

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 779 805**

51 Int. Cl.:

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/12 (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/JP2017/019579**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.10.2018 WO18179457**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017 E 17737197 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2020 EP 3401303**

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

30 Prioridad:

28.03.2017 JP 2017062764

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

19.08.2020

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 2 779 805 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para la producción de ácido acético

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para producir ácido acético.

Técnica anterior

10 Un proceso de carbonilación de un método de metanol (proceso de ácido acético del método de metanol) se conoce como un método industrial para producir ácido acético. En este proceso, 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 eliminación del componente con punto de ebullición más bajo y posteriormente en una columna de deshidratación de manera que se prepara el ácido acético del producto. Alternativamente, el ácido acético del producto se prepara por medio de una columna de eliminación del componente con punto de ebullición más alto posterior a la columna de deshidratación, y además, una columna del producto.

20 En dicho proceso de producción del ácido acético, el acetaldehído generado por la reducción de yoduro de metilo en el sistema de reacción se convierte en crotonaldehído o 2-etil crotonaldehído por condensación de aldol, y de este modo un valor de prueba del permanganato de potasio (tiempo del ácido permangánico) del ácido acético del producto empeora. Además, después de que reacciona el crotonaldehído y el acetaldehído, cuando se lleva a cabo la reducción del hidrógeno y la yodación, se genera yoduro de hexilo. Si el yoduro de hexilo se contiene en el ácido acético del producto, un catalizador de paladio utilizado se desactiva al producir el acetato de vinilo utilizando este ácido acético.

30 Convencionalmente, los dos métodos más o menos clasificados se han adoptado de manera industrial con el fin de reducir el crotonaldehído o 2-etil crotonaldehído: (i) un método para suprimir la generación de crotonaldehído en un sistema de reacción al eliminar el acetaldehído generado como un producto secundario en el sistema de reacción del yoduro de metilo en el paso de purificación y al reducir el acetaldehído en yoduro de metilo reciclado al sistema de reacción; y (ii) un método de descomposición oxidativa directa con ozono de crotonaldehído contenido en el ácido acético crudo obtenido en la parte media de un proceso de purificación (Literaturas de Patente 1, 2, 4 y 5). Sin embargo, el aparato tanto de separación como de eliminación del acetaldehído y el aparato de ozonación son costosos. Hasta ahora, una mejora en el valor de prueba del permanganato de potasio del ácido acético del producto es en gran medida dependiente de estos métodos para conducir a un incremento en el costo del aparato. Por otro lado, un método de tratamiento con una resina de intercambio catiónico sustituida con un ion de plata se conoce como un método de eliminación del yoduro de hexilo. Mientras tanto, en el método de tratamiento que utiliza dicha resina de intercambio iónico sustituida con plata, la resina de intercambio iónico sustituida con plata se deteriora con facilidad para provocar un incremento en el costo proporcional. En la Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional n.º 2011-518880, una relación de una temperatura de destello en el caso de introducir y calentar la mezcla de reacción de la composición asumida en un evaporador con vapor y la composición líquida descargada de un pulsador se considera utilizando un simulador semiempírico. Sin embargo, esta literatura no divulga o sugiere que la concentración de acetaldehído y la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa o la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica de un condensado superior obtenido al someter el vapor descargado de un pulsador a una columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se controla para disminuir las concentraciones de acetaldehído, 2-etil crotonaldehído y yoduro de hexilo en el recipiente de reacción.

Lista de Referencias

50 Documentos de Patente

Literatura de Patente 1: Patente Japonesa Abierta al Público n.º 07-25813

Literatura de Patente 2: Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional n.º 2001-508405

55 Literatura de Patente 3: Publicación Nacional de la Solicitud de Patente Internacional n.º 2011-518880

Literatura de Patente 4: EP 2 628 720 A1

Literatura de Patente 5: EP 0 687 662 A1

Sumario de la invención**60 Problema técnico**

65 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es proporcionar un método que permita la producción industrialmente eficiente de ácido acético de alta calidad con un buen valor de prueba de permanganato de potasio y un bajo contenido de impureza sin un costo elevado.

Solución al Problema

Con el fin de lograr el objetivo, los inventores de la presente han realizado estudios diligentes para descubrir que, en el proceso de carbonilación del método de metanol, cuando la concentración del acetaldehído en la fracción inferior del evaporador disminuye al calentar el evaporador y de manera simultánea una concentración de ácido acético alimentada en una columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se incrementa, es posible controlar el coeficiente de distribución del acetaldehído al momento de separar un condensado superior en la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo en una fase acuosa y una fase orgánica para incrementar la cantidad de acetaldehído distribuido al lado de la fase acuosa y luego la fase acuosa se somete a un tratamiento de eliminación de acetaldehído para permitir una gran mejora en la eficiencia de la eliminación del acetaldehído. La causa del incremento en los coeficientes de distribución del acetaldehído es que la concentración del acetato de metilo de la parte superior de la columna de destilación disminuye por cambios en las condiciones de destilación debido a un cambio en la composición del líquido alimentado por la columna de eliminación del componente con punto de ebullición inferior y esta disminución en la concentración del acetato de metilo afecta el coeficiente de distribución del acetaldehído. La mejora en la eficiencia de la eliminación del acetaldehído reduce la concentración del acetaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción para suprimir las cantidades de crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído y yoduro de hexilo generadas. Cuando la concentración de acetaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción disminuye, también hay generación disminuida del ácido propiónico debido a la reacción: $\text{acetaldehído} + \text{H}_2 + \text{CO} \rightarrow \text{ácido propiónico}$. Se ha encontrado que cuando una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se incrementa más, el acetaldehído se concentra más en la parte superior de la columna para mejorar mucho más la eficiencia de eliminación del acetaldehído. La presente invención se basa en estos descubrimientos y se ha completado a través de estudios adicionales.

Específicamente, la presente invención proporciona un método para producir ácido acético (de aquí en adelante, algunas veces mencionado como un "primer método para producir ácido acético"), que comprende: un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;

un paso de evaporación de introducir y calentar la mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual;

un paso de reciclado de corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual en un recipiente de reacción;

un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica; un primer paso de reciclado de la corriente superior de reciclar por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y un paso de separación y eliminación de acetaldehído de separar y eliminar el acetaldehído en una corriente del proceso, donde con calentamiento del evaporador, (i) la concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa, y/o (ii) la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y/o (iii) la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído, y un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído se recicla al recipiente de reacción y/o el paso de eliminación y separación del acetaldehído y/u otros procesos.

En el primer método para producir ácido acético, el sistema catalizador puede además contener yoduro iónico.

En cuanto a las condiciones de operación de la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase acuosa puede ser no menor a 2 cuando solo la fase acuosa se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase orgánica puede ser no menor a 1 cuando solo la fase orgánica se somete a reflujo, y una relación de reflujo total de las fases acuosa y orgánica puede ser no menor a 1,5 cuando tanto la fase acuosa como la orgánica se somete a reflujo.

El primer método para producir ácido acético puede además comprender un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético con una segunda columna de destilación en una segunda corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más rica en ácido acético que la primera corriente de ácido acético. En este caso, es preferible que, en la segunda corriente de ácido acético, la concentración de crotonaldehído sea no mayor que 1,10 ppm en masa y/o la concentración de 2-etil crotonaldehído sea no mayor que 0,80 ppm en masa y/o la concentración de ácido propiónico sea no mayor que 130 ppm en masa.

En el primer método para producir ácido acético, la concentración de acetaldehído de la corriente de líquido residual en el evaporador puede ser no mayor que 70 ppm en masa.

En el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, la concentración de crotonaldehído puede ser no

mayor que 1,7 ppm en masa, y/o la concentración de 2-etil crotonaldehído puede ser no mayor que 1,8 ppm en masa y/o la concentración de ácido propiónico puede ser no mayor que 240 ppm en masa.

5 En la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación, la concentración de crotonaldehído puede ser no mayor que 2,4 ppm en masa, y/o la concentración de 2-etil crotonaldehído puede ser no mayor que 0,45 ppm en masa y/o la concentración de ácido propiónico puede ser no mayor que 106 ppm en masa.

10 En la primera corriente de ácido acético, la concentración de crotonaldehído puede ser no mayor que 1,34 ppm en masa y/o la concentración de 2-etil crotonaldehído puede ser no mayor que 0,60 ppm en masa y/o la concentración de ácido propiónico puede ser no mayor que 106 ppm en masa.

15 La presente invención también proporciona un método para producir ácido acético (de aquí en adelante, algunas veces mencionado como un "segundo método para producir ácido acético"), que comprende: un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;

20 un paso de evaporación de introducir y calentar la mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual;

un paso de reciclado de corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual en el recipiente de reacción;

25 un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica; un primer paso de reciclado de la corriente superior de reciclar por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y un paso de separación y eliminación de acetaldehído de separar y eliminar el acetaldehído en una corriente del proceso,

30 donde con calentamiento del evaporador, (i) la concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa, y (ii) la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y (iii) la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual se controla a no más de 70 ppm en masa, por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído, y un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído se recicla al recipiente de reacción y/o el paso de eliminación y separación del acetaldehído y/u otros procesos, y una relación de reflujo de la fase acuosa de la primera columna de destilación es no menor a 2.

35 En el segundo método para producir ácido acético, el sistema catalizador puede además contener yoduro iónico.

40 De acuerdo con la presente invención, con respecto a las fases acuosa y orgánica obtenidas al calentar el evaporador y separar el condensado superior de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo, ya que la concentración de acetaldehído de la fase acuosa y/o la concentración del acetato de metilo de la fase acuosa y/o la concentración de acetato de metilo de una fase orgánica se controlan dentro de un intervalo específico, una cantidad de acetaldehído distribuida al lado de la fase acuosa incrementa y por lo tanto el acetaldehído se puede separar y eliminar de manera eficiente al someter esta fase acuosa al paso de separación y eliminación del acetaldehído. Por esta razón, la concentración de acetaldehído en el recipiente de reacción disminuyó para suprimir las cantidades de crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, yoduro de hexilo y, además, ácido propiónico generado. De este modo, incluso si un aparato de eliminación de acetaldehído a gran escala o un aparato de ozonación no se coloca, el ácido acético del producto de alta calidad con un buen valor de prueba de permanganato de potasio y poco contenido de impureza se pueden obtener. El efecto será incluso más notable al ajustar el calentamiento del evaporador para fijar la concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual del evaporador (fracción inferior) a no más de un valor específico o para fijar una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo a no menos de un valor específico.

55 Breve descripción de los dibujos

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

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

60 La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo de un sistema de separación y eliminación del acetaldehído.

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

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

Descripción de las realizaciones

El primer método para producir ácido acético de la presente invención comprende: un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético; un paso de evaporación de introducir y calentar la mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual; un paso de reciclado de la corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual en el recipiente de reacción; un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica; un primer paso de reciclado de corriente superior de reciclar por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y un paso de separación y eliminación del acetaldehído de separar y eliminar el acetaldehído en una corriente del proceso. Con calentamiento del evaporador, (i) la concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa, y/o (ii) la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y/o (iii) la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y, además, por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción y/o el paso de eliminación o separación del acetaldehído y/u otros procesos (preferiblemente por lo menos en el recipiente de reacción). Cuando la concentración del acetaldehído en la fase acuosa, la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa, o la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla dentro escaladle intervalo antes mencionado, un coeficiente de distribución de acetaldehído $\left\{ \frac{\text{concentración de acetaldehído en la fase acuosa (\% en masa)}}{\text{concentración de acetaldehído de la fase orgánica (\% en masa)}} \right\}$ se incrementa. Específicamente, la cantidad de acetaldehído distribuida en lado de la fase acuosa se incrementa. Por lo tanto, la eficiencia de separación y eliminación del acetaldehído se puede mejorar en gran medida al someter esta fase acuosa al paso de separación y eliminación del acetaldehído.

El segundo método para producir ácido acético de la presente invención comprende el paso de reacción de carbonilación, el paso de evaporación, el paso de reciclado de la corriente de líquido residual, el paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo, el primer paso de reciclado de la corriente superior y el paso de separación y eliminación del acetaldehído, que se mencionaron arriba. Con calentamiento del evaporador, (i) la concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa, y (ii) la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y (iii) la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual se controla a no más de 70 pp, en masa, por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído, y un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído se recicla al recipiente de reacción y/o el paso de eliminación o separación del acetaldehído y/u otros procesos (preferiblemente a por lo menos el recipiente de reacción), y, además, una relación de reflujo de la fase acuosa de la primera columna de destilación es no menor a 2. El segundo método para producir ácido acético de la presente invención es uno de aspectos preferidos del primer método para producir ácido acético de la presente invención.

En el antes mencionado (i), la concentración del acetaldehído en la fase acuosa es preferiblemente no menor a 2400 ppm en masa, más preferiblemente no menor a 2500 ppm en masa, y además preferiblemente no menor a 2600 ppm en masa. El límite superior de la concentración de acetaldehído en la fase acuosa puede ser, por ejemplo, 1,0 % en masa o 5000 ppm en masa. En lo que se mencionó con anterioridad (ii), la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa es preferiblemente no mayor que 18,5 % en masa, más preferiblemente no mayor que 17,5 % en masa, y además preferiblemente no mayor que 17,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa puede ser 1,0 % en masa o 5,0 % en masa (alternativamente 8,0 % en masa o 10,0 % en masa). En lo que se mencionó con anterioridad (iii), la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es preferiblemente no mayor que 37,5 % en masa, más preferiblemente no mayor que 37,0 % en masa, además preferiblemente no mayor que 35,0 % en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 30,0 % en masa (por ejemplo, no mayor que 25,0 % en masa). El límite inferior de la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica puede ser, por ejemplo, 1,0 % en masa o 2,0 % en masa o puede ser 5,0 % en masa (alternativamente 10,0 % en masa o 15,0 % en masa, particularmente 20,0 % en masa).

En el primer y segundo métodos para producir ácido acético (de aquí en adelante, éstos se pueden denominar de forma genérica "el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención"), el sistema catalizador puede además contener yoduro iónico. Funciones del yoduro iónico como un co-catalizador.

En el método para producir ácido acético de conformidad con la presente invención, por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación de acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción etc. y, además de esto, por lo menos una porción de la fase orgánica se puede tratar en el paso de separación y eliminación del acetaldehído para

reciclar el líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción etc.

Además, el método para producir ácido acético de conformidad con la presente invención puede comprender un paso de deshidratación para separar la primera corriente de ácido acético con la segunda columna de destilación en una segunda corriente superior que es rica en agua y una segunda corriente de ácido acético que es más rica en ácido acético que la primera corriente de ácido acético. La deshidratación de la primera corriente de ácido acético en la segunda columna de destilación proporciona la segunda corriente de ácido acético con poco contenido de agua como una fracción inferior o un líquido de corte lateral desde el fondo o la parte media de la columna. La segunda corriente de ácido acético se puede utilizar como ácido acético del producto como es o por refinamiento adicional si es necesario.

En el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención, cuando solo la fase acuosa del condensado de la primera corriente superior se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase acuosa (cantidad de la fase acuosa sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase acuosa) es deseable, por ejemplo, no menos de 2, preferiblemente no menos de 3, más preferiblemente no menos de 5, además preferiblemente no menos de 8, particularmente no menos de 10 y, en particular, no menos de 12. También, cuando solo la fase orgánica del condensado de la primera corriente superior se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase orgánica (cantidad de la fase orgánica sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase orgánica) es deseable, por ejemplo, no menor de 1, preferiblemente no menor de 1,5, más preferiblemente no menor de 2, más preferiblemente no menor de 4, y particularmente de manera preferida no menor de 5. Además, cuando tanto la fase acuosa como la orgánica del condensado de la primera corriente superior se someten a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo total de las fases acuosa y orgánica (cantidad total de las fases acuosa y orgánica sometidas a reflujo/cantidad total del destilado de las fases acuosa y orgánica) es deseable, por ejemplo, no menos de 1,5, preferiblemente no menos de 2,3, más preferiblemente no menos de 3,5, además preferiblemente no menos de 6, y particularmente de manera preferida no menos de 8,5. Además, cuando la fase acuosa se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase acuosa (cantidad de la fase acuosa sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase acuosa) es preferiblemente no menos de 2, más preferiblemente no menos de 3, además preferiblemente no menos de 5, particularmente de manera preferida no menos de 8 y, en particular, no menos de 12. En cualquier caso, el límite superior de la relación de reflujo de la primera columna de destilación puede ser, por ejemplo, 3000 (particularmente 1000) o puede ser 100 (particularmente 30). Ya que una relación de reflujo incrementada de la primera columna de destilación permite concentrar el acetaldehído a la parte superior de la columna, la eficiencia de eliminación del acetaldehído se puede mejorar más al someter el condensado de la parte superior de la columna al paso de separación y eliminación del acetaldehído.

En el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención, se prefiere fijar una concentración del acetaldehído en la corriente de líquido residual (fracción inferior) en el evaporador a no más de 70 ppm en masa al ajustar el calentamiento del evaporador. La concentración del acetaldehído en la corriente de líquido residual es más preferiblemente no mayor que 60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 50 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 40 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 30 ppm en masa). Cuando se realiza dicha operación, ya que la corriente de líquido residual se recicla al recipiente de reacción como un líquido catalizador, la cantidad del acetaldehído reciclado al recipiente de reacción disminuye, y de este modo es posible suprimir la generación de productos secundarios tal como crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, yoduro de hexilo y ácido propiónico en el recipiente de reacción.

En el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención, ya que la eficiencia de separación y eliminación del acetaldehído se puede hacer alta como se mencionó arriba, la cantidad del acetaldehído que se regresó al sistema de reacción disminuye y, como resultado, es posible disminuir las concentraciones de 2-etil crotonaldehído, ácido propiónico y un yoduro de hexilo en un líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción.

La concentración de crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción es, por ejemplo, no mayor que 1,7 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 1,0 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 0,8 ppm en masa y en particular no mayor que 0,6 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración del 2-etil crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, es, por ejemplo, no mayor que 1,8 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 1,2 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 1,0 ppm en masa y en particular no mayor que 0,8 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración de ácido propiónico en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción es, por ejemplo, no mayor que 240 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 230 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 220 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 200 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 180 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del ácido propiónico en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente

de reacción puede ser, por ejemplo, 10 ppm en masa (o 50 ppm en masa).

5 Cuando cada concentración del crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, ácido propiónico y yoduro de hexilo baja en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, la concentración de estas impurezas se reduce en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación y también la concentración de estas impurezas se reduce en la primera corriente ácido acético además obtenida de la primera columna de destilación, y de este modo el ácido acético del producto de alta calidad que tiene un buen valor de la prueba de permanganato de potasio y una baja concentración de estas impurezas se puede obtener. Por esta razón, es posible reducir el tamaño u omitir un aparato de eliminación del acetaldehído y un aparato de ozonación que se ha utilizado de manera convencional para mejorar un valor de prueba del permanganato de potasio. Además, ya que el ácido acético que tiene un alto valor de la prueba del permanganato de potasio se puede obtener al pasar solo a través de una columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo o una columna de deshidratación, se vuelve posible reducir el tamaño u omitir una columna de eliminación del componente con punto de ebullición más alto o columna del producto (columna de acabado).

15 La concentración de crotonaldehído en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación es, por ejemplo, no mayor que 2,4 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 2,2 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 2,0 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 1,6 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 1,2 ppm en masa). El límite inferior de la concentración de crotonaldehído en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración de 2-etil crotonaldehído en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación es, por ejemplo, no mayor que 0,45 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,30 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración de ácido propiónico en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación es, por ejemplo, no mayor que 106 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 74,0 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 65,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 55,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa o puede ser 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa.

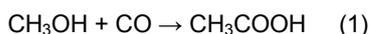
30 La concentración de crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 1,34 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,20 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 0,60 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,05 ppm en masa). La concentración de 2-etil crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 0,60 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,05 ppm en masa). La concentración de ácido propiónico en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 106 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 100 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 90,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa, o 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa.

45 La concentración de crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético obtenida de la columna de deshidratación es, por ejemplo, no mayor que 1,10 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,90 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,70 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 0,60 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,05 ppm en masa). La concentración de 2-etil crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 0,80 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,70 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 0,40 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,05 ppm en masa). La concentración de ácido propiónico en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 130 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 120 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 110 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa, o puede ser 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa. La concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 30 ppb en masa, preferiblemente no mayor que 25 ppb en masa, más preferiblemente no mayor que 20 ppb en masa, además preferiblemente no mayor que 17 ppb en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 10 ppb en masa. El límite inferior de la concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,1 ppb en masa (o 1,0 ppb en masa).

65 En lo siguiente, 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 (proceso de carbonilación de un método de metanol) que muestra una realización de la presente invención. Un aparato para la producción de ácido acético relacionado con este flujo de producción de ácido acético tiene un recipiente de reacción 1, un evaporador 2, una columna de destilación 3, un decantador 4, una columna de destilación 5, una columna de destilación 6, una columna de resina de intercambio iónico 7, un sistema de depuración 8, un sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9, condensadores 1a, 2a, 3a, 5a, y 6a, un intercambiador de calor 2b, recalentadores 3b, 5b, y 6b, líneas 11 a 56, y una bomba 57 y se configura para ser capaz de producir de manera continua ácido acético. En el método para producir ácido acético de acuerdo con la presente realización, un paso de reacción, un paso de evaporación (paso de destello), un primer paso de destilación, un segundo paso de destilación, un tercer paso de destilación, y un paso de eliminación 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. El primer paso de destilación también se menciona como un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo, el segundo paso de destilación también se menciona como un paso de deshidratación y el tercer paso de destilación también se menciona como un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más alto. En la presente invención, los pasos no se limitan a los descritos arriba y pueden excluir, por ejemplo, equipo de la columna de destilación 5, la columna de destilación 6, la columna de resina de intercambio iónico 7, el sistema de separación y eliminación de acetaldehído 9 (columna de eliminación de acetaldehído, etc.). Como se menciona posteriormente, una columna del producto se puede colocar corriente abajo de la columna de resina de intercambio iónico 7.

El recipiente de reacción 1 es una unidad para realizar el paso de reacción. Este paso de reacción es un paso 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 operación 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 comprende metanol y monóxido de carbono que son materias primas, un catalizador de metal, un co-catalizador, agua, un ácido acético dirigido a producción, y varios productos secundarios 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 línea 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 línea 12. No se requiere necesariamente que el monóxido de carbono sea monóxido de carbono puro y puede contener, por ejemplo, otros gases tales como nitrógeno, hidrógeno, dióxido de carbono, y oxígeno, en una pequeña cantidad (por ejemplo, no mayor que 5 % en masa, preferiblemente no mayor que 1 % en masa).

El catalizador de metal en la mezcla de reacción promueve la reacción de carbonilación de metanol, y, por ejemplo, un catalizador de rodio o un catalizador de iridio se pueden utilizar. Por ejemplo, un complejo de rodio representado por la fórmula química $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]^-$ se puede utilizar como el catalizador de rodio. Por ejemplo, un complejo de iridio representado por la fórmula química $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}_2]^-$ se puede utilizar como el catalizador de iridio. Un catalizador del complejo de metal se prefiere como el catalizador de metal. La concentración (en términos del metal) del catalizador en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 100 a 10000 ppm en masa, preferiblemente 200 a 5000 ppm en masa, además preferiblemente 400 a 2000 ppm en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

El co-catalizador es un yoduro para ayudar a la acción del catalizador mencionada arriba, y, por ejemplo, yoduro de metilo o yoduro iónico se utiliza. El yoduro de metilo puede exhibir el efecto de promover el efecto catalítico del catalizador mencionado arriba. La concentración del yoduro de metilo, es, por ejemplo, 1 a 20 % en masa con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. El yoduro iónico es un yoduro que genera iones de yoduro en una solución de reacción (particularmente, un yoduro de metal iónico) y puede exhibir el efecto de estabilizar el catalizador mencionado arriba y el efecto de suprimir la reacción secundaria. Ejemplos del yoduro iónico incluyen yoduros de metal alcalino, tal como yoduro de litio, yoduro de sodio, y yoduro de potasio. La concentración del yoduro iónico en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 1 a 25 % en masa, preferiblemente 5 a 20 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Además, cuando, por ejemplo, un catalizador de iridio o similar se utiliza, un compuesto de rutenio y un compuesto de osmio también se pueden utilizar como un co-catalizador. El uso total de estos compuestos, es, por ejemplo, 0,1 a 30 moles (conversión de metal) y preferiblemente 0,5 a 15 moles (conversión de metal) por mol (conversión de metal) de iridio.

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, 0,1 a 15 % en masa, preferiblemente 0,8 a 10 % en masa, además preferiblemente 1 a 6 % en masa, particularmente de manera preferida 1,5 a 4 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de

reacción. La concentración de agua es preferiblemente no mayor que 15 % en masa para continuar una producción eficiente de ácido acético al reducir la energía que se requiere para la eliminación de agua en el curso de la purificación del ácido acético. Con el fin de controlar la concentración de agua, el agua se puede alimentar 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 de la operación del aparato de producción de ácido acético, y el ácido acético generado como un producto principal de la reacción de carbonilación de metanol. Dicho ácido acético puede funcionar como un solvente en el sistema de reacción. La concentración del ácido acético en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 50 a 90 % en masa, preferiblemente 60 a 80 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

Ejemplos de los productos secundarios principales contenidos en la mezcla de reacción incluyen acetato de metilo. Este acetato de metilo puede ser generado a través de la reacción entre ácido acético y metanol. La concentración del acetato de metilo en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,1 a 30 % en masa, preferiblemente 1 a 10 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otro ejemplo de los productos secundarios contenidos en la mezcla de reacción incluye yoduro de hidrógeno. El yoduro de hidrógeno se genera inevitablemente bajo el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol en el caso donde se utiliza el catalizador o el co-catalizador como se mencionó arriba. La concentración del yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,01 a 2 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

Además, los productos secundarios incluyen por ejemplo, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, dimetil éter, alcanos, ácido fórmico, ácido propiónico, y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo.

La concentración de acetaldehído en el líquido de la mezcla de reacción (fase líquida de la mezcla de reacción; medio de reacción) es, por ejemplo, no mayor que 500 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 450 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 400 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 350 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 300 ppm en masa [por ejemplo, no mayor que 250 ppm en masa (o no mayor que 210 ppm en masa)]. El límite inferior de la concentración de acetaldehído en el líquido de la mezcla de reacción es, por ejemplo, 1 ppm en masa (o 10 ppm en masa).

La concentración de crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción es, por ejemplo, no mayor que 1,7 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 1,0 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 0,8 ppm en masa, en particular no mayor que 0,6 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción es 0 ppm o puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa, 0,1 ppm en masa o 0,2 ppm en masa. La concentración del 2-etil crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción es, por ejemplo, no mayor que 1,8 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 1,2 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 1,0 ppm en masa, en particular no mayor que 0,8 ppm en masa). El límite inferior de la concentración de 2-etil crotonaldehído en el líquido de la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,01 ppm en masa, o puede ser 0,1 ppm en masa o 0,2 ppm en masa. La concentración de ácido propiónico en el líquido de la mezcla de reacción es, por ejemplo, no mayor que 240 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 230 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 220 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 200 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 180 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del ácido propiónico en el líquido de la mezcla de reacción es 0 ppm o puede ser, por ejemplo, 10 ppm en masa (o 50 ppm en masa).

Además, el líquido de la mezcla de reacción puede contener un metal generado por la corrosión del aparato [metal corroído (también se denomina metal de corrosión)] tal como hierro, níquel, cromo, manganeso, molibdeno y otros metales tales como cobalto, zinc y cobre. El metal corroído antes mencionado y otros metales se pueden denominar de manera colectiva "metal corroído etc."

En el recipiente de reacción 1 donde la mezcla de reacción como se describió arriba está presente, la temperatura de reacción se ajusta, por ejemplo, de 150 a 250°C. La presión de reacción como la presión total se ajusta, por ejemplo, de 2,0 a 3,5 MPa (presión absoluta), y la presión parcial del monóxido de carbono se ajusta, por ejemplo, de 0,4 a 1,8 MPa (presión absoluta), preferiblemente 0,6 a 1,6 MPa (presión absoluta), además preferiblemente 0,9 a 1,4 MPa (presión absoluta).

El vapor de una porción de fase gaseosa en el recipiente de reacción 1 durante la operación del aparato comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, y ácido propiónico. El hidrógeno está contenido en monóxido de carbono utilizado como una materia prima y también se genera por una reacción de desplazamiento ($\text{CO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2 + \text{CO}_2$) que ocurre en el recipiente de reacción 1. La presión parcial del hidrógeno en el recipiente de reacción 1 es, por ejemplo, no menor que 0,01 MPa (presión absoluta), preferiblemente no menor que 0,015 MPa (presión absoluta), más preferiblemente no menor que

0,02 MPa (presión absoluta), además preferiblemente no menor que 0,04 MPa (presión absoluta), y particularmente de manera preferida 0,06 MPa (presión absoluta) [por ejemplo, no menor que 0,07 MPa (presión absoluta)]. El límite superior de la presión parcial del hidrógeno del recipiente de reacción es, por ejemplo, 0,5 MPa (presión absoluta) [particularmente 0,2 MPa (presión absoluta)]. El vapor de una porción de la fase gaseosa en el recipiente de reacción 1 se puede extraer del recipiente de reacción 1 a través de la línea 13. La presión interna del recipiente de reacción 1 se puede controlar 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 comprende, 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 línea 14 y se recicla. La porción gaseosa comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 1a a través de la línea 15. En el sistema de depuración 8, 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 solvente de absorción que comprende por lo menos un ácido acético y/o metanol se prefiere como el 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 se puede utilizar como el líquido de absorción. En la separación y recuperación, un método de adsorción por oscilación de presión se puede utilizar. 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 línea de reciclado 48 y se reciclan. Un gas después de la captura de los componentes útiles se desecha a través de la línea 49. El gas descargado de la línea 49 se puede utilizar como una fuente de CO para introducirse a la parte inferior del evaporador 2 que se menciona posteriormente o las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19. En cuanto al tratamiento en el sistema de depuración 8 y reciclado 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 un paso de depuración de separar gas de escape del proceso en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento por absorción con un solvente de absorción que comprende por lo menos ácido acético.

En el recipiente de reacción 1 durante la operación del aparato, como se mencionó arriba, el ácido acético se produce de manera continua. La mezcla de reacción que comprende dicho ácido acético se retira 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 línea 16.

El evaporador 2 es una unidad para realizar el paso de evaporación (paso de destello). Este paso de evaporación es un paso para separar la mezcla de reacción de manera continua introducida al evaporador 2 a través de la línea 16 (línea de alimentación de la mezcla de reacción), en una corriente de vapor (fase volátil) y una corriente de líquido residual (fase volátil baja) por evaporación parcial. En la presente invención, la evaporación es provocada al reducir la presión mientras se calienta el evaporador. En el paso de evaporación, la temperatura de la corriente de vapor es, por ejemplo, 100 a 260 °C y preferiblemente 120 a 200 °C, y la temperatura de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 100 a 260 °C y preferiblemente 120 a 200 °C. La presión interna del evaporador, es, por ejemplo, 50 a 1000 kPa (presión absoluta). La relación entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual que se va a separar en el paso de evaporación (corriente de vapor/corriente de líquido residual) es, por ejemplo, 10/90 a 60/40 en términos de relación en masa (velocidad de evaporación: 10 a 60 % en masa), preferiblemente 26/74 a 45/55 (velocidad de evaporación: 26 a 45 % en masa), más preferiblemente 27/73 a 42/58 (velocidad de evaporación: 27 a 42 % en masa), y además preferiblemente 30/70 a 40/60 (velocidad de evaporación: 30 a 40 % en masa).

El vapor generado en este paso comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, ácido fórmico, ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo, y se retira de manera continua a la línea 17 (línea de descarga de la corriente de vapor) del evaporador 2. Una porción de la corriente de vapor extraída del evaporador 2 se introduce 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 línea 21.

La concentración del ácido acético en la corriente de vapor es, por ejemplo, 50,0 a 90,0 % en masa y preferiblemente 55,0 a 85,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de ácido acético es más preferiblemente 57,0 % en masa y además preferiblemente 58,0 % en masa (o 60,0 % en masa, o 63,0 % en masa, particularmente 65,0 % en masa) mientras que el límite superior es más preferiblemente 80,0 % en masa, además preferiblemente 75,0 % en masa, y particularmente de manera preferida 72,0 % en masa (o 68,0 % en masa, o

65,5 % en masa). Un intervalo de la concentración de ácido acético es más preferiblemente 57,0 a 68,0 % en masa (por ejemplo, 58,0 a 65,5 % en masa). La concentración de yoduro de metilo de la corriente de vapor es, por ejemplo, 2,0 a 50,0 % en masa, preferiblemente 5,0 a 40,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de yoduro de metilo es más preferiblemente 10,0 % en masa, además preferiblemente 15 % en masa y particularmente de manera preferida 18,0 % en masa, (o 20,0 % en masa, o 22,5 % en masa) mientras que el límite superior es más preferiblemente 35,0 % en masa, además preferiblemente 30,0 % en masa, y particularmente de manera preferida 28,0 % en masa). Un intervalo de la concentración del yoduro de metilo es más preferiblemente 20,0 a 35,0 % en masa (por ejemplo, 22,5 a 30,0 % en masa). La concentración de agua en la corriente de vapor es, por ejemplo, 0,2 a 20,0 % en masa, preferiblemente 0,5 a 15,0 % en masa y más preferiblemente 0,8 a 5,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de agua es más preferiblemente 1,0 % en masa y además preferiblemente 1,2 % en masa mientras que el límite superior es más preferiblemente 4,0 % en masa, y particularmente de manera preferida 3,0 % en masa. Un intervalo de la concentración de agua es más preferiblemente 1,2 a 5,0 % en masa (por ejemplo, 1,2 a 4,0 % en masa o 1,2 a 3,0 % en masa). La concentración del acetato de metilo en la corriente de vapor es, por ejemplo, 0,2 a 50,0 % en masa y preferiblemente 2,0 a 30,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de acetato de metilo es más preferiblemente 3,0 % en masa, además preferiblemente 5,0 % en masa y particularmente de manera preferida 6,0 % en masa, (o 7,0 % en masa, u 8,0 % en masa) mientras que el límite superior es más preferiblemente 25,0 % en masa, además preferiblemente 20,0 % en masa, y particularmente de manera preferida 15,0 % en masa (o 10,0 % en masa). Un intervalo de la concentración del acetato de metilo es más preferiblemente 7,0 a 25,0 % en masa (por ejemplo, 8,0 a 20,0 % en masa).

La concentración de crotonaldehído en la corriente de vapor es, por ejemplo, no mayor que 2,4 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 2,2 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 2,0 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 1,6 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 1,2 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en la corriente de vapor puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración de 2-etil crotonaldehído en el líquido de la corriente de vapor es, por ejemplo, no mayor que 0,45 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa, y más preferiblemente no mayor que 0,30 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la corriente de vapor puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa (o 0,1 ppm en masa). La concentración de ácido propiónico en la corriente de vapor es, por ejemplo, no mayor que 106 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 74,0 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 60,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 55,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la corriente de vapor puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa, o puede ser 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa.

La corriente de líquido residual generada en este paso comprende, por ejemplo, el catalizador y el co-catalizador (yoduro de metilo, yoduro de litio, etc.) contenido en la mezcla de reacción y comprende agua, acetaldehído, acetato de metilo, ácido acético, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, ácido fórmico, ácido propiónico que queda sin volatilizarse en este paso y se introduce de manera continua al intercambiador de calor 2b del evaporador 2 a través de la línea 18 utilizando la bomba 57. La concentración del acetaldehído en la corriente de líquido residual es preferiblemente no mayor que 70 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 50 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 40 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 30 ppm en masa). Cuando la concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual se reduce, la generación de productos secundarios tal como crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, yoduro de hexilo y ácido propiónico en el recipiente de reacción 1 se puede suprimir.

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 línea 19 y se recicla. La línea 18 y la línea 19 se mencionan de manera colectiva como las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual. La concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 55 a 90 % en masa, preferiblemente 60 a 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 comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, ácido fórmico, y ácido propiónico y se introduce al recipiente de reacción 1 desde el condensador 2a a través de las líneas 22 y 23 y se recicla. La porción gaseosa comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 2a a través de las líneas 20 y 15. Ya que la reacción para producir ácido acético en el paso de reacción que se mencionó arriba es una reacción exotérmica, una porción del calor acumulado en la mezcla de reacción se transfiere al vapor generado desde la mezcla de reacción en el paso de evaporación (paso de destello). La porción del condensado generada por el enfriamiento de este vapor en el condensador 2a se recicla 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 elimina de manera eficiente en el condensador 2a.

La columna de destilación 3 es una unidad para realizar el primer paso de destilación y sirve como la columna de

eliminación del componente con punto de ebullición más bajo en la presente realización. El primer paso de destilación es el paso para someter la corriente de vapor introducida de manera continua a la columna de destilación 3 para tratamiento de destilación para separar o eliminar los componentes con punto de ebullición más bajo. Más específicamente, en el primer paso de destilación, la corriente de vapor se separa por destilación en una corriente superior rica en por lo menos un componente con punto de ebullición más bajo 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 platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 3, el número teórico de platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50.

En el interior de la columna de destilación 3, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de 80 a 160 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión 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 superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 90 a 130 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura de no menos del punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 120 a 165 °C (preferiblemente 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 línea 21. Desde la parte superior de columna de la columna de destilación 3, un vapor como la corriente superior se retira de manera continua a la línea 24. Desde la parte inferior de columna de la columna de destilación 3, una fracción inferior se retira de manera continua a la línea 25. 3b indica un recalentador. Desde la posición de altura entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna de la columna de destilación 3, la corriente de ácido acético (primera corriente de ácido acético; líquido) como una corriente lateral se retira de manera continua a través de la línea 27.

La extracción del vapor desde la parte superior de columna de la columna de destilación 3 comprende una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído y ácido fórmico. Este vapor también comprende ácido acético. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 3a a través de la línea 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 comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído y ácido fórmico y se introduce de manera continua al decantador 4 desde el condensador 3a a través de la línea 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 comprende agua y, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído y ácido fórmico. La fase orgánica comprende, por ejemplo, yoduro de metilo y, por ejemplo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído y ácido fórmico.

Como se describió arriba, en el método de producción de la presente invención, un evaporador se calienta y (i) la concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos que 2340 ppm en masa, y/o (ii) la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y/o (iii) la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y, además, por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído a un recipiente de reacción.

En lo que se mencionó con anterioridad (i), la concentración del acetaldehído en la fase acuosa es preferiblemente no menor a 2400 ppm en masa, más preferiblemente no menor a 2500 ppm en masa, y además preferiblemente no menor a 2600 ppm en masa. El límite superior de la concentración de acetaldehído en la fase acuosa puede ser, por ejemplo, 1,0 % en masa o 5000 ppm en masa. En lo que se mencionó con anterioridad (ii), la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa es preferiblemente no mayor que 18,5 % en masa, más preferiblemente no mayor que 17,5 % en masa, y además preferiblemente no mayor que 17,0 % en masa. El límite inferior de la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa puede ser, por ejemplo, 1,0 % en masa o 5,0 % en masa o puede ser 8,0 % en masa o 10,0 % en masa. En lo que se mencionó con anterioridad (iii), la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es preferiblemente no mayor que 37,5 % en masa, más preferiblemente 37,0 % en masa, además preferiblemente no mayor que 35,0 % en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 30,0 % en masa (por ejemplo, no mayor que 25,0 % en masa). El límite inferior de la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica puede ser, por ejemplo, 1,0 % en masa, 2,0 % en masa o 5,0 % en masa o 10,0 % en masa o puede ser 15,0 % en masa (por ejemplo, 20,0 % en masa).

Cuando la concentración del acetaldehído en la fase acuosa, la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa o la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica está dentro escaladle intervalo antes

mencionado, la cantidad del acetaldehído distribuida en el lado de la fase acuosa se incrementa. Por lo tanto, la eficiencia de separación y eliminación del acetaldehído se puede mejorar en gran medida al someter esta fase acuosa al paso de separación y eliminación del acetaldehído.

5 En la realización de la presente, una porción de la fase acuosa se somete a reflujo a la columna de destilación 3 a través de la línea 29, y otra porción de la fase acuosa se introduce en el sistema de separación y eliminación del acetaldehído 9 a través de las líneas 29, 30, y 51 para separar y eliminar el acetaldehído de la línea 53 a la parte exterior del sistema. El líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído se recicla al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 52 y 23. Otra porción de la fase acuosa se puede reciclar al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 29, 30, y 23 sin pasar a través del sistema de separación y eliminación del acetaldehído 9. La fase orgánica se introduce en el recipiente de reacción 1 a través de las líneas 31 y 23 y se recicla. Una porción de la fase orgánica puede, si es necesario, introducirse al sistema de separación y eliminación del acetaldehído 9 a través de las líneas 31 y 50. Además de o en lugar del reflujo de la fase acuosa a la columna de destilación 3, la fase orgánica se puede someter a reflujo a la columna de destilación 3.

15 Una relación de reflujo de la columna de destilación 3 se explica abajo. Cuando solo la fase acuosa del condensado de la primera corriente superior se somete a reflujo a la columna de destilación 3, una relación de reflujo de la fase acuosa (cantidad de la fase acuosa sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase acuosa) es deseable, por ejemplo, no menor que 2, preferiblemente no menor que 3, más preferiblemente no menos que 5, además preferiblemente no menor que 8, y particularmente de manera preferida no menor que 10 (por ejemplo, no menor que 12). Cuando solo la fase orgánica del condensado de la primera corriente superior se somete a reflujo a la columna de destilación 3, una relación de reflujo de la fase orgánica (cantidad de la fase orgánica sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase orgánica) es deseable, por ejemplo, no menor que 1, preferiblemente no menor que 1,5, más preferiblemente no menor que 2, además preferiblemente no menor que 4, y particularmente de manera preferida no menor que 5. Además, cuando tanto la fase acuosa como la orgánica del condensado de la primera corriente superior se someten a reflujo a la columna de destilación 3, una relación de reflujo total de las fases acuosa y orgánica (cantidad total de las fases acuosa y orgánica sometidas a reflujo/cantidad total del destilado de las fases acuosa y orgánica) es deseable, por ejemplo, no menor que 1,5, preferiblemente no menor que 2,3, más preferiblemente no menor que 3,5, además preferiblemente no menor que 6, y particularmente de manera preferida no menor que 8,5. También, cuando la fase acuosa se somete a reflujo a la columna de destilación 3, una relación de reflujo de la fase acuosa (cantidad de la fase acuosa sometida a reflujo/cantidad del destilado de la fase acuosa) es preferiblemente no menor que 2, más preferiblemente no menor que 3, además preferiblemente no menor que 5, y particularmente de manera preferida no menor que 8, en particular, no menor que 12. En cualquier caso, el límite superior de la relación de reflujo de la primera columna de destilación puede ser, por ejemplo, 3000 (particularmente 1000) o puede ser 100 (particularmente 30). Ya que el acetaldehído se puede condensar en la parte superior de la columna al elevar la relación de reflujo de la primera columna de destilación, la eficiencia de la eliminación del acetaldehído se puede mejorar más al someter al condensado de la parte superior de la columna al paso de separación y eliminación del acetaldehído.

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

La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo del sistema de separación y eliminación del acetaldehído. De acuerdo con este flujo, en el caso de tratar, por ejemplo, la fase orgánica en el paso de separación y eliminación del acetaldehído, la fase orgánica se alimenta a una columna de destilación (primera columna de eliminación del acetaldehído) 91 a través de una línea 101 y se separa en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo (línea 103). La corriente superior se condensa en un condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 91 (línea 104), y la porción restante del condensado se alimenta a una columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento por extracción con agua introducida desde una línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento por extracción se alimenta a una columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de una línea 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en un condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 93 (línea 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación del acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92, y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación del acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111, y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del proceso y se vuelven a utilizar. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar

a la columna de destilación 91 a través de una línea 110. El líquido de la línea 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 (línea 106 o 116) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

5 De acuerdo con el flujo de la figura 2, en el caso de tratar la fase acuosa en el paso de separación y eliminación del acetaldehído, por ejemplo, la fase acuosa se alimenta a la columna de destilación (primera columna de eliminación de acetaldehído) 91 a través de la línea 101 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 103). La corriente superior se condensa en el condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 91 (línea 104), y la porción restante del condensado se alimenta a la columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento por extracción con agua introducida desde la línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento por extracción se alimenta a una columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de la línea 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en el condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 93 (línea 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación del acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92, y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación del acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111, y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del proceso y se vuelven a utilizar. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar a la columna de destilación 91 a través de la línea 110. El líquido de la línea 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 (línea 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 proceso que comprende por lo menos el agua, el ácido acético (AC), el yoduro de metilo (Mel), y el acetaldehído (AD) también se puede separar y eliminar por el uso de destilación por extracción, además del método descrito arriba. Por ejemplo, la fase orgánica y/o fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente del proceso se alimenta a una columna de destilación (columna de destilación por extracción). Además, un solvente de extracción (por lo general, agua) se introduce a una zona de concentración (por ejemplo, espacio de la parte superior de la columna a la posición de alimentación de la mezcla de carga) 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 retira como una corriente lateral (corriente de corte lateral). Esta corriente lateral se separa en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa se puede destilar para de este modo descargar el acetaldehído a la parte exterior del sistema. En el caso donde una cantidad relativamente grande del agua está presente en la columna de destilación, el líquido que cae de la zona de concentración se puede retirar como una corriente lateral sin introducir el solvente de extracción a la columna de destilación. Por ejemplo, una unidad (bandeja de chimenea, etc.) que puede recibir el líquido (extracto) que cae de la zona de concentración se coloca en esta columna de destilación de manera un líquido (extracto) recibido por esta unidad se puede retirar como una corriente lateral. La posición de introducción del solvente 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 solvente de extracción y más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. De acuerdo con este método, el acetaldehído se puede retirar con una concentración alta de un concentrado de yoduro de metilo y el acetaldehído utilizando un solvente de extracción (por lo general, agua). Además, la región entre el sitio de introducción del solvente de extracción y el sitio de corte lateral se utiliza como una zona de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído se puede retirar de manera eficiente con una pequeña cantidad del solvente de extracción. Por lo tanto, por ejemplo, el número de platos en la columna de destilación puede disminuir de manera drástica en comparación con un método para retirar un extracto por destilación por extracción desde la parte inferior de columna de la columna de destilación (columna de destilación por extracción). Además, la carga de vapor también se puede reducir. Además, la relación del yoduro de metilo a acetaldehído (relación de Mel/AD) en un extracto de agua puede disminuir en comparación con un método para combinar la destilación por eliminación de aldehído de la figura 2 con una extracción de agua utilizando una pequeña cantidad de un solvente de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído se puede remover bajo 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 inferior de la columna). La relación del acetaldehído a yoduro de metilo en la corriente lateral es más grande que la relación de acetaldehído a yoduro de metilo en la mezcla de carga y la fracción inferior. La fase orgánica (fase de yoduro de metilo) obtenida por la separación de la corriente lateral se puede reciclar a esta columna de destilación. En este caso, la posición de reciclado de la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral es 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 solvente miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente del proceso se puede introducir a esta columna de destilación (columna de destilación por extracción).

Ejemplos del solvente miscible incluyen ácido acético y acetato de etilo. La posición de introducción del solvente 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. También, la posición de introducción del solvente miscible es preferiblemente inferior a una posición de reciclado en el caso donde la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recicla a esta columna de destilación. La fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recicla a la columna de destilación, o el solvente 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 se puede reducir. Por lo tanto, la contaminación de la fase acuosa con yoduro de metilo se puede suprimir.

El número teórico de platos de la columna de destilación (columna de destilación por extracción) es, por ejemplo, 1 a 100, preferiblemente 2 a 50, además preferiblemente 3 a 30, particularmente de manera preferida 5 a 20. El acetaldehído se puede separar y eliminar de manera eficiente por un número más pequeño de platos que 80 a 100 platos en una columna de destilación o una columna de destilación por extracción para uso en la eliminación convencional del acetaldehído. La relación en masa entre la velocidad de flujo del solvente 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 proceso) (anterior/posterior) se puede seleccionar escaladamente intervalo de 0,0001/100 a 100/100 y por lo general es 0,0001/100 a 20/100, preferiblemente 0,001/100 a 10/100, más preferiblemente 0,01/100 a 8/100, además preferiblemente 0,1/100 a 5/100. La temperatura superior de la columna 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 superior de la columna es, en el orden de, por ejemplo, 0,1 a 0,5 MPa en términos de 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 uso en la eliminación del acetaldehído convencional.

La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo del sistema de separación y eliminación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, la fase orgánica y/o la fase acuosa (mezcla de carga) obtenidas por la separación de la corriente del proceso se alimenta a una parte media (posición entre la parte superior de columna y la parte inferior de columna) de una columna de destilación 94 a través de una línea de alimentación 201, mientras se introduce agua a la misma desde cerca de la parte superior de la columna a través de una línea 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 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 la chimenea 200 se retira, se introduce a un decantador 95 a través de una línea 208, y se separa. La fase acuosa (que comprende acetaldehído) en el decantador 95 se introduce a un enfriador 95a a través de una línea 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 eliminación del acetaldehído) a través de una línea 216 y se destila. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 97a a través de una línea 217 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, acetaldehído y yoduro de metilo) se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 97, y la porción restante se desecha o se alimenta a una columna de destilación 98 (columna de destilación por extracción) a través de una línea 220. El agua se introduce a la misma desde cerca de la parte superior de columna de la columna de destilación 98 a través de una línea 222, seguida por destilación por extracción. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 98a a través de una línea 223 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, yoduro de metilo) se somete a reflujo a la parte superior de la columna, y la porción restante se recicla al sistema de reacción a través de una línea 226, pero se puede descargar desde afuera del sistema. Preferiblemente toda la cantidad, de la fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en el decantador 95 se recicla por debajo de la posición de la bandeja de la chimenea 200 de la columna de destilación 94 a través de las líneas 209 y 210. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 y la fase orgánica del decantador 96 se reciclan a la columna de destilación 94 a través de las líneas 213 y 210 y las líneas 214 y 210, respectivamente, pero no se pueden reciclar. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 se puede utilizar como un solvente de extracción (agua) en la columna de destilación 94. Una porción de la fase acuosa del decantador 96 se puede reciclar a la columna de destilación 94 a través de la línea 210. En algunos casos (por ejemplo, el caso donde el acetato de metilo está contenido en la mezcla de carga) un solvente (ácido acético, acetato de etilo, etc.) miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente del proceso se puede alimentar a la columna de destilación 94 a través de una línea 215 para de este modo mejorar la eficiencia de la destilación. La posición de alimentación del solvente miscible a la columna de destilación 94 es superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga (unión de la línea 201) e inferior a la unión de la línea de reciclado 210. Una fracción inferior de la columna de destilación 94 se recicla al sistema de reacción. Un vapor en la parte superior de columna de la columna de destilación 94 se conduce a un condensador 94a a través de una línea 203 y se condensa. El condensado se separa en un decantador 99. La fase orgánica se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 94 a través de una línea 206, mientras que la fase acuosa se conduce al decantador 95 a través de una línea 207. Una fracción inferior (el agua es un componente principal) de la columna de destilación 97 y una fracción

inferior (el agua que comprende 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 líneas 218 y 224, respectivamente, o se reciclan al sistema de reacción. Un gas que no se ha condensado en el condensador 94a, 97a, o 98a (línea 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 separación y eliminación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, un condensado de un vapor de la parte superior de columna de la columna de destilación 94 se conduce a un tanque de retención 100, y toda la cantidad del mismo se somete a reflujo a la parte superior de columna de la columna de destilación 94 a través de la línea 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 separación y eliminación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, toda la cantidad de un líquido en la bandeja de la chimenea 200 se retira, se introduce directamente al enfriador 95a a través de la línea 208 sin la parte media 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 arriba, la porción gaseosa generada en el condensador 3a comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 3a a través de las líneas 32 y 15. Por ejemplo, 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 comprende los componentes útiles tal como yoduro de metilo se recicla en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se vuelve a utilizar.

La fracción inferior extraída de la parte inferior de columna de la columna de destilación 3 comprende una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes con punto de ebullición más alto) que el del ácido acético en comparación con la corriente superior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y comprende, por ejemplo, ácido propiónico, y el catalizador arrastrado y el co-catalizador mencionados arriba. Esta fracción inferior también comprende, por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo y agua. En la presente realización, una porción de dicha fracción inferior se introduce de manera continua al evaporador 2 a través de las líneas 25 y 26 y se recicla, y otra porción de la fracción inferior se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 25 y 23 y se recicla.

La primera corriente de ácido acético que se extrae de manera continua como una corriente lateral de la columna de destilación 3 se enriquece más 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, 90,0 a 99,9 % en masa, preferiblemente 93,0 a 99,0 % en masa. Además del ácido acético, la primera corriente de ácido acético también comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, ácido fórmico, ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo.

En la primera corriente de ácido acético, una concentración de yoduro de metilo es, por ejemplo, 0,1 a 18 % en masa (por ejemplo, 0,1 a 8 % en masa) y preferiblemente 0,2 a 13 % en masa (por ejemplo, 0,2 a 5 % en masa), una concentración de agua es, por ejemplo, 0,1 a 8 % en masa y preferiblemente 0,2 a 5 % en masa, y la concentración de acetato de metilo es, por ejemplo, 0,1 a 8 % en masa y preferiblemente 0,2 a 5 % en masa. Además, la concentración de crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 1,34 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,20 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 0,60 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa o 0,05 ppm en masa. La concentración de 2-etil crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 0,60 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, y más preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa o 0,05 ppm en masa. La concentración de ácido propiónico en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 106 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 100 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 90,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la primera corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa, o puede ser 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa.

La posición de conexión de la línea 27 a la columna de destilación 3 puede ser, como se muestra en el dibujo, más alta que la posición de conexión de la línea 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 línea 21 a la columna de destilación 3 o puede ser igual a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada a la siguiente columna de destilación 5 a través de la línea 27.

Cuando la fracción inferior extraída de la parte inferior de columna de la columna de destilación 3 o la primera corriente de ácido acético extraída de la columna de destilación 3 como una corriente lateral tiene calidad aceptable, puede ser ácido acético del producto como es.

A la primera corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 27, hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar a través de la línea 55 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar, por ejemplo, como una solución tal como una solución 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 proceso, el hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar a un sitio apropiado donde está presente el yoduro de hidrógeno. El hidróxido de potasio agregado durante el proceso también reacciona con ácido acético para formar acetato de potasio.

La columna de destilación 5 es una unidad para realizar el segundo paso de destilación y sirve como la columna de deshidratación así denominada en la presente realización. El segundo paso de destilación es un paso 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. Un material (material de por lo menos una parte de contacto con líquido y una parte de contacto con gas) de la columna de destilación 5 es preferiblemente una aleación a base de níquel o zirconio. En caso de utilizar dicho material, la corrosión desde dentro de la columna de destilación debido al yoduro de hidrógeno o ácido acético se puede suprimir, y la elución de un ion de metal corroído se puede suprimir.

Una mezcla de carga para la columna de destilación 5 comprende por lo menos una porción de la primera corriente de ácido acético (línea 27) y una corriente diferente a la primera corriente de ácido acético [por ejemplo, una corriente de reciclado desde el paso corriente abajo (por ejemplo, la línea 42)] se puede agregar.

La columna de destilación 5 está compuesta de, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 5, el número teórico de platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50. La relación de reflujo se selecciona opcionalmente de no menor que 0,2 de acuerdo con el número teórico de platos y preferiblemente es no menor que 0,3, más preferiblemente no menor que 0,35 y además preferiblemente no menor que 0,4. El límite superior de la relación de reflujo de la columna de destilación 5 es, por ejemplo, 3000 (especialmente 1000) o puede ser 100 o aproximadamente 10.

En el interior de la columna de destilación 5 en el segundo paso de destilación, la presión superior de la columna es, por ejemplo, 0,10 a 0,28 MPa (presión manométrica), preferiblemente 0,15 a 0,23 MPa (presión del manómetro) y además preferiblemente 0,17 a 0,21 MPa (presión del manómetro). La presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y es, por ejemplo, 0,13 a 0,31 MPa (presión del manómetro), preferiblemente 0,18 a 0,26 MPa (presión del manómetro) y además preferiblemente 0,20 a 0,24 MPa (presión del manómetro). En el interior de la columna de destilación 5 en el segundo paso de destilación, se prefiere que la temperatura superior de la columna sea menor que 165 °C y la temperatura inferior de la columna sea menor que 175 °C. Cuando la temperatura superior de la columna y la temperatura inferior de la columna de la columna de destilación 5 se ajustan al intervalo antes mencionado, la corrosión desde dentro de la columna de destilación debido al yoduro de hidrógeno o ácido acético se puede suprimir más, y la elución de los iones de metal corroído se pueden suprimir más. La temperatura superior de la columna es más preferiblemente menor que 163 °C, además preferiblemente menor que 161 °C, particularmente de manera preferida menor que 160 °C y, en particular, preferiblemente menor que 155 °C. El límite inferior de la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, 110 °C. La temperatura inferior de la columna es más preferiblemente menor que 173 °C, además preferiblemente menor que 171 °C y particularmente de manera preferida menor que 166 °C. El límite inferior de la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, 120 °C.

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

La extracción del vapor desde la parte superior de columna de la columna de destilación 5 comprende una cantidad

más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 5 y comprende, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, crotonaldehído y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 5a a través de la línea 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 comprende, 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 línea 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 líneas 35, 36, y 23 y se recicla. La porción gaseosa generada en el condensador 5a comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 5a a través de las líneas 37 y 15. El yoduro de hidrógeno en la porción gaseosa que ha entrado al sistema de depuración 8 se absorbe en 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 comprende los componentes útiles tal como yoduro de metilo se recicla en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se vuelve a utilizar.

Una fracción inferior retirada de la parte inferior de columna de la columna de destilación 5 o la corriente lateral (segunda corriente de ácido acético) que se retira de la parte media de la columna se enriquece más con el ácido acético que la primera corriente de ácido acético introducida de manera continua en 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, 99,10 a 99,99 % en masa siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. En la presente realización, en el caso de retirar 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.

En la presente invención, la segunda corriente de ácido acético tiene un valor de prueba de permanganato de potasio alto y por lo tanto puede ser un ácido acético del producto como es. Sin embargo, la segunda corriente de ácido acético puede contener una cantidad muy pequeña de impurezas [por ejemplo, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, acetato de butilo, ácido propiónico, acetato de potasio (cuando el hidróxido de potasio se alimenta a la línea 27 etc.), yoduro de hidrógeno, y el catalizador arrastrado y co-catalizador mencionada arriba]. De este modo, dicha fracción inferior o una corriente lateral se puede introducir de manera continua a la columna de destilación 6 a través de la línea 34 y destilarse.

La concentración de crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 1,10 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,90 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,70 ppm en masa (por ejemplo, no mayor que 0,60 ppm en masa). El límite inferior de la concentración del crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa o 0,05 ppm en masa. La concentración de 2-etil crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 0,80 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 0,70 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 0,40 ppm en masa. El límite inferior de la concentración del 2-etil crotonaldehído en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,01 ppm en masa o 0,05 ppm en masa. La concentración de ácido propiónico en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 130 ppm en masa, preferiblemente no mayor que 120 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 110 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa. El límite inferior de la concentración de ácido propiónico en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 1,0 ppm en masa, o 5,0 ppm en masa o 10,0 ppm en masa. La concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, no mayor que 30 ppb en masa, preferiblemente no mayor que 25 ppb en masa, más preferiblemente no mayor que 20 ppb en masa, además preferiblemente no mayor que 17 ppb en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 10 ppb en masa. El límite inferior de la concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, 0,1 ppb en masa (o 1,0 ppb en masa).

A la segunda corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 34, hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar a través de la línea 56 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar, por ejemplo, como una solución tal como una solución 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 el tercer paso de destilación y sirve como la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más alto en la presente realización. El tercer paso de destilación es un paso 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. En esta realización, el tercer paso de destilación no es un paso indispensable. La columna de destilación 6 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 6, el número teórico de platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50, y la relación de reflujo es, por ejemplo, 0,2 a 3000 de acuerdo con el número teórico de platos. En el interior de la columna de destilación 6 en el tercer paso de destilación, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión 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 el tercer paso de destilación, la temperatura 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 en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160 °C.

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

La extracción del vapor desde la parte superior de columna de la columna de destilación 6 comprende una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 6 y comprende, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 6a a través de la línea 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 comprende, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol y ácido fórmico. Por lo 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 línea 40. Una porción (destilado) de la porción del condensado puede ser reciclada del condensador 6a a través de las líneas 41 y 42 a la primera corriente de ácido acético en la línea 27 antes de la introducción en la columna de destilación 5. Junto con esto o en lugar de esto, una porción (destilado) de la porción del condensado se puede reciclar del condensador 6a a través de las líneas 40, 41 y 43 a la corriente de vapor en la línea 21 antes de la introducción a la columna de destilación 3. También, una porción (destilado) de la porción del condensado se puede reciclar al recipiente de reacción 1 desde el condensador 6a a través de las líneas 40, 44, y 23. Además, como se mencionó arriba, una porción del destilado del condensador 6a puede ser alimentada 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 comprende los componentes útiles se introduce o se recicla al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se vuelve a utilizar. Además, una porción del destilado del condensador 6a puede conducir a varias bombas (no se muestran) operadas en el aparato, a través de líneas (no se muestran) y se utiliza como soluciones de sellado en estas bombas. Además, una porción del destilado del condensador 6a se puede retirar de manera constante a la parte exterior del aparato a través de una línea de extracción fija a la línea 40, o se puede extraer de manera no constante a la parte exterior del aparato según sea necesario. En el caso donde una porción (destilado) de la porción del condensado se elimina del sistema de tratamiento por destilación en la columna de destilación 6, la cantidad del destilado (relación del destilado) es, por ejemplo, 0,01 a 30 % en masa, preferiblemente 0,1 a 10 % en masa, más preferiblemente 0,3 a 5 % en masa, más preferiblemente 0,5 a 3 % en masa, del condensado generado en el condensador 6a. Por otro lado, la porción gaseosa generada en el condensador 6a comprende, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de 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 líneas 45 y 15.

La fracción inferior extraída de la parte inferior de columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 comprende una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes con punto de ebullición más alto) que la del ácido acético en comparación con la corriente superior de la columna de destilación 6 y comprende acetato, por ejemplo, acetato de propionato y potasio (en el caso de alimentar álcali tal

como hidróxido de potasio a la línea 34, etc.). También, la extracción de la fracción inferior de la parte inferior de columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 también comprende, por ejemplo, un metal corroído tal como un metal formado en o liberado de la pared interior de un miembro que constituye este aparato de producción de ácido acético, y un compuesto formado de yodo derivado de yodo corrosivo y metal corroído, etc. En la presente realización, dicha fracción inferior se descarga a la parte exterior de aparato de producción de ácido acético.

La corriente lateral extraída continuamente a la línea 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, 99,800 a 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) se puede utilizar en lugar de la columna de destilación 6. En particular, ya que la presente invención proporciona ácido acético que tiene un valor de prueba de permanganato de potasio más alto por el tratamiento de evaporación en el evaporador 5, la columna de destilación 6 se puede omitir.

La columna de resina de intercambio iónico 7 es una unidad de purificación para realizar el paso de eliminación por adsorción. Este paso de eliminación por adsorción es un paso para purificar además el ácido acético por eliminación por adsorción de, principalmente, yoduros de alquilo (por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo, yoduro de decilo, etc.) contenidos en una cantidad muy pequeña en la tercera corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de resina de intercambio iónico 7. La columna de destilación 6 se puede omitir para alimentar la segunda corriente de ácido acético desde la columna de destilación 5 a la columna de resina de intercambio iónico 7. Además, el paso de eliminación por adsorción utilizando la columna de resina de intercambio iónico 7 no se dispone necesariamente.

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. Ejemplos de dicha resina de intercambio iónico puede incluir resinas de intercambio catiónico donde una porción de los protones de salida en un grupo de intercambio tal como un grupo de ácido sulfónico, un grupo carboxilo, o un grupo de ácido fosfónico se sustituye por un metal tal como plata o cobre. En el paso de eliminación 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 eliminan de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio iónico 7 en el paso de eliminación por adsorción, la temperatura interna es, por ejemplo, 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, 3 a 15 m³/h·m³ (volumen de la resina).

Una cuarta corriente del ácido acético se conduce de manera continua a la línea 47 desde el extremo inferior de la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es 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 en la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es, por ejemplo, 99,900 a 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 se puede disponer como una unidad de purificación para purificar más la cuarta corriente de ácido acético desde la columna de resina de intercambio iónico 7. En el caso donde dicha columna del producto se dispone, la columna del producto consiste en, por ejemplo, una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna del producto, el número teórico de platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50, y la relación de reflujo es, por ejemplo, 0,5 a 3000 de acuerdo con el número teórico de platos. En el interior de la columna del producto en el paso de purificación, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -190 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna del producto, la temperatura 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 en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160 °C. Un simple destilador (evaporador) se puede utilizar en lugar de la columna del producto o la columna de acabado.

5 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 en la columna de producto. Un vapor como una corriente superior que comprende una muy poca cantidad de los componentes con punto de ebullición más bajo (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 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 se puede reciclar 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 comprende una muy pequeña cantidad de componentes con punto de ebullición más alto se extrae de manera continua de la parte inferior de columna de la columna del producto. Esta fracción inferior se recicla a, por ejemplo, la segunda corriente de ácido acético en la línea 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 columna y la parte inferior de 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, 99,900 a 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 se puede colocar corriente abajo de la columna del producto en lugar de (o además de) su colocación corriente abajo de la columna de destilación 6 para tratar la corriente de ácido acético desde la columna del producto.

Ejemplos

De aquí en adelante, la presente invención se describirá con más detalle con referencia a los Ejemplos. Sin embargo, la presente invención no pretende limitarse por estos Ejemplos. Las unidades "partes", "%", "ppm" y "ppb" todas se basan en la masa. La concentración del agua se midió por el método de determinación del agua de Karl Fischer; la concentración del metal se midió por medio del análisis de ICP (o análisis de adsorción atómica); y las concentraciones de otros componentes se midieron por cromatografía de gas.

40 Ejemplo comparativo 1

Los siguientes experimentos se realizaron en una planta piloto de ácido acético del método de metanol (cf. Fig. 1). Cuatrocientas partes del líquido de la mezcla de reacción [composición: 7,6 % de yoduro de metilo (MeI), 4,5 % de acetato de metilo (MA), 2,5 % de agua (H₂O), 910 ppm de complejo de rodio (en términos de rodio), 14,1 % de yoduro de litio (LiI), 212 ppm de acetaldehído (AD), 2,0 ppm de crotonaldehído (CR), 2,2 ppm de 2-etil crotonaldehído (2ECR), 280 ppm de ácido propiónico, y ácido acético como un equilibrio (sin embargo, una cantidad muy pequeña de impurezas se contienen) obtenida en un recipiente de reacción [una presión total de 2,8 MPa (presión absoluta), una presión parcial del monóxido de carbono de 1,4 MPa (presión absoluta), una presión parcial del hidrógeno de 0,5 MPa (presión absoluta), una temperatura de reacción de 187 °C] se alimentaron a un evaporador, y el evaporador se calentó para evaporar 25 % (velocidad de evaporación: 25 %). La concentración de acetaldehído en la fracción inferior del evaporador fue 73 ppm. Cien partes del vapor del evaporador [composición: 27,2 % de yoduro de metilo, 14,7 % de acetato de metilo, 2,0 % de agua, 689 ppm de acetaldehído, 2,8 ppm de crotonaldehído, 0,60 ppm de 2-etil crotonaldehído, 84,6 ppm de ácido propiónico, y ácido acético como un equilibrio (sin embargo, una cantidad muy pequeña de impurezas se contienen)] se alimentaron a la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo [20 platos reales, posición de alimentación: el segunda plato de la parte inferior, una presión superior de la columna de 250 kPa (presión absoluta), una temperatura superior de la columna de 140 °C] para condensar el vapor superior de la columna. Después de la separación en una fase acuosa y una fase orgánica en un decantador, una porción de la fase acuosa (11 partes) se envió a una columna de eliminación del acetaldehído [80 platos reales, posición de alimentación: el onceavo plato de la parte inferior, una presión superior de la columna de 280 kPa (presión absoluta), una temperatura superior de la columna de 52 °C] para separar y eliminar el acetaldehído a la parte exterior del sistema, y una solución acuosa (1,6 partes) después de la eliminación del acetaldehído se recicló al sistema de reacción como un líquido destilado. La porción restante de la fase acuosa se sometió a reflujo en la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo. La cantidad sometida a reflujo/cantidad de destilado de la fase acuosa se refinó como una relación de reflujo, y la relación de reflujo se ajustó a 2. La fase orgánica (41 partes) se recicló directamente al sistema de reacción. Desde la parte inferior de columna de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo, 3 partes

se extrajeron como una fracción inferior y se reciclaron al sistema de reacción. Desde la parte media (el cuarto plato de la parte inferior) de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo, 65,7 partes se extrajeron como una corriente de corte lateral (side cut, SC) y se alimentaron a una columna de deshidratación [50 platos reales, posición de alimentación: la treinta y cuatro platos de la parte inferior, una presión superior de la columna de 295 kPa (presión absoluta), una temperatura de la parte superior de la columna de 150 °C]. Una porción del condensado de vapor superior de la columna de la columna de deshidratación se sometió a reflujo (recicló) a la columna de deshidratación, y la porción restante (19 partes) se reciclaron al sistema de reacción como un líquido destilado. La relación de reflujo (cantidad sometida a reflujo/ cantidad del destilado) de la columna de deshidratación se ajustó a 0,5. Como resultado, 46,7 partes del ácido acético del producto se obtuvieron como una fracción inferior de la parte inferior de columna de la columna de deshidratación. La cantidad de acetaldehído eliminada (cantidad de AD eliminada) fueron 0,0141 partes, y la relación de la cantidad de AD eliminado a la cantidad de la fracción inferior de la columna de deshidratación (cantidad del producto producido) fue $3,02 \times 10^{-4}$. En el ácido acético del producto, el contenido de crotonaldehído fue 1,28 ppm, el contenido de 2-etil crotonaldehído fue 0,95 ppm, el contenido de ácido propiónico fue 150 ppm, y el contenido de yoduro de hexilo fue 36 ppb. El tiempo del ácido permangánico (tiempo de camaleón) del ácido acético del producto se midió como 40 minutos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 2

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 1 se realizó salvo que una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se ajustó a 10. Con este cambio, la composición del líquido de la mezcla de reacción y la composición de vapor del evaporador se cambiaron. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 1

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 2 se realizó salvo que una velocidad de evaporación en el evaporador se ajustó a 28 %. Con este cambio, la composición del líquido de la mezcla de reacción y la composición de vapor del evaporador se cambiaron. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 2

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 2 se realizó salvo que una velocidad de evaporación en el evaporador se ajustó a 31 %. Con este cambio, la composición del líquido de la mezcla de reacción y la composición de vapor del evaporador se cambiaron. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 3

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 2 se realizó salvo que una velocidad de evaporación en el evaporador se ajustó a 35 %. Con este cambio, la composición del líquido de la mezcla de reacción y la composición de vapor del evaporador se cambiaron. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 4

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 2 se realizó salvo que una velocidad de evaporación en un evaporador se ajustó a 31 % y una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se ajustó a 15. Con este cambio, la composición del líquido de la mezcla de reacción y la composición de vapor del evaporador se cambiaron. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

En la Tabla 1, "AD" representa acetaldehído, "MeI" representa yoduro de metilo, "MA" representa acetato de metilo, "AC" representa ácido acético, "CR" representa crotonaldehído, "2ECR" representa 2-etil crotonaldehído, "PA" representa ácido propiónico, y "HexI" representa yoduro de hexilo. En la Tabla 1, el valor numérico en la columna de cada componente representa una concentración.

Tabla 1

	Ejemplo Comparativo		Ejemplo			
	1	2	1	2	3	4
Velocidad de evaporación del evaporador (%)	25	25	28	31	35	31
Relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición inferior	2	10	10	10	10	15

		Ejemplo Comparativo		Ejemplo			
		1	2	1	2	3	4
Líquido de la mezcla de reacción	AD (ppm)	212	212	209	205	203	194
	Mel (%)	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6	7,6
	MA (%)	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
	H ₂ O (%)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	CR (ppm)	2,0	1,8	1,3	0,8	0,6	0,5
	2ECR (ppm)	2,2	1,9	1,0	0,7	0,4	0,3
	PA (ppm)	280	251	213	213	209	140
Fracción inferior del evaporador	AD (ppm)	73	73	58	36	20	34
Alimentación a la columna de eliminación del componente con punto de ebullición inferior	AD (ppm)	689	689	597	581	543	550
	Mel (%)	27,2	27,2	24,7	22,7	20,3	22,7
	MA (%)	14,7	14,7	13,2	12,1	10,8	12,1
	H ₂ O (%)	2,0	2,0	2,8	3,2	3,5	3,5
	AC (%)	56,1	56,1	59,1	61,9	65,3	61,7
	CR (ppm)	2,8	2,5	1,7	1,0	0,7	0,6
	2ECR (ppm)	0,60	0,48	0,36	0,31	0,21	0,10
	PA (ppm)	84,6	75,8	63,2	61,1	60,0	42,0
Fase acuosa del decantador	AD (ppm)	2330	2330	2470	2630	2810	2720
	Mel (%)	3,2	3,2	3,5	3,6	3,2	3,2
	MA (%)	19,0	19,0	18,1	17,3	16,5	16,7
	H ₂ O (%)	68,6	68,6	69,3	70,1	71,8	71,8
	AC (%)	9,0	9,0	8,9	8,7	8,2	8,0
Fase orgánica del decantador	AD (ppm)	1160	1160	1080	1140	1130	1090
	Mel (%)	59,8	59,8	61,6	63,2	65,0	64,7
	MA (%)	38,0	38,0	36,2	34,6	33,0	33,4
	H ₂ O (%)	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
	AC (%)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,3	1,2
Coeficiente de distribución de AD [fase acuosa (%) / fase orgánica (%)]		2,01	2,01	2,29	2,31	2,49	2,50
Líquido de corte lateral de la columna de eliminación del componente con punto ebullición inferior	CR (ppm)	1,50	1,35	0,99	0,63	0,49	0,39
	2ECR (ppm)	0,72	0,62	0,47	0,41	0,28	0,18
	PA (ppm)	120	108	88,7	83,9	78,6	58,9
Fracción inferior de la columna de deshidratación (producto)	CR (ppm)	1,28	1,15	0,84	0,53	0,42	0,33
	2ECR (ppm)	0,95	0,82	0,63	0,54	0,37	0,23
	PA (ppm)	150	135	112	110	103	72,0
	Hexl (ppb)	36	31	23	19	18	15
Cantidad del producto producido (partes)		46,7	46,7	47,5	48,9	51,3	48,4
Cantidad de AD eliminado (partes)		0,0141	0,0157	0,0167	0,0178	0,0190	0,0184
Cantidad de AD eliminado / Cantidad del producto producido ($\times 10^{-4}$)		3,02	3,36	3,51	3,63	3,70	3,80
Tiempo de camaleón del producto (minuto)		40	90	120	140	145	160

Discusión sobre los resultados

5 De la comparación del Ejemplo Comparativo 2 y los Ejemplos 1 a 3, es evidente que cuando una velocidad de

evaporación se eleva al calentar el evaporador, y la concentración de AD de la fracción inferior del evaporador disminuye, y la composición de alimentación de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo cambia, la concentración de AD en un decantador incrementa y la concentración de MA del decantador se mantiene por debajo de un cierto valor para de este modo incrementar un coeficiente de distribución de AD [concentración de AD de fase acuosa (%)/concentración de AD de fase orgánica (%)] y, como resultado, una eficiencia de eliminación del AD aumenta y la concentración de AD en el recipiente de reacción se reduce para disminuir las cantidades de CR, 2ECR, Hexl y PA generadas y elevar el tiempo de camaleón del producto.

De la comparación de los Ejemplos Comparativos 1 y 2 y los Ejemplos 2 y 4, es evidente que incluso en el caso de la misma velocidad de evaporación del evaporador, cuando una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo se eleva, el coeficiente de eliminación de AD se eleva y la concentración de AD en el recipiente de reacción se reduce para disminuir las cantidad de CR, 2ECR, Hexl y PA generadas y para elevar el tiempo de camaleón del producto.

De lo anterior, es evidente que cuando el evaporador se calienta para elevar la concentración de AD en el decantador superior de la columna de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo o para reducir la concentración de MA y cuando una relación de reflujo de la columna de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo también se eleva, la eficiencia de eliminación de AD se incrementa para mejorar la calidad del producto.

En conclusión, la composición de la presente invención y su variación se anexan a continuación.

[1] Un método para producir ácido acético, que comprende:

un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;

un paso de evaporación de introducir y calentar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual;

un paso de reciclado de corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual al recipiente de reacción;

un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica;

un primer paso de reciclado de la corriente superior de reciclado de por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y

un paso de separación y eliminación del acetaldehído de separar y eliminar acetaldehído en una corriente del proceso,

donde con calentamiento del evaporador, (i) una concentración del acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menor que 2340 ppm en masa, y; (ii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa, y; (iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción y/o el paso de eliminación o separación del acetaldehído y/u otros procesos.

[2] El método para producir ácido acético de acuerdo con [1], donde el sistema catalizador comprende además un yoduro iónico.

[3] El método para producir ácido acético de acuerdo con [1] o [2], donde con respecto a las condiciones de operación de la primera columna de destilación, cuando solo la fase acuosa se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase acuosa es no menor que 2 (preferiblemente no menor que 3, más preferiblemente no menor que 5, además preferiblemente no menor que 8, particularmente de manera preferida no menor que 10 y, en particular, no menor que 12); cuando solo la fase orgánica se somete a reflujo, una relación de reflujo de la fase orgánica es no menor que 1 (preferiblemente no menor que 1,5, más preferiblemente no menor que 2, además preferiblemente no menor que 4, y particularmente de manera preferida no menor que 5); y cuando tanto la fase acuosa como la orgánica se someten a reflujo, una relación de reflujo total de las fases acuosa y orgánica es no menor que 1,5 (preferiblemente no menor que 2,3, más preferiblemente no menor que 3,5, además preferiblemente no menor que 6, y particularmente de manera preferida no menor que 8,5).

[4] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [1] a [3], donde el método además comprende un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético con una segunda columna de destilación en una segunda corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético.

[5] El método para producir ácido acético de acuerdo con [4], donde en la segunda corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,10 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,90 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 0,70 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,60 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,80 ppm en masa

(preferiblemente no mayor que 0,70 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,40 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 130 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 120 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 110 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa).

[6] El método para producir ácido acético de acuerdo con [4] o [5], donde la concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético es no mayor que 30 ppb en masa, (preferiblemente no mayor que 25 ppb en masa, más preferiblemente no mayor que 20 ppb en masa, además preferiblemente no mayor que 17 ppb en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 10 ppb en masa).

[7] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [1] a [6], donde una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual en el evaporador se ajusta a no más de 70 ppm en masa, (más preferiblemente no más de 60 ppm en masa, más preferiblemente no más de 50 ppm en masa, además preferiblemente no más de 40 ppm en masa y particularmente de manera preferida no más de 30 ppm en masa).

[8] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [1] a [7], donde en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,7 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,0 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 0,8 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,6 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 1,8 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, particularmente de manera preferida mayor que 1,0 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,8 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 240 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 230 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 220 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 200 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 180 ppm en masa).

[9] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [1] a [8], donde en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 2,4 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 2,2 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 2,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 1,2 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,45 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,30 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 74,0 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 65,0 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 55,0 ppm en masa).

[10] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [1] a [9], donde en la primera corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,34 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,20 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,60 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,60 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 100 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 90,0 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa).

[11] Un método para producir ácido acético, que comprende:

un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;

un paso de evaporación de introducir y calentar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual;

un paso de reciclado de corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual al recipiente de reacción;

un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica;

un primer paso de reciclado de la corriente superior de reciclado de por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y

un paso de separación y eliminación del acetaldehído de separar y eliminar acetaldehído en una corriente del proceso,

donde con calentamiento del evaporador, (i) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa; y (ii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa; y (iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y

una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual se controla a no más de 70 ppm en masa; por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación de acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción y/o el paso de separación y eliminación del acetaldehído y/u otros procesos; y una relación de reflujo de la fase acuosa de

la primera columna de destilación es no menor que 2.

[12] El método para producir ácido acético de acuerdo con [11], donde el sistema catalizador comprende además un yoduro iónico.

5 [13] El método para producir ácido acético de acuerdo con [11] o [12], donde una relación de reflujo de la fase acuosa es no menor que 3 (preferiblemente no menor que 5, más preferiblemente no menor que 8, además preferiblemente no menor que 10, y particularmente de manera preferida no menor que 12).

10 [14] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [13], donde el método además comprende un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético con una segunda columna de destilación en una segunda corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético.

15 [15] El método para producir ácido acético de acuerdo con [14], donde en la segunda corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,10 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,90 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 0,70 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,60 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,80 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 0,70 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,60 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,40 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 130 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 120 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 110 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa).

20 [16] El método para producir ácido acético de acuerdo con [14] o [15], donde la concentración de yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético es no mayor que 30 ppb en masa, (preferiblemente no mayor que 25 ppb en masa, más preferiblemente no mayor que 20 ppb en masa, además preferiblemente no mayor que 17 ppb en masa y particularmente de manera preferida no mayor que 10 ppb en masa).

25 [17] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [16], donde una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual en el evaporador se ajusta a no más de 60 ppm en masa, (preferiblemente no más de 50 ppm en masa, más preferiblemente no más de 40 ppm en masa, y además preferiblemente no más de 30 ppm en masa).

30 [18] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [17], donde en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,7 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,0 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 0,8 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,6 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 1,8 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,4 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,2 ppm en masa, particularmente de manera preferida mayor que 1,0 ppm en masa y, en particular, no mayor que 0,8 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 240 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 230 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 220 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 200 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 180 ppm en masa).

40 [19] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [18], donde en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 2,4 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 2,2 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 2,0 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 1,6 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 1,2 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,45 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,30 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 74,0 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 65,0 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 55,0 ppm en masa).

50 [20] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [19], donde en la primera corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,34 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 1,20 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 1,00 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 0,80 ppm en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 0,60 ppm en masa); y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,60 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 0,50 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 0,40 ppm en masa); y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 100 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 90,0 ppm en masa, y además preferiblemente no mayor que 80,0 ppm en masa).

55 [21] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [20], donde en lo que se mencionó con anterioridad (i), una concentración del acetaldehído en la fase acuosa es no menor a 2400 ppm en masa (preferiblemente no menor a 2500 ppm en masa, y más preferiblemente no menor a 2600 ppm en masa).

60 [22] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [21], donde en lo que se mencionó con anterioridad (ii), una concentración del acetato de metilo en la fase acuosa es no mayor que 18,5 % en masa (preferiblemente no mayor que 17,5 % en masa, y más preferiblemente no mayor que 17,0 % en masa).

65 [23] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [22], donde en lo antes mencionado (iii), una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es no mayor que 37,5 % en masa (preferiblemente no mayor que 37,0 % en masa, más preferiblemente no mayor que 35,0 % en masa, además preferiblemente no mayor que 30,0 % en masa, y particularmente de manera preferida no mayor que 25,0 % en masa).

[24] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [23], donde en lo antes mencionado (iii), el límite inferior de la concentración de acetato de metilo en la fase orgánica es 1,0 % en masa (preferiblemente 2,0 % en masa, más preferiblemente 5,0 % en masa, además preferiblemente 10,0 % en masa, particularmente de manera preferida 15,0 % en masa y, en particular, 20,0 % en masa).

5 [25] El método para producir ácido acético de acuerdo con cualquiera de [11] a [24], donde una concentración de acetaldehído en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción es no mayor que 500 ppm en masa (preferiblemente no mayor que 450 ppm en masa, más preferiblemente no mayor que 400 ppm en masa, además preferiblemente no mayor que 350 ppm en masa, particularmente de manera preferida no mayor que 300 ppm en masa, en particular no mayor que 250 ppm en masa, y más preferiblemente no mayor que 210 ppm en masa).

10

Disponibilidad industrial

El método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención se puede utilizar como un método industrial para producir ácido acético por el proceso de carbonilación del método de metanol (proceso de ácido acético del método de metanol).

15

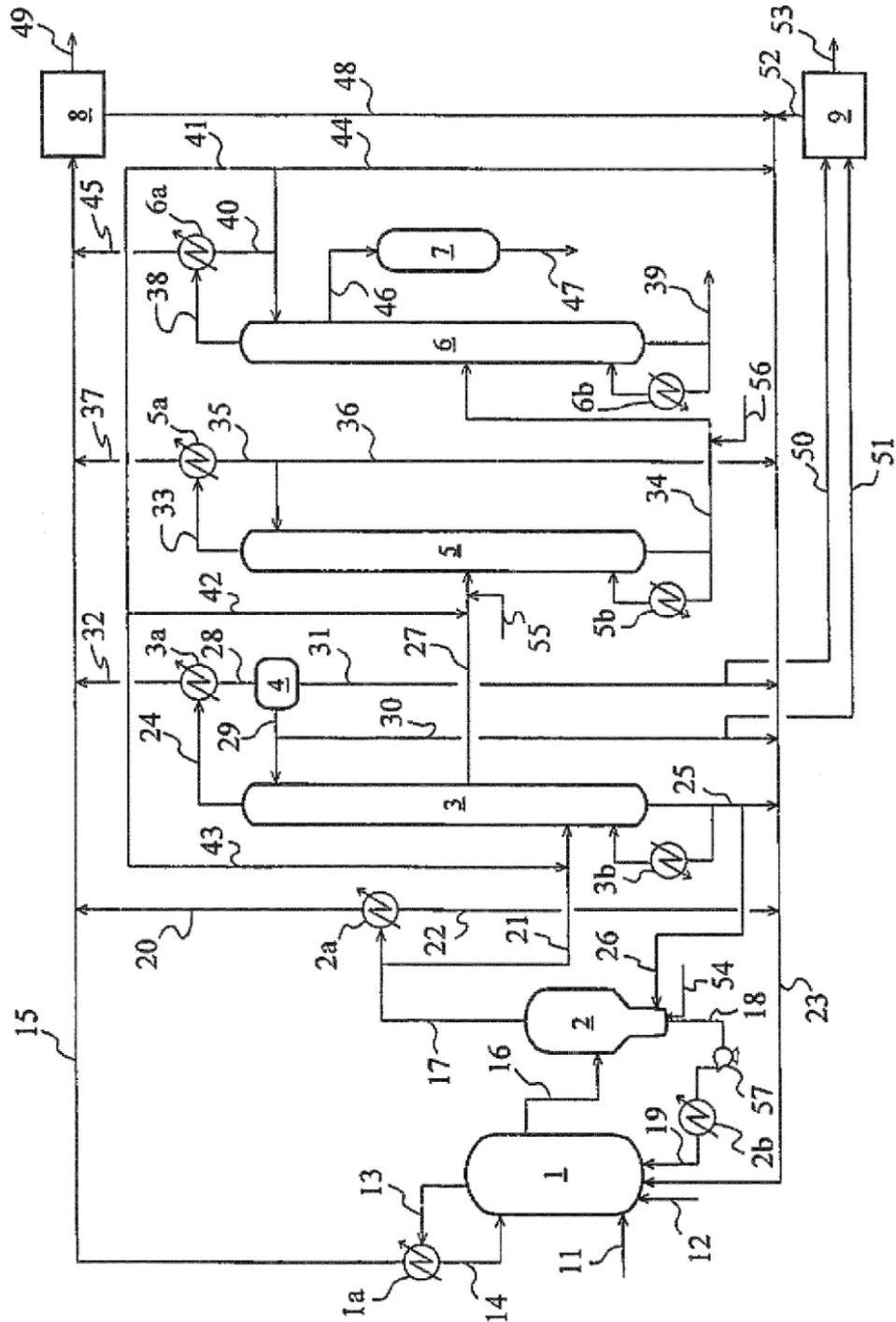
Listado de Signos de Referencia

- 20 1: recipiente de reacción
- 2: evaporador
- 3, 5, y 6: columna de destilación
- 4: decantador
- 7: columna de resina de intercambio iónico
- 8: sistema de depuración
- 25 9: sistema de separación y eliminación de acetaldehído
- 16: línea de alimentación de la mezcla de reacción
- 17: línea de descarga de la corriente de vapor
- 18 y 19: línea de reciclado de la corriente de líquido residual
- 30 54: línea de introducción del gas que contiene monóxido de carbono
- 55 y 56: línea de introducción de hidróxido de potasio
- 57: bomba de circulación del catalizador
- 91: columna de destilación (primera columna de eliminación del acetaldehído)
- 92: columna de extracción
- 35 93: columna de destilación (segunda columna de eliminación del acetaldehído)
- 94: columna de destilación (columna de destilación por extracción)
- 95: decantador
- 96: decantador
- 97: columna de destilación (columna de eliminación del acetaldehído)
- 98: columna de destilación (columna de destilación por extracción)
- 40 99: decantador
- 200: bandeja de la chimenea

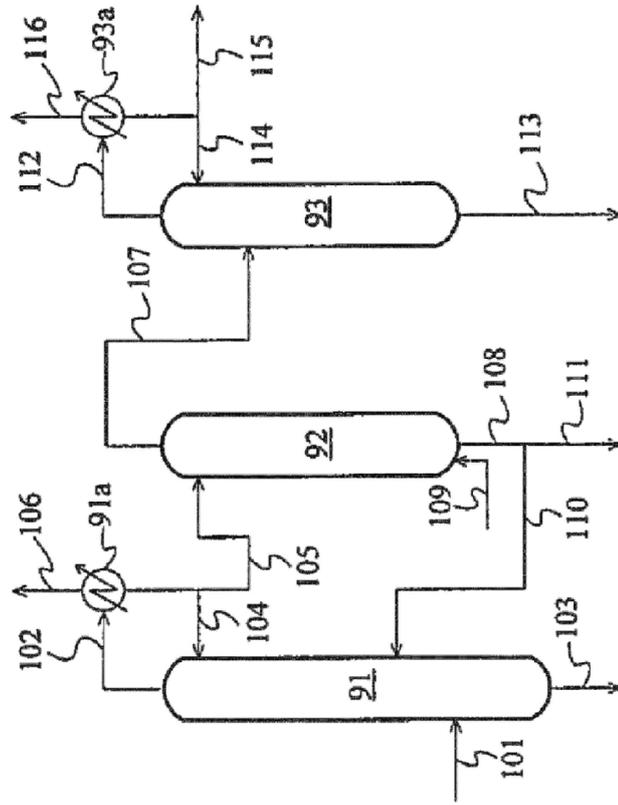
REIVINDICACIONES

1. Un método para producir ácido acético, que comprende: un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que comprende un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético; un paso de evaporación de introducir y calentar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en un evaporador para separar la mezcla de reacción en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual; un paso de reciclado de corriente de líquido residual de reciclar la corriente de líquido residual al recipiente de reacción; un paso de eliminación del componente con punto de ebullición más bajo de separar la corriente de vapor con una primera columna de destilación en una primera corriente superior rica en yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético y de condensar y separar la primera corriente superior para obtener una fase acuosa y una fase orgánica; un primer paso de reciclado de la corriente superior de reciclar por lo menos una porción de la fase acuosa y/o la fase orgánica al recipiente de reacción; y un paso de separación y eliminación del acetaldehído de separar y eliminar acetaldehído en una corriente del proceso, en el que con el calentamiento del evaporador,
- (i) una concentración de acetaldehído en la fase acuosa se controla a no menos de 2340 ppm en masa; y
- (ii) una concentración de acetato de metilo en la fase acuosa se controla a menos de 19,0 % en masa; y
- (iii) una concentración de acetato de metilo en la fase orgánica se controla a menos de 38,0 % en masa, y por lo menos una porción de la fase acuosa se trata en el paso de separación y eliminación del acetaldehído para reciclar un líquido residual después de la separación y eliminación del acetaldehído al recipiente de reacción y/o el paso de separación y eliminación del acetaldehído y/u otros procesos.
2. El método para producir ácido acético de conformidad con la reivindicación 1, en el que el sistema catalizador comprende además un yoduro iónico.
3. El método para producir ácido acético de conformidad con la reivindicación 1 o 2, en el que con respecto a las condiciones de operación de la primera columna de destilación, cuando solo la fase acuosa se somete a reflujo a la primera columna de destilación, una relación de reflujo de la fase acuosa es no menor a 2; cuando solo la fase orgánica se somete a reflujo, una relación de reflujo de la fase orgánica es no menor a 1; y cuando tanto la fase acuosa como la orgánica se someten a reflujo, una relación de reflujo total de las fases acuosa y orgánica es no menor a 1,5.
4. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, comprendiendo además un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético con una segunda columna de destilación en una segunda corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético.
5. El método para producir ácido acético de conformidad con la reivindicación 4, en el que en la segunda corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,10 ppm en masa; y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,80 ppm en masa; y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 130 ppm en masa.
6. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual en el evaporador se ajusta a no más de 70 ppm en masa.
7. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que en el líquido de la mezcla de reacción del recipiente de reacción, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,7 ppm en masa; y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 1,8 ppm en masa; y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 240 ppm en masa.
8. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que en la corriente de vapor alimentada a la primera columna de destilación, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 2,4 ppm en masa; y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,45 ppm en masa; y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa.
9. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que en la primera corriente de ácido acético, una concentración de crotonaldehído es no mayor que 1,34 ppm en masa; y/o una concentración de 2-etil crotonaldehído es no mayor que 0,60 ppm en masa; y/o una concentración de ácido propiónico es no mayor que 106 ppm en masa.
10. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que una concentración de acetaldehído en la corriente de líquido residual se controla a no más de 70 ppm en masa y una relación de reflujo de la fase acuosa de la primera columna de destilación es no menor que 2.

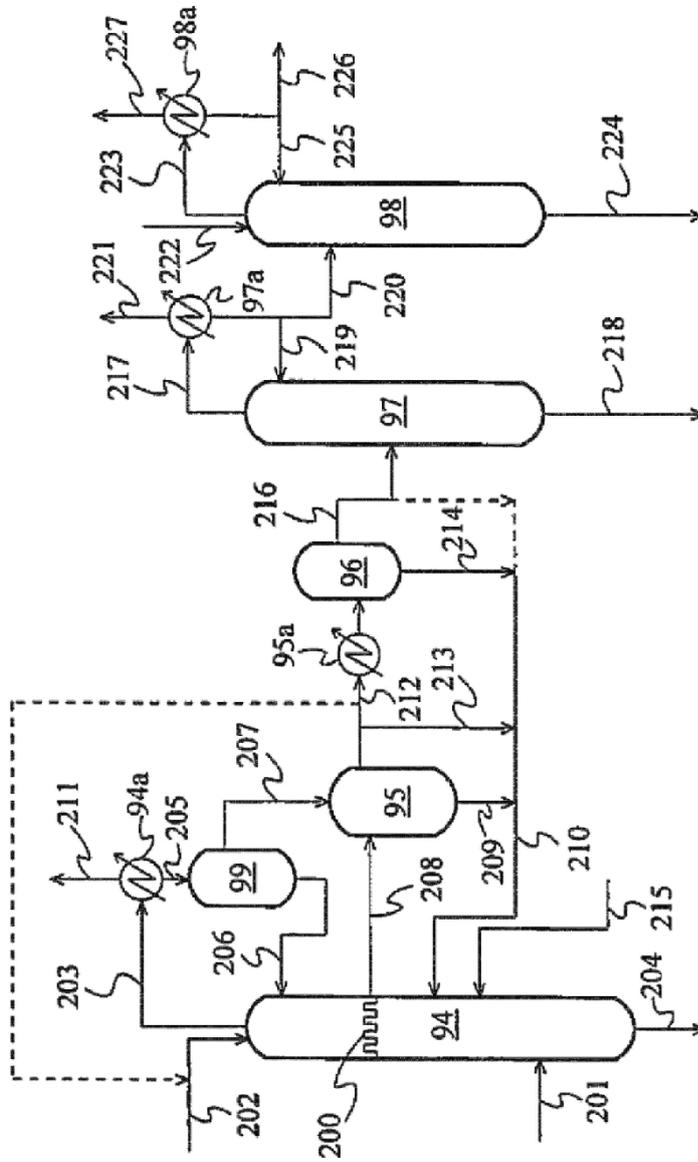
[Figura 1]



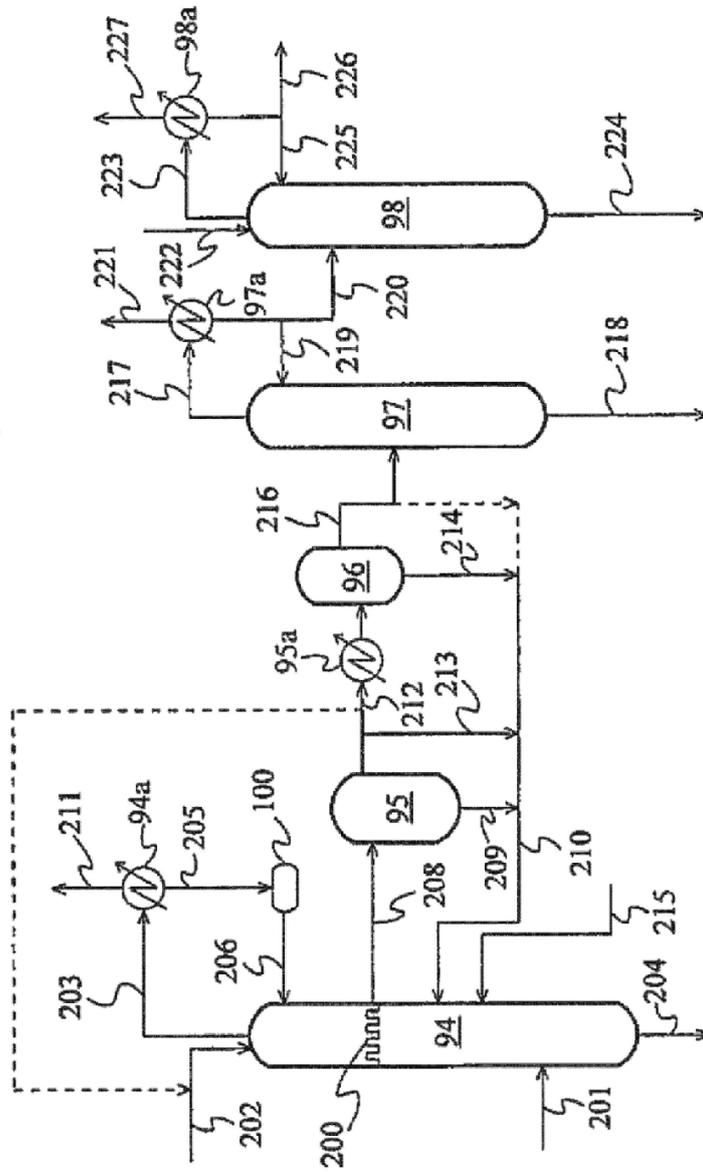
[Figura 2]



[Figura 3]



[Figura 4]



[Figura 5]

