El ácido fórmico contenido en el sistema puede descomponerse de forma segura por retención durante el tiempo predeterminado en las condiciones de funcionamiento (i) o (ii).

En el método para producir ácido acético según la presente invención, una disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 10000 ppm en masa, preferiblemente de 15 a 1000 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 200 ppm en masa) puede recircularse a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) (por ejemplo, la etapa de reacción, la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior o la etapa de deshidratación). El ácido fórmico en una disolución de procedimiento puede descomponerse eficazmente recirculando la disolución de procedimiento a la etapa.

En el método para producir ácido acético según la presente invención, el procedimiento de producción de ácido acético puede tener al menos una etapa de destilación, y una fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación en la al menos una etapa de destilación puede recircularse a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii). Los ejemplos de la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) incluyen la etapa de reacción, la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación. En este caso, se prefiere que la etapa a la cual se recircula la fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación ya sea la etapa de reacción o ya sea la etapa de evaporación o una etapa de destilación colocada aguas arriba de la etapa de destilación asociada con la columna de destilación. Debido a que el ácido fórmico tiene un punto de ebullición inferior que el del ácido acético y, por lo tanto, se concentra en la parte superior de la columna, una fracción de la parte superior de la columna de la columna de destilación se recircula a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) para que el ácido fórmico en la fracción de la parte superior de la columna pueda descomponerse eficazmente.

A continuación en el presente documento, se describirá una realización de la presente invención. La figura 1 es un ejemplo de un diagrama de flujo de la producción de ácido acético (procedimiento de carbonilación de un método de metanol) que muestra una realización de la presente invención. Un aparato para la 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 retirada y separación de acetaldehído 9, condensadores 1a, 2a, 3a, 5a y 6a, un intercambiador de calor 2b, recalentadores 3b, 5b y 6b, tuberías 11 a 56, y una bomba 57 y se configura para que pueda producir de manera continua ácido acético. En el método para producir ácido acético según la presente realización, una etapa de reacción, una etapa de evaporación (etapa instantánea), una primera etapa de destilación, una segunda etapa de destilación, una tercera etapa de destilación, y una etapa de retirada por adsorción se realizan 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 también se denomina etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la segunda etapa de destilación también se denomina etapa de deshidratación y la tercera etapa de destilación también se denomina etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior. 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 (columna de retirada de componentes con punto de ebullición superior) 6, la columna de resina de intercambio iónico 7, el sistema de separación y retirada de acetaldehído 9 (columna de retirada de acetaldehído). Tal como se menciona posteriormente, una columna del producto puede colocarse aguas abajo de 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 de manera continua ácido acético a través de una reacción (reacción de carbonilación con metanol) representada por la fórmula química (1) que se presenta a continuación. En un estado de funcionamiento constante del aparato de producción de ácido acético, por ejemplo, una mezcla de reacción bajo agitación con un agitador está presente en el recipiente de reacción 1. La mezcla de reacción contiene metanol y monóxido de carbono que son materias primas, un catalizador de metal, 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 es un estado líquido y monóxido de carbono en un estado gaseoso. El metanol se alimenta de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1 desde un depósito de metanol (no se muestra) a través de la tubería 11. El monóxido de carbono se alimenta de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1 desde un depósito de monóxido de carbono (no se muestra) a través de la tubería 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, preferiblemente no más del 1% en masa).

El catalizador de metal en la mezcla de reacción promueve la reacción de carbonilación de metanol, y, por ejemplo, pueden usarse un catalizador de rodio o un catalizador de iridio. Por ejemplo, puede usarse un complejo de rodio representado por la fórmula química $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]^-$ como catalizador de rodio. Por ejemplo, puede usarse un complejo de iridio representado por la fórmula química $[\text{Ir}(\text{CO})_3\text{I}_3]^-$ como catalizador de iridio. Un catalizador del complejo de metal se prefiere como catalizador de metal. La concentración (en cuanto al metal) del catalizador en la mezcla de reacción es, por ejemplo, de 200 a 10000 ppm en masa, preferiblemente de 300 a 5000 ppm en masa, además preferiblemente de 400 a 2000 ppm en masa, con respecto a toda la fase líquida (líquido de la mezcla de reacción) de la mezcla de reacción.

El cocatalizador es un yoduro para ayudar a la acción del catalizador mencionado anteriormente, y, por ejemplo, se usa yoduro de metilo o yoduro iónico. El yoduro de metilo puede presentar el efecto de promover el efecto catalítico del catalizador mencionado anteriormente. La concentración del yoduro de metilo es, por ejemplo, del 1 al 20% en masa (preferiblemente del 5 al 15% en masa) con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. El yoduro iónico es un yoduro que genera iones de yoduro en una disolución de reacción (particularmente, un yoduro de metal iónico) y puede presentar el efecto de estabilizar el catalizador mencionado anteriormente y el efecto de suprimir la reacción secundaria. Los ejemplos del yoduro iónico incluyen yoduros de metal alcalino, 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, del 1 al 25% en masa, preferiblemente del 5 al 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, puede usarse un compuesto de rutenio o un compuesto de osmio como cocatalizador. La cantidad de estos compuestos que va a usarse es la cantidad total, por ejemplo, de 0,1 a 30 moles (en cuanto a metal), preferiblemente de 0,5 a 15 moles (en cuanto a metal) basándose en 1 mol de iridio (en cuanto a metal).

El agua en la mezcla de reacción es un componente necesario para generar ácido acético en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol, y también es un componente necesario 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, preferiblemente del 0,8 al 10% en masa, además preferiblemente del 1 al 6% en masa, en particular preferiblemente del 1,5 al 4% en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. La concentración de agua es preferiblemente de no más del 15% en masa para continuar una producción eficiente de ácido acético al reducir la energía que se requiere para la retirada de agua en el curso de la purificación del ácido acético. Con el fin de controlar la concentración de agua, el agua puede alimentarse de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1.

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

Los 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 del acetato de metilo en la mezcla de reacción es, por ejemplo, del 0,1 al 30% en masa, preferiblemente del 1 al 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 el que se utiliza el catalizador o el cocatalizador tal como se mencionó anteriormente. La concentración del yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción es, por ejemplo, del 0,01 al 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, dimetil éter, alcanos, 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 (a continuación en el presente documento, también denominado "metal corroído"), y otros metales tales como el cobalto, zinc y cobre. El metal corroído y otros metales también se denominan en conjunto "metal corroído". El contenido total de estas impurezas, tales como los subproductos y los metales corroídos, es, por ejemplo, de 1 ppm en masa al 1% en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Por lo tanto, la disolución de procedimiento en este procedimiento de producción de ácido acético puede contener, por ejemplo, de aproximadamente 1 ppm en masa al 1% en masa en total de las impurezas. La concentración del ácido fórmico en la mezcla de reacción es, por ejemplo, de 0 a 102 ppm en masa, preferiblemente de 0 a 85 ppm en masa, más preferiblemente de 0 a 50 ppm en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

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

absoluta).

El vapor de una porción de fase gaseosa en el recipiente de reacción 1 durante el funcionamiento del aparato contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico. Este vapor puede extraerse del recipiente de reacción 1 a través de la tubería 13. La presión interna del recipiente de reacción 1 puede controlarse por el ajuste de la cantidad de extracción de vapor, y, por ejemplo, la presión interna del recipiente de reacción 1 se mantiene constante. El vapor extraído del recipiente de reacción 1 se introduce al condensador 1a.

El condensador 1a separa el vapor del recipiente de reacción 1 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se introduce al recipiente de reacción 1 desde el condensador 1a a través de la tubería 14 y se recircula. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 1a a través de la tubería 15. En el sistema de depuración 8, los componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético) se separan y se recuperan de la porción gaseosa del condensador 1a. En esta separación y recuperación, un método húmedo que se realiza utilizando un líquido de absorción para capturar los componentes útiles en la porción gaseosa se utiliza en la presente realización. Un disolvente de absorción que contiene al menos un ácido acético y/o metanol se prefiere como líquido de absorción. El líquido de absorción puede contener acetato de metilo. Por ejemplo, una porción del condensado de un vapor de la columna de destilación 6 que se menciona posteriormente puede usarse como líquido de absorción. En la separación y recuperación, puede usarse un método de adsorción por oscilación de presión. Los componentes útiles separados y recuperados (por ejemplo, yoduro de metilo) se introducen al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de la tubería de recirculado 48 y se recirculan. Un gas después de la captura de los componentes útiles se desecha a través de la tubería 49. El gas descargado de la tubería 49 puede usarse como una fuente de CO para introducirse a la parte inferior del evaporador 2 que se menciona posteriormente o las tuberías de recirculado de la corriente de líquido residual 18 y 19. En cuanto al tratamiento en el sistema de depuración 8 y recirculado posterior al recipiente de reacción 1 y desecho, lo mismo ocurre con las porciones gaseosas descritas posteriormente que se alimentan al sistema de depuración 8 de otros condensadores. Para el método de producción de la presente invención, se prefiere tener una etapa de depuración de separar gas de escape del procedimiento en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético mediante tratamiento por absorción con un disolvente de absorción que contiene al menos ácido acético.

En el recipiente de reacción 1 durante el funcionamiento del aparato, tal como se mencionó anteriormente, el ácido acético se produce de manera continua. La mezcla de reacción que contiene dicho ácido acético se extrae de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada del recipiente de reacción 1 y se introduce al siguiente evaporador 2 a través de la tubería 16.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de reacción que usa el recipiente de reacción 1 satisfaga las condiciones de funcionamiento (i) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 150 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 175°C. Aunque el límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) puede ser de más de 1 kPa (o más de 5 kPa). La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de menos de 70 kPa y es preferiblemente de no más de 60 kPa, más preferiblemente no más de 50 kPa, más preferiblemente no más de 40 kPa, en particular preferiblemente no más de 30 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa, pero puede ser de 2 kPa (o 20 kPa). La temperatura de funcionamiento es una temperatura de más de 175°C y preferiblemente de no menos de 178°C, más preferiblemente no menos de 181°C, en particular preferiblemente no menos de 184°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 250°C, preferiblemente 230°C, más preferiblemente 200°C. La etapa de reacción que usa el recipiente de reacción 1 satisface las condiciones de funcionamiento (i), por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en el recipiente de reacción 1. Además, cuando se introduce un líquido que contiene ácido fórmico en el recipiente de reacción 1, el ácido fórmico se descompone eficazmente.

El evaporador 2 es una unidad para realizar la etapa de evaporación (etapa instantánea). Esta etapa de evaporación es una etapa para separar la mezcla de reacción introducida de manera continua al evaporador 2 a través de la tubería 16 (tubería 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 provocarse al reducir la presión sin calentar la mezcla de reacción o la evaporación puede provocarse al reducir 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 y preferiblemente de 120 a 200°C, y la temperatura de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, de 80 a 200°C, preferiblemente de 100 a 180°C. La presión interna del evaporador es, por ejemplo, de 50 a 1000 kPa (presión absoluta). La razón entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual que va a separarse en la etapa de evaporación es, por ejemplo, de 10/90 a 50/50 (corriente de vapor/corriente de líquido residual) en cuanto a

la razón en masa. El vapor generado en esta etapa contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico y se extrae continuamente a la tubería 17 (tubería de descarga de corriente de vapor) del evaporador 2. Una porción de la corriente de vapor extraída del evaporador 2 se introduce de manera continua al condensador 2a, y otra porción de la corriente de vapor se introduce de manera continua a la siguiente columna de destilación 3 a través de la tubería 21. La concentración de ácido acético de la corriente de vapor es, por ejemplo, del 50 al 85% en masa, preferiblemente del 55 al 75% en masa. La corriente de líquido residual generada en esta etapa contiene, por ejemplo, el catalizador y el cocatalizador (yoduro de metilo, yoduro de litio) contenido en la mezcla de reacción y agua, acetato de metilo, ácido acético, ácido fórmico, ácido propiónico que queda sin volatilizarse en esta etapa y se introduce de manera continua al intercambiador de calor 2b del evaporador 2 a través de la tubería 18 utilizando la bomba 57. El intercambiador de calor 2b enfría la corriente del líquido residual del evaporador 2. La corriente de líquido residual enfriada se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 desde el intercambiador de calor 2b a través de la tubería 19 y se recircula. La tubería 18 y la tubería 19 se denominan en conjunto tuberías de recirculado de la corriente de líquido residual. La concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, del 55 al 90% en masa, preferiblemente del 60 al 85% en masa.

El condensador 2a separa la corriente de vapor del evaporador 2 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico, y se introduce al recipiente de reacción 1 desde el condensador 2a a través de las tuberías 22 y 23 y se recircula. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico, y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 2a a través de las tuberías 20 y 15. Ya que la reacción para producir ácido acético en la etapa de reacción que se mencionó anteriormente es una reacción exotérmica, una porción del calor acumulado en la mezcla de reacción se transfiere al vapor generado de la mezcla de reacción en la etapa de evaporación (etapa instantánea). La porción del condensado generada por el enfriamiento de este vapor en el condensador 2a se recircula al recipiente de reacción 1. Específicamente, en este aparato de producción del ácido acético, el calor generado a través de la reacción de carbonilación de metanol se retira eficazmente en el condensador 2a.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de evaporación que usa el evaporador 2 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. En este caso, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 4 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, en particular preferiblemente no más de 0,8 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 3 kPa, particularmente no más de 1 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es preferiblemente no menos de 112°C, más preferiblemente no menos de 120°C, en particular preferiblemente no menos de 130°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 260°C, preferiblemente 200°C, más preferiblemente 180°C (o 170°C o 160°C).

En la etapa de evaporación que satisface las condiciones de funcionamiento (ii), la mezcla de carga para el evaporador 2 puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, del 50 al 90% en masa (preferiblemente del 60 al 80% en masa), una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de, por ejemplo, de 200 a 10000 ppm en masa (preferiblemente de 300 a 5000 ppm en masa, y más preferiblemente de 400 a 2000 ppm en masa), una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, el 1 al 20% en masa (preferiblemente del 5 al 15% en masa), una concentración de yoduro iónico de, por ejemplo, el 1 al 25% en masa (preferiblemente, del 5 al 20% en masa), una concentración de agua, por ejemplo, del 0,1 al 15% en masa (preferiblemente del 0,8 al 10% en masa), una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, el 0,1 al 30% en masa (preferiblemente del 1 al 10% en masa), y una concentración de ácido fórmico de, por ejemplo, 10000 ppm en masa o menos (preferiblemente de 0 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa). La etapa de evaporación que utiliza el evaporador 2 satisface las condiciones de funcionamiento, por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en el evaporador 2. Además, cuando se introduce un líquido que contiene ácido fórmico en el evaporador 2, el ácido fórmico se descompone eficazmente.

La columna de destilación 3 es una unidad para realizar la primera etapa de destilación y sirve como la columna de retirada de componentes con punto de ebullición inferior en la presente realización. La primera etapa de destilación es la etapa de someter la corriente de vapor introducida de manera continua a la columna de destilación 3 para tratamiento de destilación para separar o retirar los componentes con punto de ebullición inferior. Más específicamente, en la primera etapa de destilación, la corriente de vapor se separa por destilación en una corriente superior rica en al menos un componente con punto de ebullición inferior seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído, y una corriente de ácido acético rica en ácido acético. La columna de destilación 3 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de placas o una columna de relleno. En el caso de adoptar una columna de placas como la columna de destilación 3, el número teórico de placas de la misma es, por ejemplo, de 5 a 50, y la razón de reflujo es, por ejemplo, de 0,5 a 3000 según el número teórico de placas. En el

interior de la columna de destilación 3, la presión de la parte superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de 80 a 160 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de la columna es más alta que la presión de la parte superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de 85 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 3, la temperatura de la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión de la parte superior de la columna fijada y se ajusta de 90 a 130°C, y la temperatura de la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura de no menos del punto de ebullición del ácido acético en la presión de la parte inferior de la columna fijada y se ajusta de 120 a 165°C (preferiblemente de 125 a 160°C).

La corriente de vapor del evaporador 2 se introduce de manera continua a la columna de destilación 3 a través de la tubería 21. Desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 3, un vapor como la corriente superior se extrae de manera continua a la tubería 24. Desde la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3, una fracción inferior se extrae de manera continua a la tubería 25. 3b indica un recalentador. Desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3, la corriente de ácido acético (primera corriente de ácido acético; líquido) como corriente lateral se extrae de manera continua a través de la tubería 27.

El vapor extraído de la parte superior de la columna de la columna de destilación 3 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición inferior (componentes con punto de ebullición inferior) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Este vapor también contiene ácido acético. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 3a a través de la tubería 24.

El condensador 3a separa el vapor de la columna de destilación 3 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico, y se introduce de manera continua al decantador 4 desde el condensador 3a a través de la tubería 28. La porción del condensado introducida al decantador 4 se separa en una fase acuosa (fase superior) y una fase orgánica (fase de yoduro de metilo; fase inferior). La fase acuosa contiene agua y, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. La fase orgánica contiene, por ejemplo, yoduro de metilo y, por ejemplo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. En la presente realización, una porción de la fase acuosa se somete a reflujo en la columna de destilación 3 a través de la tubería 29, y otra porción de la fase acuosa se introduce al recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 29, 30 y 23, y se recircula. Una porción de la fase orgánica se introduce en el recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 31 y 23 y se recircula. Otra porción de la fase orgánica y/o una porción restante de la fase acuosa se introduce al sistema de separación y retirada de acetaldehído 9 a través de las tuberías 31 y 50 y/o las tuberías 30 y 51.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna de retirada de componentes con punto de ebullición inferior) 3 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. En este caso, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 4 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 8 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, en particular preferiblemente no más de 1 kPa. El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es preferiblemente de no menos de 112°C, más preferiblemente no menos de 114°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, más preferiblemente 150°C, (o 140°C o 130°C).

En el caso en el que la etapa de destilación que utiliza la columna de destilación (columna de retirada de componentes con punto de ebullición inferior) 3 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii), la mezcla de carga para la columna de destilación 3 puede tener una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa). Además, la mezcla de carga para la columna de destilación 3 tiene una concentración de ácido acético de preferiblemente el 40 al 85% en masa (por ejemplo, del 50 al 85% en masa), y más preferiblemente del 50 al 75% en masa (por ejemplo, del 55 al 75% en masa), una concentración de yoduro de metilo de preferiblemente el 2 al 50% en masa (por ejemplo, del 5 al 30% en masa), una concentración de agua de preferiblemente el 0,2 al 20% en masa (por ejemplo, del 1 al 15% en masa), una concentración de acetato de metilo preferiblemente del 0,2 al 50% en masa (por ejemplo, del 2 al 30% en masa), y una concentración de ácido fórmico de preferiblemente 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, particularmente de 15 a 200 ppm en masa, en particular de 20 a 100 ppm en masa). La etapa de destilación que utiliza la columna de destilación 3 satisface las condiciones de funcionamiento (ii), por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en la columna de destilación 3. Además, cuando se alimenta un líquido que contiene ácido fórmico a la columna de destilación 3, el ácido fórmico se descompone eficazmente.

En la etapa de retirada y separación de acetaldehído utilizando el sistema de retirada y separación de acetaldehído 9, el acetaldehído contenido en la fase orgánica y/o la fase acuosa se separa y se retira por un método conocido en la técnica, por ejemplo, destilación, extracción o una combinación de los mismos. El acetaldehído separado se descarga a la parte exterior del aparato a través de la tubería 53. Los componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo) contenidos en la fase orgánica y/o la fase acuosa se recirculan al recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 52 y 23 y se reutilizan.

La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo del sistema de retirada y separación de acetaldehído. Según este flujo, en el caso de tratar, por ejemplo, la fase orgánica en la etapa de retirada y separación de acetaldehído, la fase orgánica se alimenta a una columna de destilación (primera columna de retirada de acetaldehído) 91 a través de una tubería 101 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (tubería 102) y una corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo (tubería 103). La corriente superior se condensa en un condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 91 (tubería 104), y la porción restante del condensado se alimenta a una columna de extracción 92 (tubería 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento de extracción con agua introducida desde una tubería 109. El extracto obtenido por el tratamiento de extracción se alimenta a una columna de destilación (segunda columna de retirada de acetaldehído) 93 a través de una tubería 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (tubería 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (tubería 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en un condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 93 (tubería 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (tubería 115). La corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo, que es una fracción inferior de la primera columna de retirada de acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (tubería 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 retirada de acetaldehído 93 se recirculan al recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 103, 111 y 113, respectivamente, o se recirculan a un área apropiada del procedimiento y se reutilizan. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, puede recircularse a la columna de destilación 91 a través de una tubería 110. El líquido de la tubería 113 por lo general se descarga a la parte exterior como descarga de agua. Un gas que no se ha condensado en el condensador 91a o 93a (tubería 106 o 116) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

Según el flujo de la figura 2, en el caso de tratar la fase acuosa en la etapa de retirada y separación de acetaldehído, por ejemplo, la fase acuosa se alimenta a la columna de destilación (primera columna de retirada de acetaldehído) 91 a través de la tubería 101 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (tubería 102) y una corriente de líquido residual rica en agua (tubería 103). La corriente superior se condensa en el condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 91 (tubería 104), y la porción restante del condensado se alimenta a la columna de extracción 92 (tubería 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento de extracción con agua introducida desde la tubería 109. El extracto obtenido por el tratamiento de extracción se alimenta a la columna de destilación (segunda columna de retirada de acetaldehído) 93 a través de la tubería 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (tubería 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (tubería 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en el condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 93 (tubería 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (tubería 115). La corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la primera columna de retirada de acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (tubería 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 retirada de acetaldehído 93 se recirculan al recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 103, 111 y 113, respectivamente, o se recirculan a un área apropiada del procedimiento y se reutilizan. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, puede recircularse a la columna de destilación 91 a través de la tubería 110. El líquido de la tubería 113 por lo general se descarga a la parte exterior como descarga de agua. Un gas que no se ha condensado en el condensador 91a o 93a (tubería 106 o 116) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

El acetaldehído derivado de la corriente del procedimiento que contiene al menos el agua, el ácido acético (AC), el yoduro de metilo (MeI) y el acetaldehído (AD) también puede separarse y retirarse por el uso de destilación por extracción, además del método descrito anteriormente. Por ejemplo, la fase orgánica y/o fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente del procedimiento se alimenta a una columna de destilación (columna de destilación por extracción). Además, un disolvente de extracción (por lo general, agua) se introduce a una zona de concentración (por ejemplo, separación de la parte superior de la columna a la posición de alimentación de la mezcla de carga) en donde el yoduro de metilo y acetaldehído en la columna de destilación se concentran. Un líquido (extracto) que cae desde la zona de concentración se extrae como corriente lateral (corriente de corte lateral). Esta corriente lateral se separa en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa puede destilarse para de este modo descargar el acetaldehído a la parte exterior del sistema. En el caso en el que una cantidad relativamente grande del agua está presente en la columna de destilación, el líquido que cae de la zona de

concentración puede extraerse como corriente lateral sin introducir el disolvente de extracción a la columna de destilación. Por ejemplo, una unidad (bandeja de chimenea) que puede recibir el líquido (extracto) que cae de la zona de concentración se coloca en esta columna de destilación de manera que un líquido (extracto) recibido por esta unidad puede extraerse como corriente lateral. La posición de introducción del disolvente de extracción es preferiblemente superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga, más preferiblemente cerca de la parte superior de la columna. La posición de extracción de la corriente lateral es preferiblemente más baja que 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 altura de la columna. Según este método, el acetaldehído puede extraerse con una concentración alta de un concentrado de yoduro de metilo y el acetaldehído utilizando un disolvente de extracción (por lo general, agua). Además, la región entre el sitio de introducción del disolvente de extracción y el sitio de corte lateral se utiliza como una zona de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído puede extraerse eficazmente con una pequeña cantidad del disolvente de extracción. Por lo tanto, por ejemplo, el número de placas en la columna de destilación puede disminuir de manera drástica en comparación con un método para extraer un extracto por destilación por extracción desde la parte inferior de la columna de la columna de destilación (columna de destilación por extracción). Además, la carga de vapor también puede reducirse. Además, la razón del yoduro de metilo con respecto a acetaldehído (razón MeI/AD) en un extracto de agua puede disminuir en comparación con un método para combinar la destilación por retirada de aldehído de la figura 2 con una extracción de agua utilizando una pequeña cantidad de un disolvente de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído puede retirarse en condiciones que pueden suprimir una pérdida de yoduro de metilo a la parte exterior del sistema. La concentración de acetaldehído en la corriente lateral es mucho más alta que la concentración de acetaldehído en la mezcla de carga y la fracción inferior (fracción de la parte inferior de la columna). La razón de acetaldehído con respecto a yoduro de metilo en la corriente lateral es más grande que la razón de acetaldehído con respecto 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 puede recircularse a esta columna de destilación. En este caso, la posición de recirculado de la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral es preferiblemente más baja que la posición de extracción de la corriente lateral y preferiblemente más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. Un disolvente miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente de procedimiento puede introducirse a esta columna de destilación (columna de destilación por extracción). Los ejemplos del disolvente miscible incluyen ácido acético y acetato de etilo. La posición de introducción del disolvente miscible es preferiblemente más baja que la posición de extracción de la corriente lateral y preferiblemente más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. Además, la posición de introducción del disolvente miscible es preferiblemente inferior a una posición de recirculado en el caso en el que la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recircula a esta columna de destilación. La fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recircula a la columna de destilación, o el disolvente miscible se introduce a la columna de destilación, por lo que la concentración del acetato de metilo en la extracción del extracto como la corriente lateral puede disminuir, y la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa obtenida por la separación del extracto puede reducirse. Por lo tanto, la contaminación de la fase acuosa con yoduro de metilo puede suprimirse.

El número teórico de las placas de la columna de destilación (columna de destilación por extracción) es, por ejemplo, de 1 a 100, preferiblemente de 2 a 50, además preferiblemente de 3 a 30, en particular preferiblemente de 5 a 20. El acetaldehído puede separarse y retirarse eficazmente por un número más pequeño de placas que de 80 a 100 placas en una columna de destilación o una columna de destilación por extracción para su uso en la retirada convencional de acetaldehído. La razón en masa entre la velocidad de flujo del disolvente de extracción y la velocidad de flujo de la mezcla de carga (la fase orgánica y/o la fase acuosa obtenida por la separación de la corriente del procedimiento) (anterior/posterior) puede seleccionarse de la escala de 0,0001/100 a 100/100 y por lo general es de 0,0001/100 a 20/100, preferiblemente de 0,001/100 a 10/100, más preferiblemente de 0,01/100 a 8/100, además preferiblemente de 0,1/100 a 5/100. La temperatura de la parte superior de la columna de destilación (columna de destilación por extracción) es, por ejemplo, 15 a 120°C, preferiblemente 20 a 90°C, más preferiblemente 20 a 80°C, además preferiblemente 25 a 70°C. La presión de la parte superior de la columna es, en el orden de, por ejemplo, de 0,1 a 0,5 MPa en cuanto a la presión absoluta. Otras condiciones para la columna de destilación (columna de destilación por extracción) pueden ser las mismas como aquéllas para una columna de destilación o una columna de destilación por extracción para su uso en la retirada de acetaldehído convencional.

La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo del sistema de retirada y separación de acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita anteriormente. En este ejemplo, la fase orgánica y/o la fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente del procedimiento se alimenta a una parte intermedia (posición entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna) de una columna de destilación 94 a través de una tubería de alimentación 201, mientras se introduce agua a la misma desde cerca de la parte superior de la columna a través de una tubería 202 de manera que la destilación por extracción se realice en la columna de destilación 94 (columna de destilación por extracción). Una bandeja de chimenea 200 para recibir un líquido (extracto) que cae de una zona de concentración en donde se concentran el yoduro de metilo y acetaldehído en la columna se coloca superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga de la columna de destilación 94. En esta destilación por extracción, preferiblemente toda la cantidad, del líquido en la bandeja de chimenea 200 se extrae, se introduce a un decantador 95 a través de una tubería 208, y se separa. La fase acuosa (que contiene acetaldehído) en el decantador 95 se introduce a un enfriador 95a a través de una tubería 212 y se enfría de manera

- que el yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa se separe en 2 fases en un decantador 96. La fase acuosa en el decantador 96 se alimenta a una columna de destilación 97 (columna de retirada de acetaldehído) a través de una tubería 216 y se destila. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 97a a través de una tubería 217 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, acetaldehído y yoduro de metilo) se somete a reflujo en la parte superior de la 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 por extracción) a través de una tubería 220. El agua se introduce a la misma desde cerca de la parte superior de la columna de destilación 98 a través de una tubería 222, seguido por destilación por extracción. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 98a a través de una tubería 223 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, yoduro de metilo) se somete a reflujo en la parte superior de la columna, y la porción restante se recircula al sistema de reacción a través de una tubería 226, pero puede descargarse desde fuera del sistema. Preferiblemente toda la cantidad, de la fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en el decantador 95 se recircula por debajo de la posición de la bandeja de chimenea 200 de la columna de destilación 94 a través de las tuberías 209 y 210. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 y la fase orgánica del decantador 96 se recirculan a la columna de destilación 94 a través de las tuberías 213 y 210 y las tuberías 214 y 210, respectivamente, pero no pueden recircularse. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 puede usarse como un disolvente de extracción (agua) en la columna de destilación 94. Una porción de la fase acuosa del decantador 96 puede recircularse a la columna de destilación 94 a través de la tubería 210. En algunos casos (por ejemplo, el caso en el que el acetato de metilo está contenido en la mezcla de carga) un disolvente (ácido acético, acetato de etilo) miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente del procedimiento puede alimentarse a la columna de destilación 94 a través de una tubería 215 para de este modo mejorar la eficiencia de la destilación. La posición de alimentación del disolvente miscible a la columna de destilación 94 es superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga (unión de la tubería 201) e inferior a la unión de la tubería de recirculado 210. Una fracción de la parte inferior de la columna de destilación 94 se recircula al sistema de reacción. Un vapor en la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 se conduce a un condensador 94a a través de una tubería 203 y se condensa. El condensado se separa en un decantador 99. La fase orgánica se somete a reflujo a la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 a través de una tubería 206, mientras que la fase acuosa se conduce al decantador 95 a través de una tubería 207. Una fracción inferior (el agua es un componente principal) de la columna de destilación 97 y una fracción inferior (el agua que contiene una pequeña cantidad de acetaldehído) de la columna de destilación 98 (columna de destilación por extracción) se descargan a la parte exterior del sistema a través de las tuberías 218 y 224, respectivamente, o se recirculan al sistema de reacción. Un gas que no se ha condensado en el condensador 94a, 97a o 98a (tubería 211, 221 o 227) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.
- La figura 4 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de retirada y separación de acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita anteriormente. En este ejemplo, un condensado de un vapor de la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 se conduce a un tanque de retención 100, y toda la cantidad del mismo se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 a través de la tubería 206. Los otros puntos son los mismos como en el ejemplo de la figura 3.
- La figura 5 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de retirada y separación de acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita anteriormente. En este ejemplo, toda la cantidad de un líquido en la bandeja de chimenea 200 se extrae, se introduce directamente al enfriador 95a a través de la tubería 208 sin el medio del decantador 95, se enfría, y se alimenta al decantador 96. Los otros puntos son los mismos como en el ejemplo de la figura 4.
- En la figura 1 descrita anteriormente, la porción gaseosa generada en el condensador 3a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico, y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 3a a través de las tuberías 32 y 15. Por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico en la porción gaseosa que ha entrado al sistema de depuración 8 se absorben en un líquido de absorción en el sistema de depuración 8. El yoduro de hidrógeno genera yoduro de metilo a través de la reacción con metanol o acetato de metilo en el líquido de absorción. Luego, una porción de líquido que contiene los componentes útiles tales como yoduro de metilo se recircula en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las tuberías de recirculado 48 y 23 y se reutiliza.
- La fracción inferior extraída de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3 contiene una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición superior (componentes con punto de ebullición superior) que el del ácido acético en comparación con la corriente superior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico, y el catalizador arrastrado y el cocatalizador mencionados anteriormente. Esta fracción inferior también contiene, por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo y agua. En la presente realización, una porción de dicha fracción inferior se introduce de manera continua al evaporador 2 a través de las tuberías 25 y 26 y se recircula, y otra porción de la fracción inferior se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 a través de las tuberías 25 y 23 y se recircula.

La primera corriente de ácido acético que se extrae de manera continua como una corriente lateral de la columna de destilación 3 está más enriquecida con ácido acético que la corriente de vapor introducida de manera continua a la columna de destilación 3. Específicamente, la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es más alta 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, del 90 al 99,9% en masa, preferiblemente del 93 al 99% en masa. Además, la primera corriente de ácido acético puede contener, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico y ácido propiónico. La posición de conexión de la tubería 27 a la columna de destilación 3 puede ser, como se muestra en el dibujo, más alta que la posición de conexión de la tubería 21 a la columna de destilación 3 en la dirección de altura de la columna de destilación 3, pero puede ser más baja que la posición de conexión de la tubería 21 a la columna de destilación 3 o puede ser igual a la posición de conexión de la tubería 21 a la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada a la siguiente columna de destilación 5 a través de la tubería 27. La primera corriente de ácido acético extraída como corriente lateral de la columna de destilación 3, fracción de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3 o condensado del vapor en la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3 puede utilizarse directamente como ácido acético producto o puede introducirse directa y continuamente 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 tubería 27, puede alimentarse o añadirse hidróxido de potasio a través de la tubería 55 (tubería de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse, por ejemplo, como una disolución tal como una disolución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuir por la alimentación o adición del 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 adjudicable al yoduro de hidrógeno. En este procedimiento, el hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse a un sitio apropiado en donde está presente el yoduro de hidrógeno. El hidróxido de potasio añadido durante el procedimiento también reacciona con ácido acético para formar acetato de potasio.

La columna de destilación 5 es una unidad para realizar la segunda etapa de destilación y sirve como la columna de deshidratación así denominada en la presente realización. La segunda etapa de destilación es una etapa para purificar además el ácido acético por tratamiento de destilación de la primera corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 5. La columna de destilación 5 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de placas o una columna de relleno. En el caso de adoptar una columna de placas como la columna de destilación 5, el número teórico de placas de la misma es, por ejemplo, de 5 a 50, y la razón de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3000 según el número teórico de placas. En el interior de la columna de destilación 5 en la segunda etapa de destilación, la presión de la parte superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de 150 a 250 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de la columna es más alta que la presión de la parte superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de 160 a 290 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 5 en la segunda etapa de destilación, la temperatura de la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del agua y menor al punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte superior de la columna fijada y se ajusta de 130 a 160°C, y la temperatura de la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura no menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión de la parte inferior de la columna fijada y se ajusta de 150 a 175°C.

Un vapor como una corriente superior se extrae de manera continua a la tubería 33 desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 5. Una fracción inferior se extrae de manera continua a la tubería 34 desde la parte inferior de la columna de la columna de destilación 5. 5b indica un recalentador. Una corriente lateral (líquido o gas) puede extraerse de manera continua a la tubería 34 desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna de destilación 5.

El vapor extraído de la parte superior de la columna de la columna de destilación 5 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición inferior (componentes con punto de ebullición inferior) que el del ácido acético en comparación con la fracción de la parte inferior de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 5a a través de la tubería 33.

El condensador 5a separa el vapor de la columna de destilación 5 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, agua y ácido acético. Una porción de la porción del condensado se somete a reflujo de manera continua a la columna de destilación 5 desde el condensador 5a a través de la tubería 35. Otra porción de la porción del condensado se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 desde el condensador 5a a través de las tuberías 35, 36 y 23 y se recircula. La porción gaseosa generada en el condensador 5a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico, y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 5a a través de las tuberías 37 y 15. El yoduro de hidrógeno en la porción gaseosa que ha entrado al sistema de depuración 8 se absorbe a un líquido de absorción en el sistema de depuración 8. El yoduro

de metilo se genera a través de la reacción del yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo en el líquido de absorción. Luego, una porción de líquido que contiene los componentes útiles tales como yoduro de metilo se recircula en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las tuberías de recirculado 48 y 23 y se reutiliza.

- 5 La fracción inferior (o la corriente lateral) extraída de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 5 contiene una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición superior (componentes con punto de ebullición superior) que el del ácido acético en comparación con la corriente superior de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico, acetato de potasio (en el caso de alimentar hidróxido de potasio a la tubería 27), y el catalizador arrastrado y cocatalizador mencionados anteriormente. Esta fracción inferior también puede contener ácido acético. Dicha fracción inferior se introduce de manera continua en forma de la segunda corriente de ácido acético a la siguiente columna de destilación 6 a través de la tubería 34.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna de deshidratación) 5 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. En este caso, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 5 kPa, más preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa (por ejemplo, no más de 0,5 kPa). El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es preferiblemente de no menos de 120°C, más preferiblemente no menos de 130°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 170°C, preferiblemente 165°C, más preferiblemente 160°C, aun más preferiblemente 155°C.

En el caso en el que la etapa de destilación que utiliza la columna de destilación (columna de deshidratación) 5 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii), la mezcla de carga para la columna de destilación 5 puede tener una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa). Además, la mezcla de carga para la columna de destilación 5 tiene una concentración de ácido acético de preferiblemente el 80 al 99,9% en masa (por ejemplo, del 90 al 99,9% en masa, particularmente, del 93 al 99% en masa), una concentración de yoduro de metilo de preferiblemente el 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, en particular, del 0,2 al 5% en masa), una concentración de agua de preferiblemente el 0,05 al 18% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, en particular, del 0,2 al 5% en masa), una concentración de acetato de metilo de preferiblemente el 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, particularmente, del 0,2 al 5% en masa), y una concentración de ácido fórmico de preferiblemente 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, particularmente de 15 a 200 ppm en masa, particularmente de 20 a 100 ppm en masa). La etapa de destilación que utiliza la columna de destilación 5 satisface las condiciones de funcionamiento (ii), por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en la columna de destilación 5. Además, cuando se alimenta un líquido que contiene ácido fórmico a la columna de destilación 5, el ácido fórmico se descompone eficazmente.

La segunda corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético introducida continuamente a la columna de destilación 5. Específicamente, la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es más alta 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, del 99,1 al 99,99% en masa siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. Además, la segunda corriente de ácido acético puede contener, tal como se describió anteriormente, además del ácido acético, por ejemplo, ácido propiónico y yoduro de hidrógeno. En la presente realización, en el caso de extraer una corriente lateral, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 5 es más baja que la posición de introducción de la primera corriente de ácido acético a la columna de destilación 5 en la dirección de altura de la columna de destilación 5.

A la segunda corriente de ácido acético que fluye a través de la tubería 34, puede alimentarse o añadirse hidróxido de potasio a través de la tubería 56 (tubería de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio puede alimentarse o añadirse, por ejemplo, como una disolución tal como una disolución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético puede disminuir por la alimentación o adición del 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 adjudicable al yoduro de hidrógeno.

La columna de destilación 6 es una unidad para realizar la tercera etapa de destilación y sirve como la así denominada columna de retirada de componentes con punto de ebullición superior en la presente realización. La tercera etapa de destilación es una etapa para purificar además el ácido acético por tratamiento de purificación de la segunda corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 6. La columna de destilación 6 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de placas o una columna

de relleno. En el caso de adoptar una columna de placas como la columna de destilación 6, el número teórico de placas de la misma es, por ejemplo, de 5 a 50, y la razón de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3000 según el número teórico de placas. En el interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la presión de la parte superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de la columna es más alta que la presión de la parte superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -90 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 6 en la tercera etapa de destilación, la temperatura de la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del agua y menor al punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150°C, y la temperatura de la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160°C.

Un vapor como una corriente superior se extrae de manera continua a la tubería 38 desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 6. Una fracción inferior se extrae de manera continua a la tubería 39 desde la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6. 6b indica un recalentador. Una corriente lateral (líquido o gas) se extrae manera continua a la tubería 46 desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6. La posición de conexión de la tubería 46 a la columna de destilación 6 puede ser, como se muestra en el dibujo, más alta que la posición de conexión de la tubería 34 a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6, pero puede ser más baja que la posición de conexión de la tubería 34 a la columna de destilación 6 o puede ser igual a la posición de conexión de la tubería 34 a la columna de destilación 6.

El vapor extraído de la parte superior de la columna de la columna de destilación 6 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición inferior (componentes con punto de ebullición inferior) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 6 y contiene, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 6a a través de la tubería 38.

El condensador 6a separa el vapor de la columna de destilación 6 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol y ácido fórmico. Al menos una porción de la porción del condensado se somete a reflujo de manera continua a la columna de destilación 6 desde el condensador 6a a través de la tubería 40. Una porción (destilado) de la porción del condensado puede recircularse a la primera corriente de ácido acético en la tubería 27 antes de la introducción a la columna de destilación 5 desde el condensador 6a a través de las tuberías 40, 41 y 42. Junto con esto o en lugar de esto, una porción (destilado) de la porción del condensado puede recircularse a la corriente de vapor en la tubería 21 antes de la introducción a la columna de destilación 3 desde el condensador 6a a través de las tuberías 40, 41 y 43. Además, una porción (destilado) de la porción del condensado puede recircularse al recipiente de reacción 1 desde el condensador 6a a través de las tuberías 40, 44 y 23. Además, tal como se mencionó anteriormente, una porción del destilado del condensador 6a puede alimentarse al sistema de depuración 8 y usarse como un líquido de absorción en este sistema. En el sistema de depuración 8, una porción gaseosa después de la absorción de una porción útil se descarga a la parte exterior del aparato. Luego, una porción de líquido que contiene los componentes útiles se introduce o se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las tuberías de recirculado 48 y 23 y se reutiliza. Además, una porción del destilado del condensador 6a puede conducir a diversas bombas (no se muestran) operadas en el aparato, a través de tuberías (no se muestran) y se utilizan como disoluciones de sellado en estas bombas. Además, una porción del destilado del condensador 6a puede extraerse de manera constante a la parte exterior del aparato a través de una tubería de extracción fija a la tubería 40, o puede extraerse de manera no constante a la parte exterior del aparato según sea necesario. En el caso en el que una porción (destilado) de la porción del condensado se retira del sistema de tratamiento por destilación en la columna de destilación 6, la cantidad del destilado (razón del destilado) es, por ejemplo, del 0,01 al 30% en masa, preferiblemente del 0,1 al 10% en masa, más preferiblemente del 0,3 al 5% en masa, más preferiblemente del 0,5 al 3% en masa, del condensado generado en el condensador 6a. Por otro lado, la porción gaseosa generada en el condensador 6a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído y ácido fórmico, y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 6a a través de las tuberías 45 y 15.

La fracción inferior extraída de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6 a través de la tubería 39 contiene una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición superior (componentes con punto de ebullición superior) que la del ácido acético en comparación con la corriente superior de la columna de destilación 6 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico y acetato de potasio (en el caso de alimentar hidróxido de potasio a la tubería 34). Además, la extracción de la fracción inferior de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6 a través de la tubería 39 también contiene, por ejemplo, un metal corroído tal como un metal formado en o liberado de 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 metal corroído. En la presente realización, dicha fracción inferior se descarga a la parte exterior del aparato de producción de ácido acético.

La corriente lateral extraída continuamente a la tubería 46 de la columna de destilación 6 se introduce de manera continua 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 más alta que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético es, por ejemplo, del 99,8 al 99,999% en masa siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. En la presente realización, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es más alta que la posición de introducción de la segunda corriente de ácido acético a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6. En otra realización, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es la misma que o más baja 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. Un simple destilador (evaporador) puede usarse en lugar de la columna de destilación 6. Además, la columna de destilación 6 puede omitirse siempre y cuando la retirada de las impurezas en la columna de destilación 5 se realice de manera adecuada.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna de retirada de componentes con punto de ebullición superior) 6 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. En este caso, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 5 kPa, más preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa (por ejemplo, no más de 0,5 kPa). El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es preferiblemente de no menos de 120°C, más preferiblemente no menos de 130°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, en particular preferiblemente 155°C.

En el caso en el que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna de retirada de componentes con punto de ebullición superior) 6 satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii), la mezcla de carga para la columna de destilación 6 tiene una concentración de ácido acético de preferiblemente el 99,1 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico preferiblemente de 5 a 9000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, más preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, particularmente de 20 a 100 ppm en masa). La etapa de destilación que utiliza la columna de destilación 6 satisface las condiciones de funcionamiento (ii), por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en la columna de destilación 6. Además, cuando se alimenta un líquido que contiene ácido fórmico a la columna de destilación 6, el ácido fórmico se descompone eficazmente.

La columna de resina de intercambio iónico 7 es una unidad de purificación para realizar la etapa de retirada por adsorción. Esta etapa de retirada por adsorción es una etapa para purificar más el ácido acético mediante la retirada por adsorción de, principalmente, yoduros de alquilo (yoduro de hexilo, yoduro de decilo) 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 los yoduros de alquilo se empaca en la columna para establecer un lecho de resina de intercambio iónico. Los ejemplos de dicha resina de intercambio iónico pueden incluir resinas de intercambio de cationes en donde una porción de los protones salientes en un grupo de intercambio tal como un grupo de ácido sulfónico, un grupo carboxilo o un grupo de ácido fosfónico se sustituye por un metal tal como plata o cobre. En la etapa de retirada por adsorción, por ejemplo, la tercera corriente de ácido acético (líquido) fluye a través de la parte interior de la columna de resina de intercambio iónico 7 empacada con dicha resina de intercambio iónico y en el transcurso de este flujo, las impurezas tales como yoduros de alquilo en la tercera corriente de ácido acético se adsorben a la resina de intercambio iónico y se retiran de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio iónico 7 en la etapa de retirada por adsorción, la temperatura interna es, por ejemplo, de 18 a 100°C, y la velocidad de la corriente de ácido acético [el rendimiento del ácido acético por m³ del volumen de la resina (m³/h)] es, por ejemplo, de 3 a 15 m³/h·m³ (volumen de la resina).

Una cuarta corriente del ácido acético se conduce de manera continua a la tubería 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 más alta 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 de la cuarta corriente de ácido acético es, por ejemplo, del 99,9 al 99,999% en masa o no menor que este intervalo siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. En este método de producción, esta cuarta corriente de ácido acético puede ser retenida en un tanque de producto (no se muestra).

En este aparato de producción de ácido acético, una columna del producto así denominada o columna de acabado

que es una columna de destilación puede disponerse como una unidad de purificación para purificar más la cuarta corriente de ácido acético de la columna de resina de intercambio iónico 7. En el caso en el que dicha columna del producto se dispone, la columna del producto consiste en, por ejemplo, una columna de destilación tal como una columna de placas o una columna de relleno. En el caso de adoptar una columna de placas como la columna del producto, el número teórico de placas de la misma es, por ejemplo, de 5 a 50, y la razón de reflujo es, por ejemplo, de 0,5 a 3000 según el número teórico de placas. En el interior de la columna del producto en la etapa de purificación, la presión de la parte superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión de la parte inferior de la columna es más alta que la presión de la parte superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -190 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna del producto, la temperatura de la parte superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del agua y menor al punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150°C, y la temperatura de la parte inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético a la presión de la parte inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160°C. Un simple destilador (evaporador) puede usarse en lugar de la columna del producto o la columna de acabado.

En el caso de disponer la columna del producto, toda o una porción de la cuarta corriente de ácido acético (líquido) de la columna de resina de intercambio iónico 7 se introduce continuamente a la columna del producto. Un vapor como una corriente superior que contiene una cantidad muy pequeña de los componentes con punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo agua, acetato de metilo, dimetil éter, crotonaldehído, acetaldehído y ácido fórmico) se extrae de manera continua de la parte superior de la columna de dicha columna del producto. Este vapor se separa en una porción del condensado y una porción gaseosa en un condensador predeterminado. Una porción de la porción del condensado se somete a reflujo de manera continua a la columna del producto, y otra porción de la porción del condensado puede recircularse al recipiente de reacción 1 o desecharse a la parte exterior del sistema, o ambos. La porción gaseosa se alimenta al sistema de depuración 8. Una fracción inferior que contiene una cantidad muy pequeña de componentes con punto de ebullición superior se extrae de manera continua de la parte inferior de la columna de la columna del producto. Esta fracción inferior se recircula a, por ejemplo, la segunda corriente de ácido acético en la tubería 34 antes de la introducción a la columna de destilación 6. Una corriente lateral (líquido) se extrae de manera continua como una quinta corriente de ácido acético desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna del producto. La posición de extracción de la corriente lateral de la columna del producto es más baja que, por ejemplo, la posición de introducción de la cuarta corriente de ácido acético a la columna del producto en la dirección de altura de la columna del 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 del producto. Específicamente, la concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es, por ejemplo, del 99,9 al 99,999% en masa o no menor que este intervalo siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. Esta quinta corriente de ácido acético se retiene en, por ejemplo, un tanque del producto (no se muestra). La columna de resina de intercambio iónico 7 puede colocarse aguas abajo de la columna del producto en lugar de (o además de) su colocación aguas abajo de la columna de destilación 6 para tratar la corriente de ácido acético de la columna del producto.

En la presente invención, se prefiere que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna del producto) satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii) que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. En este caso, la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa. El límite inferior de la presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) es de 0 kPa. La presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es preferiblemente de no más de 5 kPa, más preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa (por ejemplo, no más de 0,5 kPa). El límite inferior de la presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) es de 0 kPa. La temperatura de funcionamiento es preferiblemente de no menos de 120°C, más preferiblemente no menos de 130°C. El límite superior de la temperatura de funcionamiento es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, más preferiblemente 155°C.

En el caso en el que la etapa de destilación que usa la columna de destilación (columna del producto) satisfaga las condiciones de funcionamiento (ii), la mezcla de carga para la columna de destilación (columna del producto) tiene una concentración de ácido acético de preferiblemente el 99,8 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de preferiblemente 5 a 2000 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 5 a 100 ppm en masa). La etapa de destilación que utiliza la columna de destilación (columna del producto) satisface las condiciones de funcionamiento (ii), por lo que se suprime la formación de ácido fórmico en la columna de destilación (columna del producto). Además, cuando un líquido que contiene ácido fórmico se alimenta a la columna de destilación (columna del producto), el ácido fórmico se descompone eficazmente.

En las realizaciones descritas anteriormente, se prefiere que, tal como se mencionó anteriormente, el tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) sea de no menos de 1 minuto (por ejemplo, no menos de 5 minutos, particularmente, no menos de 10 minutos). El límite superior del tiempo de retención es, por ejemplo, de 2 horas, preferiblemente 1 hora.

Además, una disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 10000 ppm en masa, preferiblemente de 15 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 20 a 200 ppm en masa) puede recircularse a una etapa que satisface (iii) las condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de menos de 500 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C. Los ejemplos de la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (iii) incluyen la etapa de reacción, la etapa de evaporación y las etapas de destilación (por ejemplo, la etapa de retirada de los componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación). La etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (iii) incluye la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii). La disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa se recircula a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (iii), de modo que el ácido fórmico contenido en la disolución de procedimiento se descompone eficazmente en esta etapa.

Además, una fracción de la columna superior de la columna de destilación en al menos una etapa de destilación, por ejemplo, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior o la etapa del producto pueden recircularse a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii). Los ejemplos de la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) incluyen la etapa de reacción, la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación. En este caso, se prefiere que la etapa a la que se recircula la fracción de la columna superior de la columna de destilación sea la etapa de reacción o sea la etapa de evaporación o una etapa de destilación (por ejemplo, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación o la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior) colocada aguas arriba de la etapa de destilación asociada con la columna de destilación.

Ejemplos

A continuación en el presente documento, la presente invención se describirá en más detalle con referencia a los ejemplos. Sin embargo, la presente invención no pretende limitarse por estos ejemplos. Sólo los ejemplos 1 a 3, y 5 a 18 son según la presente invención. El ejemplo 4 es un ejemplo de referencia. "MeI" representa yoduro de metilo, y "MA" representa acetato de metilo. En el análisis de la composición de una porción de fase líquida, se midió la concentración de agua mediante el método de determinación de agua de Karl Fischer; se midió una concentración de ácido fórmico mediante cromatografía líquida; se midió una concentración de rodio mediante análisis de ICP (o análisis de adsorción atómica); en cuanto a la concentración de yoduro de litio, se midió el Li mediante análisis de ICP y se midió el yodo mediante análisis de valoración electrométrica; y las concentraciones de otros componentes se midieron por cromatografía de gases. La presión parcial de cada componente gaseoso en una porción de fase gaseosa se calculó a partir de la presión total y cada concentración de componente de gas se midió mediante cromatografía de gases. Las unidades "%" y "ppm" significan "% en masa" y "ppm en masa", respectivamente.

Ejemplo comparativo 1

Se alimentaron el 10% de MeI, el 4% de MA, el 2,5% de agua, el 15% de LiI, 500 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio ($[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]$) y ácido acético como resto como materias primas en la composición de introducción inicial a un autoclave de zirconio de 1000 ml. Después de purgar con N_2 (manteniendo a una presión atmosférica de N_2), se alimentaron H_2 , CO_2 y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H_2 de 510 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO_2 de 70 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 1,6 MPa (presión absoluta). Se mantuvo el autoclave durante 30 minutos con la temperatura mantenida a 180°C en un baño de aceite. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 88 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al inicio del experimento, después de 8 minutos en el experimento, y a la finalización del experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo comparativo 2

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 10% de MeI, el 5% de MA, el 2,5% de agua, el 15% de LiI, 500 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio ($[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]$) y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; se alimentaron H_2 , CO_2 y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H_2 de 510 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO_2 de 70 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 1,5 MPa (presión absoluta); y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 170°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 102 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y después de 9 minutos en el experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo comparativo 3

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 40% de Mel, el 5% de MA, el 2% de agua, 52 ppm de ácido fórmico y el ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 10 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 20 kPa (presión absoluta); y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 100°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 49 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y a la finalización del experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo comparativo 4

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 50% de agua, el 5% de Mel, el 5% de MA, 50 ppm de ácido fórmico y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 2 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 10 kPa (presión absoluta); y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 100°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 48 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo comparativo 5

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 0,2% de agua, 51 ppm de ácido fórmico y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 1 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 1 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 10 kPa (presión absoluta); y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 100°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 50 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo comparativo 6

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 1,0% de Mel, el 1,1% de MA, el 2,3% de agua, el 19,5% de Lil, 670 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio ([Rh(CO)₂I₂]⁻), 50 ppm de ácido fórmico y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 5,3 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 23 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 0,004 MPa (presión absoluta); y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 145°C durante 5 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 49 ppm. La concentración de MA fue del 1,0% y, por lo tanto, apenas se modificó. No hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 1

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1, excepto que: se alimentaron el 10% de Mel, el 4% de MA, el 2,5% de agua, el 15% de Lil, 500 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio ([Rh(CO)₂I₂]⁻) y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; y se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 105 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 69 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 1,6 MPa (presión absoluta). Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 48 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y después de 8 minutos en el experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 2

Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo 1, excepto que: se alimentaron el 10% de Mel, el 4% de MA, el 2% de agua, el 15% de Lil, 500 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio

5 ([Rh(CO)₂I₂]) y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; y se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 50 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 65 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 1,6 MPa (presión absoluta). Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 35 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y después de 6 minutos en el experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 3

10 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo 1, excepto que: se alimentaron el 10% de MeI, el 4% de MA, el 2% de agua, el 15% de Lil, 500 ppm (en cuanto al metal) de un catalizador de complejo de rodio ([Rh(CO)₂I₂]) y ácido acético como resto como la composición de introducción inicial; y se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 20 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 60 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 1,6 MPa (presión absoluta). Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 28 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y después de 5 minutos en el experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 4 (ejemplo de referencia)

20 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 1 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 188°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 21 ppm. Aunque la concentración de MA se redujo al 0,1%, no hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y después de 8 minutos en el experimento, y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 5

30 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 3 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 110°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 45 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 6

35 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 4 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 110°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 43 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 7

45 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 5 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 110°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 44 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 8

50 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 3 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 120°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 38 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 9

5 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 4 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 120°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 32 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 10

10 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 5 excepto que se mantuvo el autoclave a una temperatura de 120°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 36 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 11

15 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 5, excepto que: en la composición de introducción inicial, la concentración de agua se cambió al 0,1% y la concentración de ácido fórmico se cambió a 52 ppm; y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 140°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 22 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 12

25 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 5, excepto que: en la composición de introducción inicial, la concentración de agua se cambió al 0,1% y la concentración de ácido fórmico se cambió a 52 ppm; y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 150°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 13 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 13

35 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 5, excepto que: en la composición de introducción inicial, la concentración de agua se cambió al 0,1% y la concentración de ácido fórmico se cambió a 52 ppm; no se alimentó CO y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 150°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 15 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 14

45 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 4, excepto que: la composición de introducción inicial se cambió al 5% de MeI, el 5% de MA, el 5% de agua, 50 ppm de ácido fórmico y ácido acético como resto; y se mantuvo el autoclave a una temperatura de 150°C durante 30 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 17 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 15

55 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo 8 excepto que se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 0,5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 0,3 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 4 kPa (presión absoluta). Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 31 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del

experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 16

- 5 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo 15 excepto que el tiempo de retención se cambió a 5 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 39 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

10 Ejemplo 17

- 15 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo 15 excepto que el tiempo de retención se cambió a 2 minutos. Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 44 ppm. Dado que no se añadió catalizador, no se produjo reacción de carbonilación de modo que no hubo ningún cambio en la composición básica excepto por el ácido fórmico. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

Ejemplo 18

- 20 Se llevó a cabo el mismo experimento que en el ejemplo comparativo 6 excepto que se alimentaron H₂, CO₂ y CO al autoclave para hacer una presión parcial de H₂ de 1,2 kPa (presión absoluta), una presión parcial de CO₂ de 0,5 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de CO de 0,004 MPa (presión absoluta). Después de enfriar, se tomó una muestra del líquido y se sometió a análisis de composición. Como resultado, la concentración de ácido fórmico fue de 38 ppm. La concentración de MA fue del 1,0% y, por lo tanto, apenas se modificó. No hubo grandes cambios en la composición de los otros componentes. Los resultados del análisis de la composición al comienzo del experimento y la concentración de ácido fórmico a la finalización del experimento se muestran en la tabla a continuación.

- 25 Las condiciones y los resultados de los ejemplos comparativos y los ejemplos se muestran en las tablas 1 y 2. En las tablas 1 y 2, "PH₂" representa una presión parcial de hidrógeno, "PCO₂" representa una presión parcial de dióxido de carbono y "PCO" representa una presión parcial de monóxido de carbono. En las tablas, se describe el "resto" sobre la concentración de ácido acético. En realidad, la disolución muestreada puede contener de 1 ppm al 1% en total de impurezas, tales como los subproductos mencionados en la sección descrita sobre la mezcla de reacción.

Tabla 1

| | | Ejemplos comparativos | | | | | | | | | | | |
|--|-------------------------|-----------------------|---------------|--------------|--------|---------------|--------|--------------|--------|--------|--------|---|--|
| | | 1 | | | 2 | | | 3 | | 4 | 5 | 6 | |
| | | Inicio | 8 min después | Finalización | Inicio | 9 min después | Inicio | Finalización | Inicio | Inicio | Inicio | | |
| Ácido fórmico | ppm en masa | 0 | 75 | 88 | 0 | 89 | 52 | 49 | 50 | 51 | 50 | | |
| Mel | % en masa | 10,1 | 9,9 | 9,8 | 10,3 | 9,9 | 40,5 | 40,3 | 5,2 | 0 | 1 | | |
| MA | % en masa | 4,1 | 3,1 | 0,1 | 4,8 | 3,5 | 5,2 | 5,2 | 4,9 | 0 | 1,1 | | |
| Agua | % en masa | 2,5 | 2,3 | 1,5 | 2,6 | 2,3 | 2,1 | 2,1 | 50,5 | 0,2 | 2,3 | | |
| Lil | % en masa | 15 | 15,2 | 14,8 | 15 | 15,3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 19,5 | | |
| Rh | ppm en masa | 503 | 505 | 497 | 503 | 505 | 0 | 0 | 0 | 0 | 670 | | |
| Ácido acético | % en masa | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | | |
| PH2 | kPa (presión absoluta) | 510 | 550 | 561 | 510 | 550 | 5,3 | 5,4 | 5,1 | 1,1 | 5,3 | | |
| PCO2 | kPa (presión absoluta) | 72 | 81 | 85 | 72 | 81 | 9,9 | 10 | 2,2 | 1,2 | 23 | | |
| PCO | *Mpa (presión absoluta) | 1,6 | 1,3 | 0,9 | 1,5 | 1,2 | 21 | 21 | 10 | 10 | 0,004 | | |
| Temperatura | °C | 180 | 180 | 180 | 170 | 170 | 100 | 100 | 100 | 100 | 145 | | |
| Tiempo de retención | min | | | 30 | | 30 | | 30 | 30 | 30 | 5 | | |
| Concentración de ácido fórmico a la finalización | ppm en masa | | | 88 | | 102 | | 49 | 48 | 50 | 49 | | |

*kPa (presión absoluta) en los ejemplos comparativos 3 a 5

Tabla 2

| | Ejemplos | | | | | | | | | | | | | |
|--|----------|---------------|--------|---------------|--------|---------------|--------|---------------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | | 6 | | 7 | |
| | Inicio | 8 min después | Inicio | 6 min después | Inicio | 5 min después | Inicio | 8 min después | Inicio | Resto | Inicio | Resto | Inicio | Resto |
| Ácido fórmico en ppm en masa | 0 | 37 | 0 | 28 | 0 | 20 | 0 | 17 | 52 | 50 | 51 | | | |
| Mel % en masa | 10 | 9,8 | 10 | 9,9 | 10,2 | 9,9 | 10 | 9,9 | 39 | 4,8 | 0 | | | |
| MA % en masa | 3,9 | 2,9 | 3,8 | 3,1 | 3,7 | 3,2 | 4,3 | 3,5 | 5,5 | 5,3 | 0 | | | |
| Agua % en masa | 2,6 | 2,4 | 1,9 | 1,7 | 2,1 | 2,0 | 2,4 | 2,2 | 2,1 | 51,5 | 0,2 | | | |
| Lil % en masa | 15 | 15,2 | 14,9 | 15,2 | 15,1 | 15,2 | 15 | 15,2 | 0 | 0 | 0 | | | |
| Rh ppm en masa | 500 | 501 | 500 | 497 | 507 | 501 | 510 | 503 | 0 | 0 | 0 | | | |
| Ácido acético % en masa | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | | | |
| PH2 kPa (presión absoluta) | 105 | 540 | 50 | 538 | 20 | 550 | 510 | 550 | 4,9 | 5,2 | 0,9 | | | |
| PCO2 kPa (presión absoluta) | 69 | 81 | 65 | 79 | 60 | 81 | 72 | 81 | 10,5 | 2,1 | 1,1 | | | |
| PCO *Mpa (presión absoluta) | 1,6 | 1,3 | 1,6 | 1,2 | 1,6 | 1,2 | 1,6 | 1,2 | 20,2 | 9,9 | 10,5 | | | |
| Temperatura °C | 180 | 180 | 180 | 180 | 180 | 180 | 188 | 180 | 110 | 110 | 110 | | | |
| Tiempo de retención min | | 30 | | 30 | | 30 | | 30 | 30 | 30 | 30 | | | |
| Concentración de ácido fórmico a la finalización ppm en masa | | 48 | | 35 | | 28 | | 21 | 45 | 43 | 44 | | | |

Tabla 2 (continuación)

| | | Ejemplos | | | | | | | | | | |
|--|-------------------------|----------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
| | | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio | Inicio |
| Acido fórmico | ppm en masa | 52 | 50 | 51 | 52 | 52 | 52 | 50 | 52 | 52 | 52 | 50 |
| Mel | % en masa | 40 | 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 40 | 40 | 40 | 1 |
| MA | % en masa | 5 | 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 5 | 5 | 5 | 1,1 |
| Agua | % en masa | 2 | 50 | 0,2 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 5 | 2 | 2 | 2 | 2,3 |
| Lil | % en masa | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 19,5 |
| Rh | ppm en masa | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 670 |
| Acido acético | % en masa | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto | Resto |
| PH2 | kPa (presión absoluta) | 4,8 | 5,2 | 0,9 | 1,1 | 1,1 | 1,1 | 5,3 | 0,48 | 0,5 | 0,49 | 1,2 |
| PCO2 | kPa (presión absoluta) | 9,9 | 1,9 | 1,2 | 1 | 1 | 1 | 2,1 | 0,31 | 0,29 | 0,32 | 0,5 |
| PCO | *Mpa (presión absoluta) | 21 | 10,1 | 9,8 | 10 | 10 | 0 | 10,3 | 4,2 | 3,9 | 4,1 | 0,004 |
| Temperatura | °C | 120 | 120 | 120 | 140 | 150 | 150 | 150 | 120 | 120 | 120 | 145 |
| Tiempo de retención | de min | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 5 | 2 | 5 |
| Concentración de ácido fórmico a la finalización | ppm en masa | 38 | 32 | 36 | 22 | 13 | 15 | 17 | 31 | 39 | 44 | 38 |

*kPa (presión absoluta) en los ejemplos 5 a 17

Discusión de los resultados

A partir del ejemplo comparativo 1 y los ejemplos 1 a 3, es evidente que a menores presiones parciales de H₂ y CO₂, la cantidad de ácido fórmico formado es más pequeña, y el ácido fórmico se forma sustancialmente en proporción a las presiones parciales de H₂ y CO₂.

- 5 A partir de los ejemplos comparativos 1 y 2 y del ejemplo 4, es evidente que a una temperatura más alta, se suprime la formación de ácido fórmico.

A partir del ejemplo comparativo 3 y los ejemplos 5 y 8, es evidente que a una temperatura más alta, la descomposición del ácido fórmico se promueve incluso en condiciones diferentes de la composición del ejemplo comparativo 1.

- 10 A partir del ejemplo comparativo 4 y los ejemplos 6 y 9, es evidente que a una temperatura más alta, la descomposición del ácido fórmico se promueve incluso en condiciones diferentes de la composición del ejemplo comparativo 1.

A partir del ejemplo comparativo 5 y los ejemplos 7 y 10, es evidente que a una temperatura más alta, la descomposición del ácido fórmico se promueve incluso en condiciones diferentes de la composición del ejemplo comparativo 1.

- 15

A partir de los ejemplos 11 y 12, es evidente que a una temperatura más alta, la descomposición del ácido fórmico se promueve incluso en condiciones diferentes de la composición del ejemplo comparativo 1.

A partir de los ejemplos 12 y 13, es evidente que incluso la ausencia de CO apenas influye en la velocidad de descomposición del ácido fórmico.

- 20 Aunque los ejemplos 14 y 12 difieren un poco en la composición, es evidente que en condiciones de alta temperatura, la descomposición del ácido fórmico se promueve de manera similar.

A partir de los ejemplos 8 y 15, es evidente que la descomposición del ácido fórmico se promueve a medida que se reducen las presiones parciales H₂ y CO₂.

- 25 A partir de los ejemplos 15 a 17, es evidente que a un tiempo de retención más largo, se promueve la descomposición del ácido fórmico.

A partir de los ejemplos 6 y 18, es evidente que la descomposición del ácido fórmico se promueve a medida que se reducen las presiones parciales H₂ y CO₂.

Específicamente, la presente invención se refiere a lo siguiente:

- 30 Apéndice 1: Un método para producir ácido acético, que comprende al menos una etapa seleccionada de una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (i) y una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (ii) en un procedimiento de producción de ácido acético:

(i) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 150 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 175°C; y

- 35 (ii) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.

Apéndice 2: El método para producir ácido acético según el apéndice 1, en el que las condiciones de funcionamiento (i) implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de más de 1 kPa (o más de 5 kPa).

- 40 Apéndice 3: El método para producir ácido acético según el apéndice 1 o 2, en el que las condiciones de funcionamiento (i) implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no más de 60 kPa (preferiblemente no más de 50 kPa, más preferiblemente no más de 40 kPa, más preferiblemente no más de 30 kPa).

- 45 Apéndice 4: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 3, en el que las condiciones de funcionamiento (i) implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no menos de 2 kPa (o no menos de 20 kPa).

Apéndice 5: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 4, en el que las condiciones de funcionamiento (i) implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 178°C (preferiblemente no menos de 181°C, más preferiblemente no menos de 184°C).

- 50 Apéndice 6: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 5, en el que las

condiciones de funcionamiento (i) implican una temperatura de funcionamiento de no más de 250°C (preferiblemente no más de 230°C, más preferiblemente no más de 200°C).

5 Apéndice 7: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 6, en el que las condiciones de funcionamiento (i) implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 4 kPa (preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 2 kPa, además preferiblemente no más de 1 kPa).

10 Apéndice 8: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 7, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 102°C (preferiblemente no menos de 104°C, más preferiblemente no menos de 106°C, además preferiblemente no menos de 112°C).

Apéndice 9: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 8, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una temperatura de funcionamiento de no más de 250°C (preferiblemente no más de 200°C, más preferiblemente no más de 175°C).

15 Apéndice 10: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 9, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 1 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 2 kPa (presión absoluta).

Apéndice 11: El método para producir ácido acético según el apéndice 10, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 0,9 kPa (preferiblemente no más de 0,8 kPa).

20 Apéndice 12: El método para producir ácido acético según el apéndice 10 u 11, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no más de 1,8 kPa (preferiblemente no más de 1,5 kPa, más preferiblemente no más de 1,0 kPa, además preferiblemente no más de 0,5 kPa).

25 Apéndice 13: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 12, en el que el método tiene una etapa de reacción que satisface las condiciones de funcionamiento (i).

Apéndice 14: El método para producir ácido acético según el apéndice 13, en el que un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 90% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa (por ejemplo, de 0 a 102 ppm en masa).

30 Apéndice 15: El método para producir ácido acético según el apéndice 13 o 14, en el que un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa (por ejemplo, del 60 al 80% en masa), una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 200 a 5000 ppm en masa, preferiblemente de 400 a 2000 ppm en masa), una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa (por ejemplo, del 5 al 15% en masa), una concentración de yoduro iónico del
35 1 al 25% en masa (por ejemplo, del 5 al 20% en masa), una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa (por ejemplo, del 0,8 al 10% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa (por ejemplo, del 1 al 10% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa (por ejemplo, no más de 85 ppm en masa).

40 Apéndice 16: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 13 a 15, en el que la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido fórmico de 0 a 102 ppm en masa (preferiblemente de 0 a 85 ppm en masa, más preferiblemente de 0 a 50 ppm en masa).

Apéndice 17: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 16, en el que el método tiene una etapa de evaporación o una etapa de destilación que satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

45 Apéndice 18: El método para producir ácido acético según el apéndice 17, en el que una mezcla de carga para un evaporador en la etapa de evaporación tiene una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa (por ejemplo, del 60 al 80% en masa), una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 200 a 5000 ppm en masa, preferiblemente de 400 a 2000 ppm en masa), una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa (por ejemplo, del 5 al 15% en masa), una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa (por ejemplo, del 5 al 20% en masa), una concentración de agua del 0,1 al 15%
50 en masa (por ejemplo, del 0,8 al 10% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa (por ejemplo, del 1 al 10% en masa), una concentración de ácido fórmico de no más de 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 0 a 100 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, además preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

55 Apéndice 19: El método para producir ácido acético según el apéndice 17, en el que una mezcla de carga para una

columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa).

5 Apéndice 20: El método para producir ácido acético según el apéndice 17, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 40 al 85% en masa (por ejemplo, del 50 al 75% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 2 al 50% en masa (por ejemplo, del 5 al 30% en masa), una concentración de agua del 0,2 al 20% en masa (por ejemplo, del 1 al 15% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,2 al 50% en masa (por ejemplo, del 2 al 30% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 10
10 500 ppm en masa, además preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

15 Apéndice 21: El método para producir ácido acético según el apéndice 17, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 80 al 99,9% en masa (por ejemplo, del 90 al 99,9% en masa, preferiblemente del 93 al 99% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de agua del 0,05 al 18% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, preferiblemente del 0,2 al 5% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, además preferiblemente de 15 a 20
20 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

25 Apéndice 22: El método para producir ácido acético según el apéndice 17, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 99,1 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 9000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, además preferiblemente de 15 a 200 ppm en masa, en particular preferiblemente de 20 a 100 ppm en masa).

30 Apéndice 23: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 22, en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono para producir ácido acético, una etapa de evaporación de separar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual, y una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente superior rica en componente con punto de ebullición inferior y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético, o

35 en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene además al menos una de las siguientes etapas (a) - (d) además de la etapa de reacción de carbonilación, la etapa de evaporación y la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior:

(a) una etapa de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético,

40 (b) una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior de separar la primera corriente de ácido acético o la segunda corriente de ácido acético por destilación en una corriente de fondo rica en componente con punto de ebullición superior y una tercera corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación,

45 (c) una etapa de retirada por adsorción de tratar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético o la tercera corriente de ácido acético con una resina de intercambio iónico para obtener una cuarta corriente de ácido acético; y

(d) una etapa del producto de destilar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético, la tercera corriente de ácido acético o la cuarta corriente de ácido acético para obtener una quinta corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación.

50 Apéndice 24: El método para producir ácido acético según el apéndice 23, en el que la etapa de reacción de carbonilación satisface las condiciones de funcionamiento (i).

Apéndice 25: El método para producir ácido acético según el apéndice 23 o 24, en el que al menos una etapa seleccionada de la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior y la etapa del producto satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

55 Apéndice 26: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 23 a 25, en el que la etapa de evaporación satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

- Apéndice 27: El método para producir ácido acético según el apéndice 26, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de evaporación implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 4 kPa (preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, además preferiblemente no más de 0,8 kPa).
- 5 Apéndice 28: El método para producir ácido acético según el apéndice 26 o 27, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de evaporación implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de preferiblemente no más de 8 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, además preferiblemente no más de 1 kPa.
- 10 Apéndice 29: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 26 a 28, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de evaporación implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 112°C (preferiblemente no menos de 120°C, más preferiblemente no menos de 130°C; el límite superior es, por ejemplo, de 260°C, preferiblemente 200°C, más preferiblemente 180°C (o 170°C o 160°C)).
- 15 Apéndice 30: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 23 a 29, en el que la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior satisface las condiciones de funcionamiento (ii).
- Apéndice 31: El método para producir ácido acético según el apéndice 30, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 4 kPa (preferiblemente no más de 3 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa).
- 20 Apéndice 32: El método para producir ácido acético según el apéndice 30 o 31, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de preferiblemente no más de 8 kPa, más preferiblemente no más de 3 kPa, además preferiblemente no más de 1 kPa.
- 25 Apéndice 33: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 30 a 32, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 112°C (preferiblemente no menos de 114°C, el límite superior es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, más preferiblemente 150°C (o 140°C o 130°C)).
- 30 Apéndice 34: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 30 a 33, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa).
- 35 Apéndice 35: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 30 a 33, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior tiene una concentración de ácido acético del 40 al 85% en masa (por ejemplo, del 50 al 85% en masa, preferiblemente del 50 al 75% en masa, más preferiblemente del 55 al 75% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 2 al 50% en masa (por ejemplo, del 5 al 30% en masa), una concentración de agua del 0,2 al 20% en masa (por ejemplo, del 1 al 15% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,2 al 50% en masa (por ejemplo, del 2 al 30% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 ppm a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, particularmente de 15 a 200 ppm en masa, en particular de 20 a 100 ppm en masa).
- 40 Apéndice 36: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 23 a 35, en el que la etapa de deshidratación satisface las condiciones de funcionamiento (ii).
- 45 Apéndice 37: El método para producir ácido acético según el apéndice 36, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de deshidratación implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 2 kPa (preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa).
- 50 Apéndice 38: El método para producir ácido acético según el apéndice 36 o 37, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de deshidratación implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no más de 5 kPa (preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, además preferiblemente no más de 0,5 kPa).
- Apéndice 39: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 36 a 38, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de deshidratación implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 120°C (preferiblemente no menos de 130°C, el límite superior es, por ejemplo, de 170°C, preferiblemente 165°C, más preferiblemente 160°C, además preferiblemente 155°C).
- 55 Apéndice 40: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 36 a 39, en el que una

mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de deshidratación tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa (por ejemplo, del 30 al 99,999% en masa) y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 10000 ppm en masa).

5 Apéndice 41: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 36 a 39, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de deshidratación tiene una concentración de ácido acético del 80 al 99,9% en masa (por ejemplo, del 90 al 99,9% en masa, particularmente, del 93 al 99% en masa), una concentración de yoduro de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, particularmente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de agua del 0,05 al 18% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, particularmente del 0,2 al 5% en masa), una concentración de acetato de metilo del 0,01 al 16% en masa (por ejemplo, del 0,1 al 8% en masa, particularmente del 0,2 al 5% en masa) y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, particularmente de 15 a 200 ppm en masa, en particular de 20 a 100 ppm en masa).

Apéndice 42: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 23 a 41, en el que la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

15 Apéndice 43: El método para producir ácido acético según el apéndice 42, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 2 kPa (preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa).

20 Apéndice 44: El método para producir ácido acético según el apéndice 42 o 43, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no más de 5 kPa (preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, además preferiblemente no más de 0,5 kPa).

25 Apéndice 45: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 42 a 44, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior implican una temperatura de funcionamiento de menos de 120°C (preferiblemente no menos de 130°C, el límite superior es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, además preferiblemente 155°C).

30 Apéndice 46: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 42 a 45, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior tiene una concentración de ácido acético del 99,1 al 99,99% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 9000 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 10 a 500 ppm en masa, particularmente de 15 a 200 ppm en masa, en particular de 20 a 100 ppm en masa).

Apéndice 47: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 23 a 46, en el que la etapa del producto satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

35 Apéndice 48: El método para producir ácido acético según el apéndice 47, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa del producto implican una presión parcial de hidrógeno (presión absoluta) de no más de 2 kPa (preferiblemente no más de 1 kPa, más preferiblemente no más de 0,5 kPa).

40 Apéndice 49: El método para producir ácido acético según el apéndice 47 o 48, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa del producto implican una presión parcial de dióxido de carbono (presión absoluta) de no más de 5 kPa (preferiblemente no más de 2 kPa, más preferiblemente no más de 1 kPa, además preferiblemente no más de 0,5 kPa).

Apéndice 50: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 47 a 49, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) satisfechas por la etapa del producto implican una temperatura de funcionamiento de no menos de 120°C (preferiblemente no menos de 130°C, el límite superior es, por ejemplo, de 165°C, preferiblemente 160°C, más preferiblemente 155°C).

45 Apéndice 51: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 47 a 50, en el que una mezcla de carga para una columna del producto en la etapa del producto tiene una concentración de ácido acético del 99,8 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 2000 ppm en masa (por ejemplo, de 5 a 1000 ppm en masa, particularmente, de 5 a 100 ppm en masa).

50 Apéndice 52: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 51, en el que un tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) no es de menos de 1 minuto (por ejemplo, no menos de 5 minutos, particularmente, no menos de 10 minutos).

55 Apéndice 53: El método para producir ácido acético según el apéndice 52, en el que el tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) no es de más de 2 horas (preferiblemente no más de 1 hora).

5 Apéndice 54: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 53, en el que una disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa (por ejemplo, de 10 a 10000 ppm en masa, preferiblemente de 15 a 1000 ppm en masa, más preferiblemente de 20 a 200 ppm en masa) se recircula a una etapa que satisface (iii) las condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de menos de 500 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.

10 Apéndice 55: El método para producir ácido acético según uno cualquiera de los apéndices 1 a 54, en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene al menos una etapa de destilación, y una fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación en la al menos una etapa de destilación se recircula a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

Apéndice 56: El método para producir ácido acético según el apéndice 55, en el que la etapa a la que se recircula la fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación es la etapa de reacción y/o la etapa de evaporación o una etapa de destilación ubicada aguas arriba de la etapa de destilación asociada con la columna de destilación.

15 Apéndice 57: El método para producir ácido acético según el apéndice 55 o 56, en el que la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (iii) es al menos una etapa seleccionada de la etapa de reacción, la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior y la etapa de deshidratación.

Aplicabilidad industrial

20 El método para producir ácido acético de la presente invención puede usarse como método industrial para producir ácido acético por un procedimiento de carbonilación de un método de metanol (procedimiento de ácido acético de un método de metanol).

Lista de signos de referencia

- 1: recipiente de reacción
- 2: evaporador
- 25 3, 5 y 6: columna de destilación
- 4: decantador
- 7: columna de resina de intercambio iónico
- 8: sistema de depuración
- 9: sistema de retirada y separación de acetaldehído
- 30 16: tubería de alimentación de la mezcla de reacción
- 17: tubería de descarga de la corriente de vapor
- 18 y 19: tubería de recirculado de la corriente de líquido residual
- 54: tubería de introducción del gas que contiene monóxido de carbono
- 55 y 56: tubería de introducción de hidróxido de potasio
- 35 57: bomba de circulación del catalizador
- 91: columna de destilación (primera columna de retirada de acetaldehído)
- 92: columna de extracción
- 93: columna de destilación (segunda columna de retirada de acetaldehído)
- 94: columna de destilación (columna de destilación por extracción)
- 40 95: decantador
- 96: decantador
- 97: columna de destilación (columna de retirada de acetaldehído)
- 98: columna de destilación (columna de destilación por extracción)

99: decantador

200: bandeja de chimenea

REIVINDICACIONES

1. Método para producir ácido acético, que comprende al menos una etapa seleccionada de una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (i) y una etapa que satisface las siguientes condiciones de funcionamiento (ii) en un procedimiento de producción de ácido acético:
 - 5 (i) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 150 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 175°C; y
 - 10 (ii) condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 5 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de no más de 12 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.
2. Método para producir ácido acético según la reivindicación 1, en el que las condiciones de funcionamiento (ii) implican una presión parcial de hidrógeno de no más de 1 kPa (presión absoluta) y una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 2 kPa (presión absoluta).
3. Método para producir ácido acético según la reivindicación 1 o 2, en el que el método tiene una etapa de reacción que satisface las condiciones de funcionamiento (i).
4. Método para producir ácido acético según la reivindicación 3, en el que un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa.
5. Método para producir ácido acético según la reivindicación 3 o 4, en el que un líquido de la mezcla de reacción en la etapa de reacción tiene una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa, una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa, una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa, una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa, una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 102 ppm en masa.
6. Método para producir ácido acético según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el método tiene una etapa de evaporación o una etapa de destilación que satisface las condiciones de funcionamiento (ii).
7. Método para producir ácido acético según la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga para un evaporador en la etapa de evaporación tiene una concentración de ácido acético del 50 al 90% en masa, una concentración de catalizador de metal (en cuanto al metal) de 200 a 10000 ppm en masa, una concentración de yoduro de metilo del 1 al 20% en masa, una concentración de yoduro iónico del 1 al 25% en masa, una concentración de agua del 0,1 al 15% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,1 al 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no más de 10000 ppm en masa.
8. Método para producir ácido acético según la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético de no menos del 30% en masa y una concentración de ácido fórmico de no menos de 5 ppm en masa.
9. Método para producir ácido acético según la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 40 al 85% en masa, una concentración de yoduro de metilo del 2 al 50% en masa, una concentración de agua del 0,2 al 20% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,2 al 50% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa.
10. Método para producir ácido acético según la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 80 al 99,9% en masa, una concentración de yoduro de metilo del 0,01 al 16% en masa, una concentración de agua del 0,05 al 18% en masa, una concentración de acetato de metilo del 0,01 al 16% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 10000 ppm en masa.
11. Método para producir ácido acético según la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga para una columna de destilación en la etapa de destilación tiene una concentración de ácido acético del 99,1 al 99,999% en masa y una concentración de ácido fórmico de 5 a 9000 ppm en masa.
- 50 12. Método para producir ácido acético según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene una etapa de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono 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, y una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición

inferior para separar la corriente de vapor por destilación en una corriente superior rica en un componente con punto de ebullición inferior y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético, o

en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene además al menos una de las siguientes etapas (a) - (d) además de la etapa de reacción de carbonilación, la etapa de evaporación y la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior:

5 (a) una etapa de deshidratación para separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético,

10 (b) una etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior para separar la primera corriente de ácido acético o la segunda corriente de ácido acético por destilación en una corriente de fondo rica en componente con punto de ebullición superior y una tercera corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación,

15 (c) una etapa de retirada por adsorción para tratar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético o la tercera corriente de ácido acético con una resina de intercambio iónico para obtener una cuarta corriente de ácido acético; y

(d) una etapa del producto para destilar la primera corriente de ácido acético, la segunda corriente de ácido acético, la tercera corriente de ácido acético o la cuarta corriente de ácido acético para obtener una quinta corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la corriente de ácido acético antes de la destilación.

20 13. Método para producir ácido acético según la reivindicación 12, en el que la etapa de reacción de carbonilación satisface las condiciones de funcionamiento (i).

25 14. Método para producir ácido acético según las reivindicaciones 12 o 13, en el que al menos una etapa seleccionada de la etapa de evaporación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición inferior, la etapa de deshidratación, la etapa de retirada de componentes con punto de ebullición superior y la etapa del producto satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

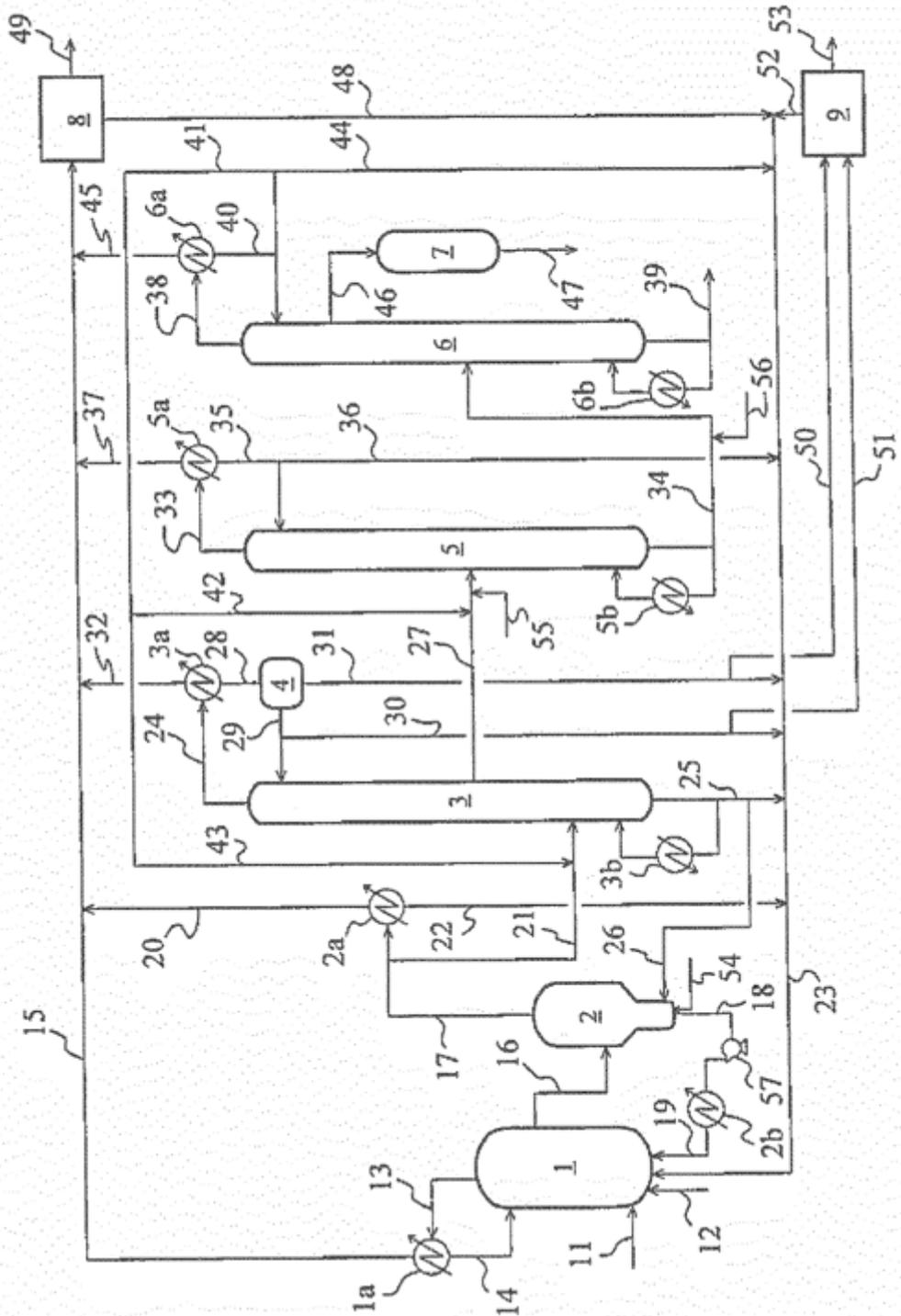
15. Método para producir ácido acético según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que un tiempo de retención en la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii) es no menos de 1 minuto.

30 16. Método para producir ácido acético según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que una disolución de procedimiento que tiene una concentración de ácido fórmico de no menos de 10 ppm en masa se recircula a una etapa que satisface las condiciones de funcionamiento que implican una presión parcial de hidrógeno de menos de 500 kPa (presión absoluta), una presión parcial de dióxido de carbono de menos de 70 kPa (presión absoluta) y una temperatura de funcionamiento de más de 100°C.

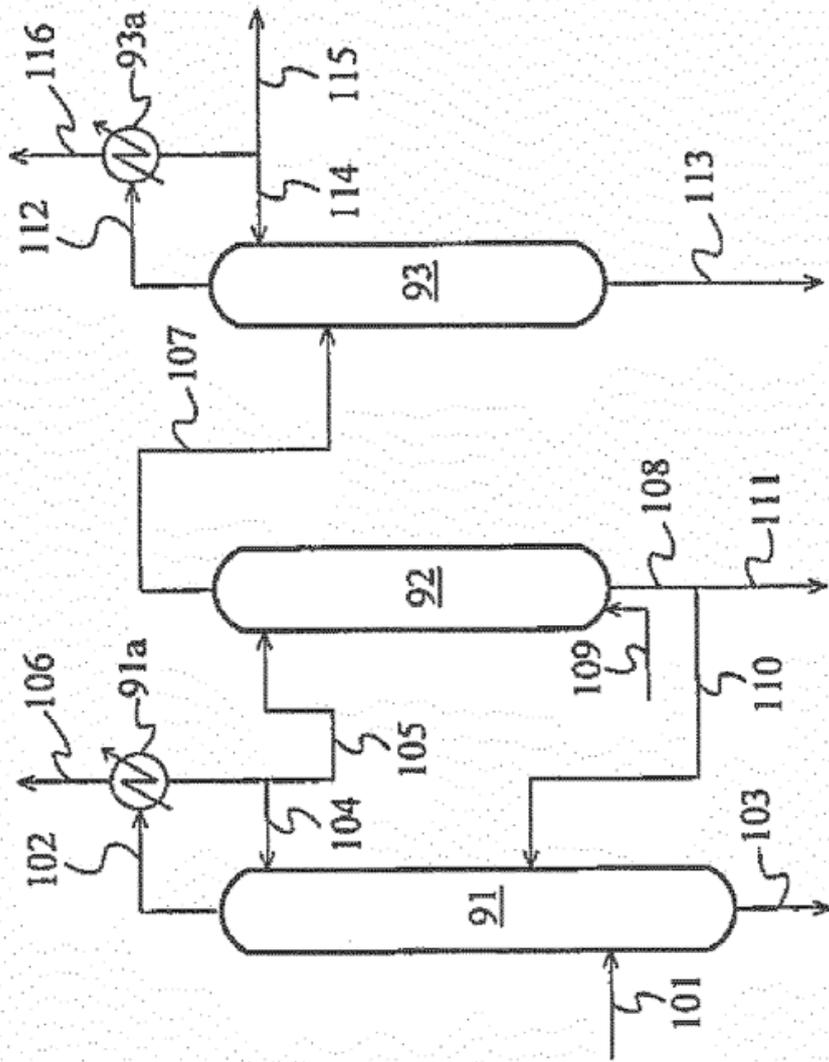
35 17. Método para producir ácido acético según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que el procedimiento de producción de ácido acético tiene al menos una etapa de destilación, y una fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación en la al menos una etapa de destilación se recircula a la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (i) y/o la etapa que satisface las condiciones de funcionamiento (ii).

40 18. Método para producir ácido acético según la reivindicación 17, en el que la etapa a la que se recircula la fracción de la parte superior de columna de una columna de destilación es la etapa de reacción y/o la etapa de evaporación o una etapa de destilación posicionada aguas arriba de la etapa de destilación asociada con la columna de destilación.

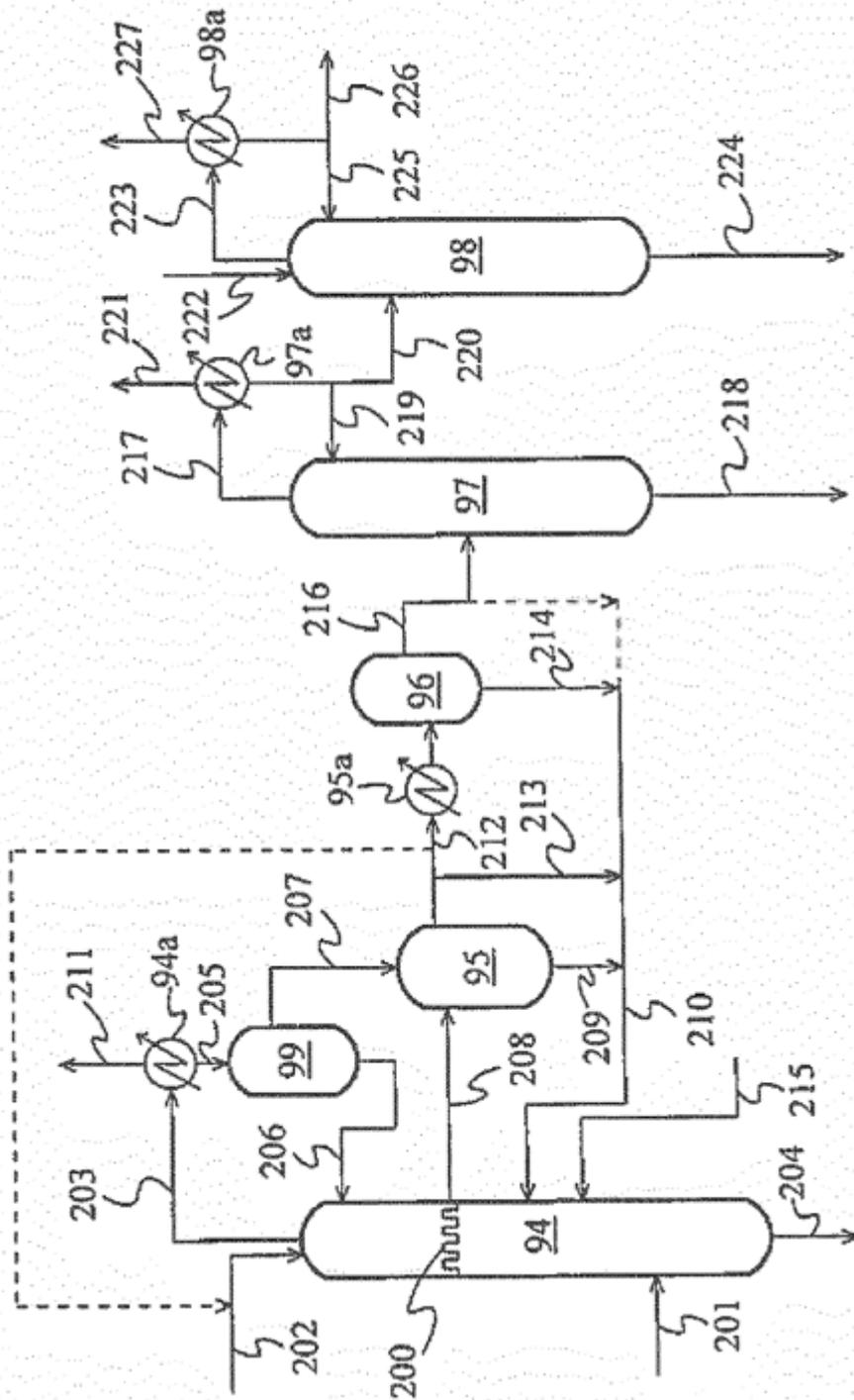
[Figura 1]



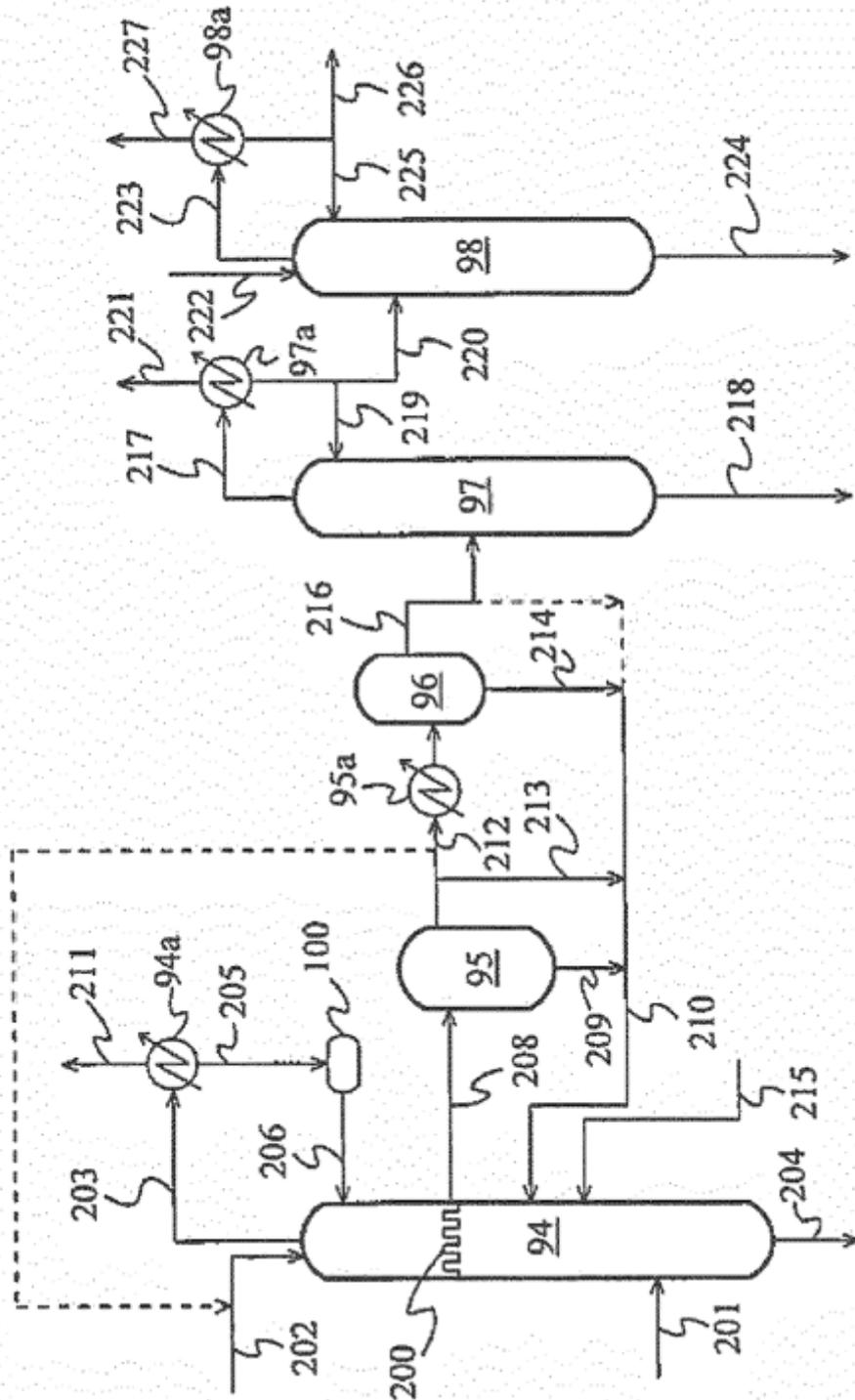
[Figura 2]



[Figura 3]



[Figura 4]



[Figura 5]

