

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 790 525**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.09.2016 PCT/JP2016/077651**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.04.2017 WO17057085**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.09.2016 E 16851259 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.04.2020 EP 3219699**

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

30 Prioridad:

29.09.2015 JP 2015192286

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

28.10.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIMIZU, MASAHIKO;
HIRABAYASHI, NOBUYUKI y
MIZUTANI, YOSHIHISA**

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

ES 2 790 525 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método de producción de ácido acético

5 **Campo técnico**

La presente invención se relaciona en general a métodos para producir ácido acético. Esta solicitud reclama prioridad de la Solicitud de Patente Japonesa No. 2015-192286 presentada el 29 de septiembre de 2015.

10 **Técnica anterior**

Se conoce un procedimiento de carbonilación de metanol como un procedimiento de síntesis de ácido acético que es adecuado para la producción industrial de ácido acético. Con este procedimiento de síntesis, los materiales de partida metanol y monóxido de carbono reaccionan entre sí en la presencia de un catalizador predeterminado para formar ácido acético.

Una planta de producción de ácido acético para uso en la producción de ácido acético que usa el procedimiento de carbonilación de metanol incluye dos o más unidades tales como un reactor, un evaporador de expansión brusca (*flash evaporator*), una columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición, y una columna de deshidratación. En la planta de producción de ácido acético como se mencionó antes, el ácido acético se produce normalmente a través de procedimientos en las unidades individuales como sigue. En el reactor, el ácido acético se forma continuamente de los materiales de partida metanol y monóxido de carbono por una reacción de carbonilación de metanol. En el evaporador de expansión rápida, un líquido de reacción del reactor, donde el líquido de reacción contiene ácido acético formado en el reactor, es sometido a un denominado tratamiento de evaporación de expansión rápida para extraer vapor de ácido acético crudo del líquido de reacción. En la columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición, el ácido acético crudo se somete a destilación, y una corriente líquida de ácido acético enriquecido con ácido acético se extrae fuera de la columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición. La destilación se realiza principalmente para remover componentes de bajo punto de ebullición del ácido acético crudo, donde los componentes de bajo punto de ebullición tienen puntos de ebullición más bajos en comparación con el ácido acético. En la columna de deshidratación, la corriente de ácido acético se somete a destilación principalmente para remover agua de la corriente de ácido acético, y una corriente líquida de ácido acético enriquecida más con ácido acético se extrae de la columna de deshidratación.

El procedimiento de carbonilación de metanol puede emplear yoduro como un promotor para ayudar a la acción de un catalizador a ser usado. El yodo, cuando se usa, forma yoduro de hidrógeno como un subproducto en el reactor. El yoduro de hidrógeno, con el producto principal de ácido acético y otras sustancias, pasa a través de las unidades en la planta de producción de ácido acético, actúa como un ácido fuerte, y causa la corrosión de la planta de producción de ácido acético. Las técnicas para disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición pueden encontrarse normalmente en la Publicación Internacional de PCT Número WO 2013/137236 (PTL 1). Las técnicas para disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de deshidratación pueden encontrarse normalmente en la Publicación Internacional de PCT Número WO 2012/086386 (PTL 2).

El documento US 2009/0036710 A1 (PTL 3) divulga que la corriente de ácido acético obtenida mediante un corte lateral de la segunda columna de destilación se introduce en un intercambiador de calor para su enfriamiento y, además, se alimenta a través de una línea de alimentación a la parte de carga o superior de una columna de retirada de haluros (yoduros) equipada con una resina de intercambio de iones en la misma. Las concentraciones de agua de ácido acético obtenidas mediante corte lateral de la primera columna de destilación se divulgan en la Tabla 3 de la página 17 del documento PTL 3. Se añade KOH acuoso adicional a la segunda columna de destilación. De acuerdo con el documento PTL 3, el ácido acético introducido en el paso de retirada de yoduros se caracteriza por la relación molar de KOH/HI, la relación de retirada de HI y el HI en el producto de ácido acético.

El documento US 5.576.458 (PTL 4) se refiere a un proceso para la preparación de un ácido carboxílico orgánico, tal como ácido acético, que comprende un paso de reacción, un primer paso de destilación, un segundo paso de destilación y un tercer paso de destilación. De acuerdo con el documento PTL 4, se obtienen concentraciones de ácido acético de no más de 84,3 % en peso.

Lista de Citas

60 Documentos de Patente

PTL 1: Publicación Internacional de PCT Número WO 2013/137236

PTL 2: Publicación Internacional de PCT Número WO 2012/086386; que corresponde al documento US 2013/0264186 A1

65 PTL 3: documento US 2009/0036710 A1

PTL 4: documento US 5.576.458

Sumario de la invención

Problema técnico

5 Suponga que la planta de producción de ácido acético que da yoduro de hidrógeno como un subproducto en el reactor incluye además una unidad de purificación tal como una columna de destilación corriente abajo de la columna de deshidratación. En este caso, el yoduro de hidrógeno tiende a ser espesado (concentrado) en la unidad de purificación adicional incluso cuando se emplean las técnicas convencionales para disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición y/o en la columna de deshidratación. El espesamiento del yoduro de hidrógeno en la unidad de purificación adicional causa la corrosión del equipo de producción de ácido acético en la unidad de purificación. La presente invención se ha realizado bajo esas circunstancias y tiene un objetivo de proporcionar un método de producción de ácido acético que es adecuado para restringir la corrosión de ese equipo de producción de ácido acético.

Solución al problema

La presente invención proporciona un método para producir ácido acético en equipo de producción de ácido acético, donde el equipo incluye un reactor, una primera columna de destilación, una segunda columna de destilación, y una unidad de purificación adicional. El método incluye un paso de reacción, un primer paso de purificación, un segundo paso de purificación, y un tercer paso de purificación. En particular, el método comprende:

un paso de reacción de someter a una mezcla de material que comprende metanol, monóxido de carbono, un catalizador, y un yoduro a una reacción de carbonilación de metanol en el reactor para formar ácido acético en una mezcla de reacción;

un paso de evaporación de expansión rápida de evaporar parcialmente la mezcla de reacción para separar la mezcla de reacción en vapores y componentes líquidos residuales, donde una parte de los vapores se introduce en la primera columna de destilación como corriente de ácido acético crudo;

un primer paso de purificación de someter una corriente de ácido acético crudo a destilación en la primera columna de destilación para dar una primera corriente de ácido acético, conteniendo la corriente de ácido acético crudo el ácido acético formado en el paso de reacción, estando la primera corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la corriente de ácido acético crudo;

un segundo paso de purificación de someter la primera corriente de ácido acético a destilación en la segunda columna de destilación como columna de deshidratación para dar una segunda corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la primera corriente de ácido acético; y

un tercer paso de purificación de someter una corriente de ácido acético a purificación en la unidad de purificación adicional, al tiempo que se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que tiene una concentración de agua de 0,001 a 2 por ciento en masa y que pasa, a través de la unidad de purificación adicional, a 100 ppm o menos, para dar una tercera corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético.

Esto da una tercera corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético. Como se usa en la presente, el término "yodos corrosivos" se refiere tanto al yodo en la forma de yoduro de hidrógeno, así como a yodo (iones yodo) disociados de un contra ion. También como se usa en la presente, el término "concentración corrosiva de yodo" se refiere al total de las concentraciones de estos yodos corrosivos. Por ejemplo, la concentración corrosiva de yodo, cuando es del orden de partes por millón (ppm) (por ejemplo 1 ppm o más), puede ser determinada normalmente por titulación coulométrica de un líquido que contiene yodos corrosivos (yodo en la forma de yoduro de hidrógeno, y iones yodo) a ser medidos, donde la titulación se realiza usando una solución acuosa de nitrato de plata como titulante. La concentración corrosiva de yodo, cuando es de menos del orden de ppm (por ejemplo menos de 1 ppm), puede ser determinada normalmente por espectrofotometría catalítica de arsénico-cerio. La concentración de yoduro de hidrógeno, que constituye parte de la concentración corrosiva de yodo, puede ser determinada normalmente al sustraer la concentración de iones metálicos en el líquido de la concentración corrosiva de yodo. Esta es una técnica para derivar la concentración en la suposición de que el contraion de iones metálicos en el líquido es un ion yodo. Los iones metálicos en el líquido son cantidades traza de iones metálicos derivados de componentes en la mezcla de material y cantidades traza de iones metálicos libres derivados de (formados como resultado de) la corrosión de elementos constitutivos o componentes del equipo. Ejemplos no limitantes de los iones metálicos incluyen Fe, Ni, Cr, Co, Mo, Mn, Al, Zn, y Zr. La concentración de ion metálico puede ser determinada normalmente por espectrometría de emisión de plasma acoplada inductivamente (*Inductively Coupled Plasma, IPC*). Como se usa en la presente, el término "ppm" (partes por millón) se refiere a "ppm en masa".

El equipo de producción de ácido acético, con el que se realiza el método, incluye un reactor, una primera columna de destilación, una segunda columna de destilación, y una unidad de purificación adicional. La unidad de purificación adicional está dispuesta corriente abajo de la primera y segunda columnas de destilación. El equipo incluye, además, un evaporador de expansión rápida dispuesto entre el reactor y la primera columna de destilación. La unidad de purificación adicional puede ser seleccionada normalmente de columnas de destilación que sirven como

las denominadas columnas de destilación de remoción del componente de alto punto de ebullición, columnas de resina de intercambio iónico, y columnas de destilación que sirven como las denominadas columnas de acabado o columnas de producto. Con el método, el ácido acético formado en el reactor se somete sucesivamente a dos o más pasos de purificación incluyendo la purificación adicional en la unidad de purificación adicional mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la unidad de purificación adicional del equipo de producción de ácido acético a 100 ppm o menos. El método, incluyendo la purificación adicional en la unidad de purificación adicional, es ventajoso para ofrecer alta pureza del producto resultante de ácido acético. El tercer paso de purificación en la unidad de purificación adicional, realizado con el control de la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos, es adecuado para restringir la corrosión de la unidad. Específicamente, el tercer paso de purificación como se mencionó antes, cuando se realiza, puede eliminar o minimizar el uso de un material de aleación a base de níquel u otro material altamente resistente a la corrosión pero costoso como un material que constituye la pared interior de la unidad de purificación adicional, con el que se realiza el tercer paso de purificación. Los detalles de esto serán descritos en los ejemplos de trabajo mencionados posteriormente. El tercer paso de purificación, cuando se realiza, puede disminuir la cantidad del material resistente a la corrosión a ser usado en el equipo de producción de ácido acético.

Como se describió antes, el método de producción de ácido acético es adecuado para restringir la corrosión de la unidad de purificación adicional y, en consecuencia, es adecuado para restringir la corrosión del equipo de producción de ácido acético. El método de producción de ácido acético, que es adecuado para restringir la corrosión del equipo de producción de ácido acético, es adecuado para eliminar o minimizar el uso de un material resistente a la corrosión costoso en el equipo para reducir el costo en la producción de ácido acético.

En una realización preferida, la unidad de purificación adicional incluye una tercera columna de destilación, y el tercer paso de purificación incluye realizar la destilación en la tercera columna de destilación. Esta configuración es ventajosa para ofrecer alta pureza del producto resultante de ácido acético.

En la realización donde la unidad de purificación adicional incluye la tercera columna de destilación, el tercer paso de purificación preferiblemente incluye alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación, para controlar la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos. El metanol, cuando se alimenta, puede reaccionar con yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de metilo y agua. El acetato de metilo, cuando se alimenta, puede reaccionar con yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de metilo y ácido acético. El hidróxido de potasio, cuando se alimenta, puede reaccionar con el yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de potasio y agua. La disminución de la concentración de yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la corriente de ácido acético. El metanol se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación preferiblemente a un nivel igual a o menor que el nivel al que la corriente de ácido acético se introduce en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de la altura de la tercera columna de destilación. El acetato de metilo se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación preferiblemente a un nivel igual a o menor que el nivel al que la corriente de ácido acético se introduce en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de la altura de la tercera columna de destilación. El hidróxido de potasio se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación preferiblemente a un nivel igual a o menor que el nivel al que la corriente de ácido acético se introduce en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de la altura de la tercera columna de destilación. La configuración como se describió antes es ventajosa para controlar eficientemente la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación a 100 ppm o menos.

En la realización donde la unidad de purificación adicional incluye la tercera columna de destilación, el tercer paso de purificación preferiblemente incluye, para el control de la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos, al menos uno seleccionado del grupo que consiste de reciclar parte de una carga de la tercera columna de destilación a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducida en la segunda columna de destilación, y reciclar parte de la carga de la tercera columna de destilación a la corriente de ácido acético crudo antes de ser introducido en la primera columna de destilación. Como se usa en la presente, el término "carga" de una columna de destilación se refiere a, de condensados, una porción que no regresa como un reflujo líquido a la columna de destilación, pero se remueve del sistema de destilación en la columna de destilación. Los condensados se obtienen al condensar los vapores extraídos, como una corriente de carga, fuera de la columna de destilación durante la destilación, donde el condensado se realiza usando un condensador o cualquier otro dispositivo. De la carga de la tercera columna de destilación, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la primera corriente de ácido acético se someterán al segundo paso de purificación en la segunda columna de destilación y el tercer paso de purificación en la tercera columna de destilación otra vez. Específicamente, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la primera corriente de ácido acético se someterán a una trayectoria de purificación (procedimiento de purificación) centrado en la segunda columna de destilación y una trayectoria de purificación centrada en la tercera columna de destilación otra vez. La trayectoria de purificación centrada en la segunda columna de destilación normalmente incluye un canal para descargar las especies químicas que contienen

yodo del equipo, donde estas especies se derivan de los yodos corrosivos; y un canal para realizar una reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo para formar yoduro de metilo para así disminuir el yoduro de hidrógeno. La trayectoria de purificación centrada en la tercera columna de destilación normalmente incluye un canal para descargar las especies químicas que contienen yodo del equipo, donde las especies se derivan de los yodos corrosivos, y donde las especies químicas que contienen yodo se descargan como componentes en un líquido de fondo de la tercera columna de destilación. De la carga de la tercera columna de destilación, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la corriente de ácido acético crudo tienen la oportunidad de someterse, de nuevo, al primer paso de purificación en la primera columna de destilación, el segundo paso de purificación en la segunda columna de destilación, y el tercer paso de purificación en la tercera columna de destilación. Específicamente, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la corriente de ácido acético crudo tienen la oportunidad de someterse, otra vez, a las trayectorias de purificación centradas en la primera, segunda, y tercera columnas de destilación. La trayectoria de purificación centrada en la primera columna de destilación normalmente incluye un canal para descargar las especies químicas que contienen yodo del equipo, donde estas especies se derivan de los yodos corrosivos; y un canal para realizar una reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo para formar yoduro de metilo para así disminuir el yoduro de hidrógeno. Estas configuraciones relacionadas al reciclaje de los yodos corrosivos son ventajosas para reducir la abundancia del yoduro de hidrógeno y el ion yodo para así controlar la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos en la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde la tercera columna de destilación se ubica corriente abajo de la segunda columna de destilación en el sistema de purificación. La cantidad (cantidad de destilado removido) del destilado a ser removido del sistema de destilación en la tercera columna de destilación es normalmente 0,01 a 30 por ciento en masa, preferiblemente 0,1 a 10 por ciento en masa, más preferiblemente 0,3 a 5 por ciento en masa, y más preferiblemente 0,5 a 3 por ciento en masa, con respecto a la cantidad total del condensado.

Preferiblemente, el equipo de producción de ácido acético incluye además un sistema depurador. El sistema depurador trata parte de los componentes gaseosos generados en el equipo para formar un componente a ser reciclado al reactor; y un componente a ser descargado del equipo. La configuración es ventajosa para convertir los yodos corrosivos contenidos en los componentes gaseosos generados en el equipo de producción de ácido acético en yoduro de metilo a ser reciclado al reactor. Además, la configuración es ventajosa para descargar eficientemente otras especies químicas innecesarias del equipo.

Preferiblemente, parte de la carga de la tercera columna de destilación se introduce en el sistema depurador. Esta configuración es ventajosa normalmente para convertir yodos corrosivos contenidos en la carga de la tercera columna de destilación en yoduro de metilo en el sistema depurador y para reciclar el yoduro de metilo al sistema de reacción a ser reutilizado en la presente. Además, la configuración es incluso ventajosa para descargar otras especies químicas innecesarias del equipo usando el sistema depurador.

Preferiblemente, el tercer paso de purificación incluye alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio a una corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de purificación adicional, para controlar la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos. El metanol, cuando se alimenta, puede reaccionar con yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de metilo y agua. El acetato de metilo, cuando se alimenta, puede reaccionar con yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de metilo y ácido acético. El hidróxido de potasio, cuando se alimenta, puede reaccionar con el yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético para formar yoduro de potasio y agua. La disminución de la concentración de yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la corriente de ácido acético. La alimentación a la corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de purificación adicional se realiza preferiblemente de modo que la corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de purificación adicional tenga una concentración corrosiva de yodo de 100 ppb o menos. Como se usa en la presente, el término "ppb" se refiere a "ppb por masa". Esta configuración es ventajosa para controlar eficientemente la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional a 100 ppm o menos.

La corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional tiene una concentración de agua de 0,001 a 2 por ciento en masa. La corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede tener una concentración de agua de preferiblemente 0,003 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,005 por ciento en masa o más, y especialmente preferiblemente 0,006 por ciento en masa o más. Esto se prefiere desde el punto de vista de permitir que se forme adecuadamente una película pasiva de un material constitutivo de la pared interior en la superficie de la pared interior de la unidad con la purificación en la unidad, para así restringir la corrosión de la pared interior. La corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede tener una concentración de agua de preferiblemente 1 por ciento en masa o menos, y más preferiblemente 0,5 por ciento en masa o menos. Esto se prefiere desde el punto de vista de restringir la ionización (disociación electrolítica) del yoduro de hidrógeno y ácido acético en el líquido a ser tratado con la purificación en la unidad, para así restringir la corrosión de la pared interior de la unidad. Preferiblemente, la concentración de agua en la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional se controla adecuadamente y se maneja normalmente desde los puntos de vista anteriores. Para el control de la concentración de agua en la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional, el agua puede ser alimentada a una corriente de ácido acético antes de ser introducida a la unidad de purificación adicional y/o a la

corriente de ácido acético bajo la purificación en la unidad de purificación adicional.

La purificación en la unidad de purificación adicional puede ser realizada a una temperatura de preferiblemente 160 °C o menor, más preferiblemente 150 °C o menor, más preferiblemente 140 °C o menor, e incluso más preferiblemente 120 °C o menor. Esta configuración es ventajosa para reducir la tasa de corrosión causada por yodo, que procede en la unidad de purificación adicional.

Breve descripción de los dibujos

La única figura (Figura 1) ilustra esquemáticamente la disposición general del equipo de producción de ácido acético con el que se realiza el método de producción de ácido acético de acuerdo con una realización de la presente invención.

Descripción de las realizaciones

La Figura 1 ilustra esquemáticamente el arreglo general del equipo de producción de ácido acético X con el que se desarrolla el método de producción de ácido acético de acuerdo con una realización de la presente invención. El equipo de producción de ácido acético X incluye un reactor 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 depurador 8, condensadores 1a, 2a, 3a, 5a, y 6a, un intercambiador de calor 2b, y las líneas 11 a 48. El equipo de producción de ácido acético X está configurado para producir continuamente el ácido acético. El método de producción de ácido acético de acuerdo con la realización incluye un paso de reacción, un paso de evaporación de expansión rápida, un primer paso de destilación, un segundo paso de destilación, un tercer paso de destilación, y un paso de adsorción/remoción respectivamente realizado en el reactor 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, como se ilustra en lo siguiente.

El reactor 1 es una unidad con la que se desarrolla el paso de reacción. El paso de reacción es el paso para realizar una reacción (reacción de carbonilación de metanol) representada por la Fórmula de Reacción (1) para formar ácido acético continuamente. Una mezcla de reacción, que se agita continuamente normalmente por un agitador, está presente en el reactor 1 durante la operación estacionaria del equipo de producción de ácido acético X. La mezcla de reacción incluye materiales de partida de metanol y monóxido de carbono, un catalizador, un promotor, agua, ácido acético objetivo a ser producido, y varios subproductos. En la mezcla de reacción, una fase líquida y una fase gas (fase vapor) están en equilibrio. La Fórmula de Reacción (1) se expresa como sigue:

[Quím. 1]



Los materiales de partida en la mezcla de reacción son metanol líquido y monóxido de carbono gaseoso. El metanol se alimenta de un depósito de metanol (no se muestra) a través de la línea 11 al reactor 1 continuamente a un caudal de flujo predeterminado. El monóxido de carbono se alimenta de un depósito de monóxido de carbono (no se muestra) a través de la línea 12 al reactor 1 continuamente a un caudal de flujo predeterminado.

El catalizador en la mezcla de reacción juega el papel de promover la reacción de carbonilación del metanol. El catalizador puede ser seleccionado normalmente de catalizadores de rodio y catalizadores de iridio. Un ejemplo no limitante de los catalizadores de rodio es un complejo de rodio representado por la fórmula química $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}_2]$. Un ejemplo no limitante de los catalizadores de iridio es un complejo de iridio representado por la fórmula química $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}_2]$. La mezcla de reacción puede tener una concentración de catalizador normalmente de 200 a 5000 ppm de la fase líquida entera en la mezcla de reacción.

El promotor es un yoduro para ayudar a la actividad del catalizador. Ejemplos no limitantes del yoduro como el promotor incluyen yoduro de metilo y un yoduro iónico. El yoduro de metilo puede ofrecer la acción de promover la catálisis del catalizador. La mezcla de reacción puede tener una concentración de yoduro de metilo de normalmente 1 a 20 por ciento en masa de la fase líquida entera en la mezcla de reacción. El yoduro iónico es un yoduro que forma un ion yodo en el líquido de reacción. El yoduro iónico puede ofrecer las acciones de estabilizar al catalizador y de restringir las reacciones secundarias. Ejemplos no limitantes del yoduro iónico incluyen yoduro de litio, yoduro de sodio, y yoduro de potasio. La mezcla de reacción puede tener una concentración de yoduro iónico de normalmente 1 a 25 por ciento en masa de la fase líquida entera en la mezcla de reacción.

El agua en la mezcla de reacción es un componente que es necesario para formar ácido acético en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol, y es necesaria para disolver los componentes solubles en agua en el sistema de reacción. La mezcla de reacción puede tener una concentración de agua de normalmente 0,1 a 15 por ciento en masa de la fase líquida entera en la mezcla de reacción. La concentración de agua es preferiblemente

15 por ciento en masa o menos para ahorrar la energía necesaria para la remoción de agua en el procedimiento de purificación del ácido acético para ofrecer mayor eficiencia de producción de ácido acético. Para controlar la concentración de agua, el agua puede ser alimentada al reactor 1 continuamente a un caudal de flujo predeterminado.

5 El ácido acético en la mezcla de reacción incluye ácido acético previamente cargado en el reactor 1 antes de la operación del equipo de producción de ácido acético X; y el ácido acético formado como un producto principal de la reacción de carbonilación de metanol. El ácido acético puede actuar como un solvente en el sistema de reacción. La mezcla de reacción puede tener una concentración de ácido acético de normalmente 50 a 90 por ciento en masa, y preferiblemente 60 a 80 por ciento en masa, de la fase líquida entera en la mezcla de reacción.

15 Un ejemplo no limitante de subproductos principales en la mezcla de reacción es acetato de metilo. El acetato de metilo puede ser formado por la reacción entre ácido acético y metanol. La mezcla de reacción puede tener una concentración de acetato de metilo de normalmente 0,1 a 30 por ciento en masa de la fase líquida entera en la mezcla de reacción. Ejemplos no limitantes de los subproductos en la mezcla de reacción también incluyen yoduro de hidrógeno. El yoduro de hidrógeno se forma inevitablemente en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol cuando se usa el catalizador y/o el promotor como en lo anterior. La mezcla de reacción puede tener una concentración de yoduro de hidrógeno de normalmente 0,01 a 2 por ciento en masa de la fase líquida entera en la mezcla de reacción. Ejemplos no limitantes de los subproductos también incluyen hidrógeno, metano, bióxido de carbono, acetaldehído, ácido propiónico, y yoduros de alquilo tales como yoduro de hexilo y yoduro de decilo.

25 Las condiciones de reacción en el reactor 1 que aloja la mezcla de reacción como en lo anterior pueden ser configuradas normalmente como sigue. La temperatura de reacción puede ser normalmente 150 °C a 250 °C; la presión de reacción como una presión total puede ser normalmente 2,0 a 3,5 MPa (presión absoluta); y la presión parcial del monóxido de carbono puede ser normalmente 0,5 a 1,8 MPa (presión absoluta), y preferiblemente 0,8 a 1,5 MPa (presión absoluta).

30 En el reactor 1 durante la operación del equipo, varios componentes de fase gas tienden a ser generados o formados continuamente con la formación continua de ácido acético para así aumentar el volumen total de los vapores. Los vapores en el reactor 1 normalmente incluyen monóxido de carbono, hidrógeno, metano, bióxido de carbono, ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetaldehído, y agua. Los vapores pueden ser extraídos fuera del reactor 1 a través de la línea 13. La presión interna del reactor 1 puede ser controlada al regular la cantidad de los vapores a ser extraídos. Por ejemplo, la presión interna del reactor 1 puede mantenerse constante. Los vapores extraídos fuera del reactor 1 se introducen en el condensador 1a.

40 El condensador 1a enfría y condensa parcialmente los vapores del reactor 1 para separar los vapores en componentes de condensado y componentes gaseosos. Los componentes de condensado normalmente incluyen ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, y agua y se introducen y reciclan del condensador 1a a través de la línea 14 en el reactor 1. Los componentes gaseosos normalmente incluyen monóxido de carbono, hidrógeno, metano, y bióxido de carbono y se alimentan del condensador 1a a través de la línea 15 al sistema depurador 8. Los componentes gaseosos del condensador 1a se separan en el sistema depurador 8, de los que se recuperan los componentes útiles (por ejemplo monóxido de carbono). La separación y recuperación en la realización se realizan de acuerdo con un procedimiento húmedo usando un líquido absorbente (absorbente) para recolectar los componentes útiles de los componentes gaseosos. La separación y recuperación puede también realizarse usando adsorción por oscilación de presión. Los componentes útiles separados, recuperados se reciclan al introducirlos del sistema depurador 8 a través de una línea de reciclaje (no se muestra) en el reactor 1. El tratamiento en el sistema depurador 8 y el reciclaje subsiguiente al reactor 1 como se mencionó antes puede ser aplicado a los componentes gaseosos que se mencionan después alimentados de los otros condensadores al sistema depurador 8.

55 El ácido acético se forma continuamente en el reactor 1 durante la operación del equipo, como se describió antes. La mezcla de reacción que contiene el ácido acético se extrae continuamente fuera del reactor 1 a un caudal de flujo predeterminado y se alimenta a través de la línea 16 en el evaporador 2 subsiguiente (corriente abajo).

60 El evaporador 2 es una unidad con la que se realiza el paso de evaporación de expansión rápida. El paso de evaporación de expansión rápida es el paso de evaporar parcialmente la mezcla de reacción para separar la mezcla en vapores y componentes del líquido residual, donde la mezcla de reacción se introduce continuamente en el evaporador 2. La evaporación puede ser realizada al descomprimir la mezcla de reacción sin calentamiento, o con calentamiento. En el paso de evaporación de expansión rápida, la temperatura del vapor puede ser normalmente 100 °C a 260 °C; la temperatura del componente del líquido residual puede ser normalmente 80 °C a 200 °C; y la presión interna del evaporador puede ser normalmente 50 a 1000 kPa (presión absoluta). La proporción (proporción en peso) de los vapores a los componentes del líquido residual, que se separan uno del otro en el paso de evaporación de expansión rápida, es normalmente 10:90 a 50:50. Los vapores formados en el paso normalmente incluyen ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, yoduro de hidrógeno, metanol, acetaldehído, y ácido propiónico y se extraen continuamente fuera del evaporador 2 en la línea 17. Una parte de los vapores

extraídos fuera del evaporador 2 se introduce continuamente en el condensador 2a, y otra parte (o el restante) de los vapores se introduce continuamente, como una corriente de ácido acético crudo, en la columna de destilación 3 subsiguiente. La corriente de ácido acético crudo puede tener una concentración de ácido acético de normalmente 87 a 99 por ciento en masa. Los componentes del líquido residual formados en el paso incluyen el catalizador y el promotor contenidos en la mezcla de reacción; y ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, y cualesquiera otras sustancias que permanezcan sin volatilización en el paso. Los componentes del líquido residual se introducen continuamente del evaporador 2 a través de la línea 18 en el intercambiador de calor 2b.

El condensador 2a enfría y parcialmente condensa los vapores del evaporador 2 para separar los vapores en componentes de condensado y componentes gaseosos. Los componentes de condensado normalmente incluyen ácido acético, metanol, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, y agua y se introducen y reciclan del condensador 2a a través de las líneas 19 y 20 en el reactor 1. Los componentes gaseosos normalmente incluyen monóxido de carbono e hidrógeno y se alimentan del condensador 2a a través de las líneas 21 y 15 al sistema depurador 8. La reacción de formación de ácido acético en el paso de reacción es una reacción exotérmica. Un parte del calor acumulado en la mezcla de reacción se transfiere a los vapores derivados de la mezcla de reacción en el paso de evaporación de expansión rápida. Los componentes de condensado formados por enfriamiento de los vapores en el condensador 2a se reciclan al reactor 1. A saber, el equipo de producción de ácido acético X es capaz de remover eficientemente el calor generado en la reacción de carbonilación de metanol, por el trabajo del condensador 2a.

El intercambiador de calor 2b enfría los componentes del líquido residual del evaporador 2. Los componentes enfriados del líquido residual se introducen continuamente y reciclan del intercambiador de calor 2b a través de las líneas 22 y 20 en el reactor 1.

La columna de destilación 3 es una unidad con la que se realiza el primer paso de destilación. La columna de destilación 3 en la realización está colocada como una denominada columna de remoción del componente de bajo punto de ebullición. El primer paso de destilación es el paso de someter los vapores a destilación para purificar ácido acético en los vapores, donde los vapores se introducen continuamente en la columna de destilación 3. El primer paso de destilación corresponde normalmente al primer paso de purificación en la presente invención. La columna de destilación 3 puede ser seleccionada normalmente de columnas de rectificación tales como columnas de placas y columnas empacadas. La columna de destilación 3, cuando es una columna de placas, puede contener normalmente 5 a 50 placas teóricas y puede tener una proporción de reflujo de normalmente 0,5 a 3000 de acuerdo con el número de placas teóricas. Al interior de la columna de destilación 3 durante el primer paso de destilación, la presión superior de la columna puede ser ajustada normalmente a 80 a 160 kPa (presión manométrica), y la presión inferior puede ser ajustada normalmente a una presión que es mayor que la presión superior de la columna y que es de 85 a 180 kPa (presión manométrica). Al interior de la columna de destilación 3 durante el primer paso de destilación, la temperatura superior de la columna puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es menor que la temperatura de ebullición del ácido acético a la presión superior ajustada de la columna y que es de 90 °C a 130 °C; y la temperatura inferior puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es igual a o mayor que el punto de ebullición del ácido acético a la presión inferior ajustada y que es de 120 °C a 160 °C.

En la columna de destilación 3, la corriente de ácido acético crudo (vapor) del evaporador 2 se introduce continuamente. En la columna de destilación 3 como en lo anterior, se extraen continuamente fuera los vapores como una corriente de carga de la parte superior de la columna a la línea 23; un líquido de fondo se extrae continuamente fuera de la parte inferior de la columna a la línea 24; y una primera corriente de ácido acético (líquido) como una corriente secundaria se extrae continuamente fuera de la columna de destilación 3 a un nivel de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna, en la línea 25.

Los vapores extraídos fuera de la parte superior de la columna de la columna de destilación 3 están enriquecidos con componentes de bajo punto de ebullición en comparación con el líquido de fondo de la columna de destilación 3, donde los componentes de bajo punto de ebullición tienen menores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético. Los vapores normalmente incluyen acetato de metilo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetaldehído, metanol, y agua. Los vapores también incluyen ácido acético. Los vapores como en lo anterior se introducen continuamente a través de la línea 23 en el condensador 3a.

El condensador 3a enfría y parcialmente condensa los vapores de la columna de destilación 3 para separar los vapores en componentes de condensado y componentes gaseosos. Los componentes de condensado normalmente incluyen acetato de metilo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetaldehído, agua, y ácido acético y se introducen continuamente del condensador 3a a través de la línea 26 en el decantador 4. Los componentes de condensado introducidos en el decantador 4 se separan en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa incluye agua normalmente con acetato de metilo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetaldehído, metanol, y ácido acético. La fase orgánica normalmente incluye acetato de metilo, acetaldehído, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, metanol, y ácido acético. En la realización, una parte de la fase acuosa se refluje (regresa) a través de la línea 27 en la columna de destilación 3, y otra parte (o el restante) de la fase acuosa se introduce y recicla a través de las líneas 27 y 20 en el reactor 1. Una parte de la fase orgánica se introduce y recicla a través de las líneas 28 y 20 en el reactor 1, y otra parte (o el restante) de la fase orgánica se introduce a través de la línea 28 en una unidad

de remoción de acetaldehído (no se muestra). Los componentes gaseosos separados en el condensador 3a normalmente incluyen monóxido de carbono, hidrógeno, y yoduro de hidrógeno y se alimentan del condensador 3a a través de las líneas 29 y 15 al sistema depurador 8. El yoduro de hidrógeno en los componentes gaseosos alimentados al sistema depurador 8 se absorbe por un líquido absorbente (absorbente) en el sistema depurador 8 y reacciona con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente para formar yoduro de metilo. Ese líquido que contiene componentes útiles tales como el yoduro de metilo se introduce o recicla del sistema depurador 8 a través de una línea de reciclado (no se muestra) en el reactor 1, a ser reutilizado. Una parte de los componentes de condensado formados por enfriamiento en el condensador 3a se recicla a través del decantador 4 al reactor 1, como se describió antes. Esta configuración permite al equipo de producción de ácido acético X remover eficientemente calor por el trabajo del condensador 3a.

El líquido de fondo extraído fuera del fondo de la columna de destilación 3 es enriquecido con componentes de alto punto de ebullición en comparación con la corriente de carga de la columna de destilación 3, donde los componentes de alto punto de ebullición tienen mayores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético. El líquido de fondo normalmente incluye ácido propiónico, y el catalizador y el promotor atrapados. El líquido de fondo también incluye, por ejemplo, ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, y agua. En la realización, una parte del líquido de fondo como en lo anterior se introduce continuamente y recicla a través de la línea 24 en el evaporador 2, y otra parte (o el restante) del líquido de fondo se introduce continuamente y recicla a través de las líneas 24 y 20 en el reactor 1.

La primera corriente de ácido acético extraída continuamente, como una corriente secundaria, fuera de la columna de destilación 3 es enriquecida con ácido acético en comparación con la corriente de ácido acético crudo continuamente introducida en la columna de destilación 3. Específicamente, la primera corriente de ácido acético tiene una concentración de ácido acético mayor que la concentración de ácido acético en la corriente de ácido acético crudo. La concentración de ácido acético en la primera corriente de ácido acético puede ser normalmente 99 a 99,9 por ciento en masa, en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético en la corriente de ácido acético crudo. La primera corriente de ácido acético incluye además otros componentes tales como acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, y yoduro de hidrógeno, además de ácido acético. En la realización, la primera corriente de ácido acético se extrae de la columna de destilación 3 a un nivel menor que el nivel al que se introduce la corriente de ácido acético crudo en la columna de destilación 3, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce a través de la línea 25 en la columna de destilación 5 subsiguiente continuamente a un caudal de flujo predeterminado.

La columna de destilación 5 es una unidad con la que se realiza el segundo paso de destilación. La columna de destilación 5 en la realización se coloca como una denominada columna de deshidratación. El segundo paso de destilación es el paso de someter la primera corriente de ácido acético a destilación para purificar más el ácido acético, donde la primera corriente de ácido acético se introduce continuamente en la columna de destilación 5. El segundo paso de destilación corresponde normalmente al segundo paso de purificación en la presente invención. La columna de destilación 5 puede ser seleccionada normalmente de columnas de rectificación tales como columnas de placas y columnas empacadas. La columna de destilación 5, cuando es una columna de placas, puede normalmente tener 5 a 50 placas teóricas y puede tener una proporción de reflujo de normalmente 0,5 a 3000 de acuerdo con el número de las placas teóricas. Al interior de la columna de destilación 5 durante el segundo paso de destilación, la presión superior de la columna puede ser ajustada normalmente a 150 a 250 kPa (presión manométrica), y la presión inferior puede ser ajustada normalmente a una presión que es mayor que la presión superior de la columna y que es de 160 a 290 kPa (presión manométrica). Al interior de la columna de destilación 5 durante el segundo paso de destilación, la temperatura superior de la columna puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es mayor que el punto de ebullición de agua y menor que el punto de ebullición del ácido acético tanto a la presión superior ajustada de la columna, y que es de 130 °C a 155 °C; y la temperatura inferior puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es igual a o mayor que el punto de ebullición de ácido acético a la presión ajustada inferior y que es de 150 °C a 175 °C.

En la columna de destilación 5, la primera corriente de ácido acético (líquido) se introduce continuamente de la columna de destilación 3. A la columna de destilación 5 como en lo anterior, los vapores como una corriente de carga se extraen continuamente fuera de la parte superior de la columna de la línea 30; y un líquido de fondo se extrae continuamente fuera de la parte inferior de la columna de la línea 31. También en la columna de destilación 5, una corriente secundaria (líquido o gas) puede ser extraída continuamente fuera de la línea 32 a un nivel de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna.

Los vapores extraídos fuera de la parte superior de la columna de destilación 5 están enriquecidos con componentes de bajo punto de ebullición en comparación con el líquido de fondo de la columna de destilación 5, donde los componentes de bajo punto de ebullición tienen menores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético. Entonces, los vapores normalmente incluyen agua, acetato de metilo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, y acetaldehído. Los vapores se introducen continuamente a través de la línea 30 en el condensador 5a.

El condensador 5a enfría y parcialmente condensa los vapores de la columna de destilación 5 para separar los

vapores en componentes de condensado y componentes gaseosos. Los componentes de condensado normalmente incluyen agua y ácido acético. Una parte de los componentes de condensado es continuamente refluida del condensador 5a a través de la línea 33 a la columna de destilación 5; y otra parte (o el restante) de los componentes de condensado se introduce continuamente y recicla del condensador 5a a través de las líneas 33 y 34 en el reactor 1. Esta configuración permite al equipo de producción de ácido acético X remover eficientemente calor en el condensador 5a. Los componentes gaseosos separados en el condensador 5a incluyen monóxido de carbono, hidrógeno, bióxido de carbono, metano, nitrógeno, yoduro de hidrógeno, y cualesquiera otras sustancias y se alimentan del condensador 5a a través de las líneas 35 y 15 al sistema depurador 8. El yoduro de hidrógeno en los componentes gaseosos que entran al sistema depurador 8 se adsorbe por el líquido absorbente en el sistema depurador 8 y reacciona con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente para formar yoduro de metilo. Ese líquido que contiene componentes útiles tales como el yoduro de metilo se introduce o recicla del sistema depurador 8 a través de la línea de reciclado (no se muestra) en el reactor 1, para ser reutilizado.

El líquido de fondo extraído fuera del fondo de la columna de destilación 5 es enriquecido con componentes de alto punto de ebullición en comparación con la corriente de carga de la columna de destilación 5, donde los componentes de alto punto de ebullición tienen mayores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético. El líquido de fondo normalmente incluye ácido propiónico, y el catalizador y/o el promotor atrapados. El líquido de fondo también incluye ácido acético. El líquido de fondo como en lo anterior se alimenta a través de la línea 31 a la línea 32 para formar una segunda corriente de ácido acético y se introduce continuamente en la columna de destilación 6 subsiguiente. Suponga que la corriente secundaria se extrae continuamente fuera de la columna de destilación 5 en la línea 32. En este caso, la corriente secundaria y el líquido de fondo de la columna de destilación 5 se combinan entre sí para formar la segunda corriente de ácido acético, y la segunda corriente resultante de ácido acético se introduce continuamente en la columna de destilación 6 subsiguiente.

La segunda corriente de ácido acético está enriquecida con ácido acético en comparación con la primera corriente de ácido acético continuamente introducida en la columna de destilación 5. Específicamente, la segunda corriente de ácido acético tiene una concentración de ácido acético mayor que la concentración de ácido acético en la primera corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético en la segunda corriente de ácido acético puede ser normalmente 99,1 a 99,99 por ciento en masa, en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético en la primera corriente de ácido acético. La segunda corriente de ácido acético incluye además otros componentes tales como acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, y yoduro de hidrógeno, además de ácido acético. En la realización, la corriente secundaria se extrae de la columna de destilación 5 a un nivel menor que el nivel al que se introduce la primera corriente de ácido acético en la columna de destilación 5, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 5.

En el equipo de producción de ácido acético X, al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio puede ser alimentada o agregada a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducida a través de la línea 25 en la columna de destilación 5, donde la al menos una sustancia se alimenta o agrega a través de la línea 36, que es una línea de suministro acoplada a la línea 25. Esta configuración es para el control de la concentración corrosiva de yodo de la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 a 100 ppb o menos. La cantidad de la al menos una sustancia a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la primera corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 25. Como se usa en la presente, el término "yodos corrosivos" se refiere tanto al yodo en la forma de yoduro de hidrógeno, así como a yodo (iones yodo) disociados de un contra ion. También como se usa en la presente, el término "concentración corrosiva de yodo" se refiere al total de las concentraciones de estos yodos corrosivos. La concentración corrosiva de yodo puede ser determinada normalmente por titulación coulométrica de un líquido que contiene yodos corrosivos (yodo en yoduro de hidrógeno, y iones yodo) a ser medidos, donde la titulación se realiza usando una solución acuosa de nitrato de plata como un titulante. La titulación coulométrica puede ser realizada normalmente con un titulador automático (nombre comercial COM-1600, suministrado por HIRANUMA SANGYO CORPORATION). La concentración de yoduro de hidrógeno, que constituye parte de la concentración corrosiva de yodo, puede ser determinada normalmente al sustraer la concentración de iones metálicos en el líquido de la concentración corrosiva de yodo. Esta es una técnica para derivar la concentración en la suposición de que el contraíón de iones metálicos en el líquido es un ion yodo. Los iones metálicos en el líquido son cantidades traza de iones metálicos derivados de componentes en la mezcla de material, y cantidades traza de iones metálicos libres derivados de (causados por) corrosión de los elementos constitutivos del equipo. Ejemplos no limitantes de los iones metálicos incluyen Fe, Ni, Cr, Co, Mo, Mn, Al, Zn, y Zr. La concentración de ion metálico puede ser determinada normalmente por espectrometría de emisión de plasma acoplada inductivamente.

Alimentar metanol a la primera corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, cuando se alimenta metanol, la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuir de modo que dos reacciones químicas representadas por la Fórmula de Reacción (2) en la primera corriente de ácido acético alcanzan el equilibrio, donde las dos reacciones químicas son una reacción entre metanol y yoduro de hidrógeno para formar yoduro de metilo y agua, y una reacción inversa de los mismos. Disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la primera corriente de ácido acético. La Fórmula

de Reacción (2) se expresa como sigue:

[Quím. 2]



5

Alimentar acetato de metilo a la primera corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, cuando se alimenta acetato de metilo, la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuir de modo que dos reacciones químicas representadas por la Fórmula de Reacción (3) alcanzan el equilibrio, donde las dos reacciones químicas son una reacción entre acetato de metilo y yoduro de hidrógeno para formar yoduro de metilo y ácido acético, y una reacción inversa de los mismos. La Fórmula de Reacción (3) se expresa como sigue:

10

[Quím. 3]

15



Alimentar hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, cuando se alimenta hidróxido de potasio, la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuir de modo que dos reacciones químicas representadas por la Fórmula de Reacción (4) alcanzan el equilibrio, donde las dos reacciones químicas son una reacción entre hidróxido de potasio y yoduro de hidrógeno para formar yoduro de potasio y agua, y una reacción inversa de los mismos. El equilibrio químico está lejos de la derecha en la Fórmula de Reacción (4). La Fórmula de Reacción (4) se expresa como sigue:

20

25

[Quím. 4]



30

La acción de alimentación o adición a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducido en la columna de destilación 5, como se describió antes, se prefiere para reducir la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3, para controlar la concentración corrosiva de yodo de la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 a 100 ppb o menos. Además, la acción de adición contribuye a una menor abundancia de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación 5 durante la destilación de la primera corriente de ácido acético y así contribuye a la restricción del espesamiento del yoduro de hidrógeno y, a su vez, a la restricción del espesamiento del espesor del yodo corrosivo en la porción de la parte superior de la columna. El control de la concentración corrosiva de yodo en la columna de destilación 5 es ventajosa para restringir la corrosión en la columna de destilación 5.

35

40

En la realización, al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio puede ser alimentada o agregada a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de destilación 5, donde la al menos una sustancia se alimenta o agrega a través de la línea 37, que es una línea de suministro acoplada a la columna de destilación 5. Esta configuración es para el control de la concentración corrosiva de yodo de la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 a 100 ppb o menos. La cantidad de la al menos una sustancia a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la primera corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 25. Alimentar metanol a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes con referencia a la Fórmula de Reacción (2). Alimentar acetato de metilo a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación tiende a disminuir yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes con referencia a la Fórmula de Reacción (3). Alimentar hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación tiende a disminuir yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes con referencia a la Fórmula de Reacción (4). Disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de destilación 5 tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la primera corriente de ácido acético.

45

50

55

60

Los niveles de metanol y acetato de metilo a ser alimentados a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de destilación 5 son preferiblemente iguales a o menores que el nivel al que se introduce la primera corriente de ácido acético en la columna de destilación 5 (el nivel al que se acopla la línea 25 a la columna de destilación 5), donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de

destilación 5. El metanol y acetato de metilo tienen menores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético y así tienden a emigrar a, y a ser espesados en, la porción superior de la columna de destilación 5 durante la destilación. El metanol y acetato de metilo por lo tanto se introducen preferiblemente en la columna de destilación 5 a niveles iguales a o menores que el nivel al que se introduce la primera corriente de ácido acético, desde el punto de vista de asegurar la frecuencia de contacto de la sustancia con yoduro de hidrógeno para disminuir eficientemente la concentración de yoduro de hidrógeno. En contraste, el nivel de hidróxido de potasio a ser alimentado a la primera corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de destilación 5 es preferiblemente igual a o mayor que el nivel al que se introduce la primera corriente de ácido acético en la columna de destilación 5, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 5. El hidróxido de potasio tiene un mayor punto de ebullición en comparación con el ácido acético y así tiende a emigrar a, y a espesarse en una porción inferior en la columna de destilación 5 durante la destilación. El hidróxido de potasio por lo tanto se introduce preferiblemente en la columna de destilación 5 a un nivel igual a o mayor que el nivel al que se introduce la primera corriente de ácido acético, desde el punto de vista de asegurar la frecuencia de contacto de la sustancia con yoduro de hidrógeno para disminuir eficientemente la concentración de yoduro de hidrógeno.

La acción de adición a la primera corriente de ácido acético en la columna de destilación 5, como se describió antes, se prefiere para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 a 100 ppb o menos. Además, la acción de adición contribuye a una menor abundancia de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación 5 durante la destilación de la primera corriente de ácido acético y contribuye normalmente a restringir el espesamiento del yoduro de hidrógeno y, a su vez, a restringir el espesamiento del yodo corrosivo en la porción de la parte superior de la columna. El control de la concentración corrosiva de yodo en la columna de destilación 5 es ventajosa para restringir la corrosión en la columna de destilación 5.

La columna de destilación 6 es una unidad de purificación adicional con la que se realiza el tercer paso de destilación, y está colocada en la realización como una denominada columna de remoción de componente de alto punto de ebullición. El tercer paso de destilación es el paso de someter la segunda corriente de ácido acético a purificación para purificar más el ácido acético, con el control de la concentración corrosiva de yodo en el segundo ácido acético introducido continuamente en la columna de destilación 6. El tercer paso de destilación puede corresponder al tercer paso de purificación en la presente invención. La concentración corrosiva de yodo en la columna de destilación 6 se controla a 100 ppm o menos, preferiblemente 30 ppm o menos, más preferiblemente 10 ppm o menos, más preferiblemente 3,5 ppm o menos, incluso más preferiblemente 1 ppm o menos, más preferiblemente 0,3 ppm o menos, más preferiblemente 0,1 ppm o menos, y especialmente preferiblemente 0,03 ppm o menos. En la realización, la concentración corrosiva de yodo en la columna de destilación 6 puede ser normalmente 0,1 ppb o más. Cada una de las acciones de adición antes descritas para controlar la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5, a saber, en la segunda corriente de ácido acético alimentado a la columna de destilación 6, a 100 ppb o menos se prefiere como las técnicas para lograr la concentración corrosiva de yodo en la columna de destilación 6 dentro del intervalo como en lo anterior. La columna de destilación 6 puede ser seleccionada normalmente de columnas de rectificación tales como columnas de placas y columnas empacadas. La columna de destilación 6, cuando es una columna de placas, puede normalmente tener 5 a 50 placas teóricas y puede normalmente tener una proporción de reflujo de 0,5 a 3000 de acuerdo con el número de las placas teóricas. Al interior de la columna de destilación 6 durante el tercer paso de destilación, la presión superior de la columna puede ser ajustada normalmente a una temperatura de -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior puede ser ajustada normalmente a una presión que es mayor que la presión superior de la columna y que es de -90 a 180 kPa (presión manométrica). Al interior de la columna de destilación 6 durante el tercer paso de destilación, la temperatura superior de la columna puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es mayor que el punto de ebullición del agua y menor que el punto de ebullición del ácido acético tanto a la presión superior ajustada de la columna y que es de 50 °C a 150 °C; y la temperatura inferior puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es mayor que el punto de ebullición del ácido acético a la presión inferior ajustada y que es de 70 °C a 160 °C. La temperatura interna de la columna es preferiblemente 160 °C o menor, más preferiblemente 150 °C, más preferiblemente 140 °C o menor, y aún más preferiblemente 120 °C o menor. Esto se prefiere desde el punto de vista de restringir la corrosión en la columna de destilación 6, donde la corrosión es causada por los yodos corrosivos.

En la columna de destilación 6, la segunda corriente de ácido acético (líquido) se introduce continuamente de la columna de destilación 5. En la columna de destilación 6 como en lo anterior, los vapores como una corriente de carga se extraen continuamente fuera de la parte superior de la columna en la línea 38; un líquido de fondo se extrae continuamente fuera de la parte inferior de la columna en la línea 39; y una corriente secundaria (líquido o gas) se extrae continuamente fuera en la línea 40 a un nivel de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de destilación 6. Con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 6, la línea 40 puede ser acoplada a la columna de destilación 6 a un nivel menor que, o igual a, el nivel al que se acopla la línea 32 a la columna de destilación 6, en lugar del nivel mostrado en la figura.

Los vapores extraídos fuera de la parte superior de la columna de la columna de destilación 6 están enriquecidos con componentes de bajo punto de ebullición en comparación con el líquido de fondo de la columna de destilación 6, donde los componentes de bajo punto de ebullición tienen menores puntos de ebullición en comparación con el

ácido acético. Los vapores normalmente incluyen yoduro de hidrógeno, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, y acetaldehído. Los vapores también incluyen ácido acético. Los vapores como en lo anterior se introducen continuamente a través de la línea 38 en el condensador 6a.

5 El condensador 6a enfría y parcialmente condensa los vapores de la columna de destilación 6 para separar los vapores en componentes de condensado y componentes gaseosos. Los componentes de condensado normalmente incluyen ácido acético y yoduro de hidrógeno. Al menos parte de los componentes de condensado se refluyen continuamente del condensador 6a a través de la línea 41 a la columna de destilación 6. Una parte (destilado) de los componentes de 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 25 antes de ser introducida en la columna de destilación 5. Además de, o en lugar de esto, una parte (destilado) de los componentes de condensado puede ser reciclada del condensador 6a a través de las líneas 41 y 42 a la corriente de ácido acético crudo en la línea 17 antes de ser introducida en la columna de destilación 3. Una parte del destilado del condensador 6a puede ser alimentada al sistema depurador 8 y usarse como un líquido absorbente en el sistema. En el sistema depurador 8, el yoduro de hidrógeno y otros componentes gaseosos se separan del destilado y se descargan del equipo; y se introduce o recicla un líquido que contiene componentes útiles del sistema depurador 8 a través de la línea de reciclado (no se muestra) en el reactor 1 para ser reutilizado. Los componentes útiles incluyen ácido acético y yoduro de metilo. El yoduro de metilo incluye yoduro de metilo formado por la reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo en el líquido absorbente. Además, una parte del destilado del condensador 6a puede ser introducido a través de una línea (no se muestra) en varias bombas (no se muestran) operadas en el equipo y se usa como un sellador (líquido sellador) para las bombas. Además, una parte del destilado del condensador 6a puede ser extraídos fuera del equipo estacionariamente, o no estacionariamente según sea necesario. La extracción se realiza a través de una línea de extracción conectada a la línea 41. Suponga que una parte (destilado) de los componentes de condensado se remueve del sistema de destilación en la columna de destilación 6. En este caso, la cantidad (cantidad de destilado removido) del destilado es normalmente 0,01 a 30 por ciento en masa, preferiblemente 0,1 a 10 por ciento en masa, más preferiblemente 0,3 a 5 por ciento en masa, y más preferiblemente 0,5 a 3 por ciento en masa, del condensado formado en el condensador 6a. En contraste, los componentes gaseosos separados en el condensador 6a normalmente incluyen monóxido de carbono, hidrógeno, bióxido de carbono, metano, nitrógeno, y yoduro de hidrógeno y se alimentan del condensador 6a a través de las líneas 43 y 15 al sistema depurador 8.

30 El líquido de fondo extraído fuera del fondo de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 es enriquecido con componentes de alto punto de ebullición en comparación con la corriente de carga de la columna de destilación 6, donde los componentes de alto punto de ebullición tienen mayores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético. El líquido de fondo normalmente incluye ácido propiónico. El líquido de fondo extraído fuera del fondo de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 también incluye metales corrosivos que se forman en, y se liberan de, la pared interior de los elementos o componentes que constituyen el equipo de producción de ácido acético X; y los compuestos entre yodo y los metales corrosivos, donde el yodo se deriva de yodos corrosivos. El líquido de fondo como en lo anterior se descarga del equipo de producción de ácido acético X en la realización. En vez de esto, también es aceptable que una parte del líquido de fondo sea descargado del equipo y otra parte (o el restante) del líquido de fondo es recicla a la línea 25.

45 La corriente secundaria continuamente extraída fuera de la columna de destilación 6 a la línea 40 se introduce continuamente, como una tercera corriente de ácido acético, en la columna de resina de intercambio iónico 7 subsiguiente. La tercera corriente de ácido acético está enriquecida con ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de destilación 6. Específicamente, la tercera corriente de ácido acético tiene una concentración de ácido acético mayor que la concentración de ácido acético en la segunda corriente de ácido acético. La tercera corriente de ácido acético puede tener una concentración de ácido acético de normalmente 99,8 a 99,999 por ciento en masa, en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético en la segunda corriente de ácido acético. En la realización, la corriente secundaria se extrae de la columna de destilación 6 a un nivel mayor que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 6. En otra realización, la corriente secundaria se extrae de la columna de destilación 6 a un nivel menor que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 6.

55 En la realización, al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo e hidróxido de potasio puede ser alimentada o agregada a la segunda corriente de ácido acético antes ser introducida a través de la línea 32 en la columna de destilación 6, donde la al menos una sustancia se alimenta o agrega a través de la línea 44, que es una línea de suministro acoplada a la línea 32. Esto se realiza para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos. La cantidad de la al menos una sustancia a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de la composición química de un espécimen muestreado de la segunda corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 32. Alimentar metanol a la segunda corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de metanol a la primera corriente de ácido acético con referencia a la Fórmula de Reacción (2). Alimentar acetato de metilo a la segunda corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en

- la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de acetato de metilo a la primera corriente de ácido acético con referencia a Fórmula de Reacción (3). Alimentar hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético con referencia a Fórmula de Reacción (4). Disminuir el yoduro de hidrógeno, a saber disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno, en la segunda corriente de ácido acético tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la segunda corriente de ácido acético.
- La acción de alimentación o adición a la segunda corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de destilación 6, como se describió antes, puede controlar la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de destilación 6 normalmente a 100 ppb o menos. La acción de adición controla la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético preferiblemente a 10 ppb o menos. La acción de adición como en lo anterior se prefiere para reducir el espesamiento de yodos corrosivos en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6, para controlar la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos. La acción de adición como en lo anterior se prefiere porque la acción puede directamente controlar eficientemente la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético introducida en la columna de destilación 6.
- En la realización, al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo e hidróxido de potasio puede ser alimentada o agregada a la segunda corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de destilación 6, donde la al menos una sustancia se alimenta o agregada a través de la línea 45, que es una línea de suministro acoplada a la columna de destilación 6. Esto se realiza para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos. La cantidad de la al menos una sustancia a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de la composición química de un espécimen muestreado de la segunda corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 32. Alimentar metanol a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación tiende a disminuir yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de metanol a la primera corriente de ácido acético con referencia a la Fórmula de Reacción (2). Alimentar acetato de metilo a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación tiende a disminuir yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de acetato de metilo a la primera corriente de ácido acético con referencia a Fórmula de Reacción (3). Alimentar hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación tiende a disminuir yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético con referencia a Fórmula de Reacción (4). Disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación en la columna de destilación 6 tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la segunda corriente de ácido acético.
- Los niveles a los que se alimenta el metanol y acetato de metilo a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación en la columna de destilación 6 son cada uno preferiblemente igual a o menor que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 (el nivel al que se acopla la línea 32 a la columna de destilación 6), donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 6. El metanol y acetato de metilo tienen menores puntos de ebullición en comparación con el ácido acético y así tienden a emigrar a, y a ser espesados en, una porción superior en la columna de destilación 6 durante la destilación. El metanol y acetato de metilo, por lo tanto, se introducen en la columna de destilación 6 preferiblemente a niveles iguales a o menores que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura, desde el punto de vista de asegurar la frecuencia de contacto de la sustancia con el yoduro de hidrógeno para disminuir eficientemente la concentración de yoduro de hidrógeno. Los niveles a los que se alimentan el metanol y acetato de metilo a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación en la columna de destilación 6 son preferiblemente mayores que el nivel de la línea 40. Esto se prefiere desde el punto de vista de mayor pureza de la tercera corriente de ácido acético extraída fuera en la línea 40 y, a su vez, para mayor purificación del producto de ácido acético. En contraste, el nivel al que se alimenta el hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación en la columna de destilación 6 es preferiblemente igual a o mayor que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de destilación 6. El hidróxido de potasio tiene un mayor punto de ebullición en comparación con el ácido acético y tiende a emigrar a, y a ser espesado en, una porción inferior en la columna de destilación 6 durante la destilación. El hidróxido de potasio por lo tanto se introduce preferiblemente en la columna de destilación 6 a un nivel igual a o mayor que el nivel al que se introduce la segunda corriente de ácido acético, desde el punto de vista de asegurar la frecuencia de contacto de la sustancia con yoduro de hidrógeno para disminuir eficientemente la concentración de yoduro de hidrógeno. El hidróxido de potasio se alimenta a la segunda corriente de ácido acético que se somete a destilación en la columna de destilación 6 preferiblemente a un nivel menor que el nivel de la línea 40. Esto se prefiere desde el punto de vista de mayor pureza de la tercera corriente de ácido acético extraído fuera en la línea 40 y, a su vez, para mayor pureza del producto de ácido acético.

Cada una de las acciones antes descritas de adición a la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 se prefiere para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos.

5 En el equipo de producción de ácido acético X, puede alimentarse o agregarse agua a la segunda corriente de ácido acético antes de ser introducido a través de la línea 32 en la columna de destilación 6, donde el agua se alimenta o agrega a través de la línea 46, que es una línea de suministro acoplada a la línea 32, para el control de la concentración de agua en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 de 0,001 a 2 por ciento en masa. La cantidad de agua a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la segunda corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 32. La segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 tiene una concentración de agua de 0,001 por ciento en masa o más, preferiblemente 0,002 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,003 por ciento en masa o más, y especialmente preferiblemente 0,05 por ciento en masa o más. Esto se prefiere desde el punto de vista de formar apropiadamente una película pasiva de un material constitutivo de una pared interior en la superficie de la pared interior de la columna de destilación 6, para restringir la corrosión de la pared interior con la destilación en la columna de destilación 6. La segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 tiene una concentración de agua de 2 por ciento en masa o menos, preferiblemente 1 por ciento en masa o menos, y más preferiblemente 0,5 por ciento en masa o menos. Esto se prefiere desde el punto de vista de restringir la ionización de yoduro de hidrógeno y ácido acético en el líquido a ser tratado, para restringir la corrosión de la pared interior de la columna de destilación 6 con la destilación en la columna de destilación 6.

25 En el equipo de producción de ácido acético X, una parte de la carga de la columna de destilación 6 puede ser reciclada a través de las líneas 41 y 42 a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de destilación 5 para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos. En esta configuración de la carga de la columna de destilación 6, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la primera corriente de ácido acético otra vez se someterán al segundo paso de destilación en la columna de destilación 5 y el tercer paso de destilación en la columna de destilación 6. Específicamente, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la primera corriente de ácido acético otra vez se someterán a una trayectoria de purificación centrada en la columna de destilación 5 y una trayectoria de purificación centrada en la columna de destilación 6. En la realización, la trayectoria de purificación centrada en la columna de destilación 5 incluye un canal para realizar una reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo para formar yoduro de metilo en el sistema depurador 8 para así disminuir el yoduro de hidrógeno; y un canal para descargar las especies químicas que contienen yodo a través del sistema depurador 8 fuera del equipo, donde las especies químicas se derivan de yodos corrosivos. En la realización, la trayectoria de purificación centrada en la columna de destilación 6 incluye el canal para realizar una reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo para formar yoduro de metilo para disminuir el yoduro de hidrógeno en el sistema depurador 8; y un canal para descargar los compuestos entre los metales corrosibles y yodos de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 fuera del equipo, donde los yodos se derivan de yodos corrosivos. Además de, o en lugar de, el reciclado a la primera corriente de ácido acético como en lo anterior, una parte de la carga de la columna de destilación 6 puede ser reciclada a través de las líneas 41 y 42 a la corriente de ácido acético crudo antes de ser introducida en la columna de destilación 3 en el equipo de producción de ácido acético X. Esto se realiza para el control de la concentración corrosiva de yodo en la segunda corriente de ácido acético en la columna de destilación 6 a 100 ppm o menos. De la carga de la columna de destilación 6, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la corriente de ácido acético crudo otra vez se someterán al primer paso de purificación en la columna de destilación 3, al segundo paso de purificación en la columna de destilación 5, y al tercer paso de purificación en la columna de destilación 6. Específicamente, los yodos corrosivos contenidos en la corriente de líquido a ser reciclado a la corriente de ácido acético crudo otra vez se someterá a trayectorias de purificación centradas en las columnas de destilación 3, 5, y 6. En la realización, la trayectoria de purificación centrada en la columna de destilación 3 incluye el canal para realizar una reacción de yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo para formar yoduro de metilo para así disminuir el yoduro de hidrógeno en el sistema depurador 8; y el canal para descargar las especies químicas que contienen yodo a través del sistema depurador 8 fuera del equipo, donde las especies químicas se derivan de yodos corrosivos. Suponga que la corriente de líquido a ser reciclado de las columnas de destilación 3 y 5 al reactor 1 incluye yodos corrosivos. En este caso, los yodos corrosivos tienen la oportunidad de otra vez someterse a las trayectorias de purificación centradas en las columnas de destilación 3, 5, y 6, donde los canales incluyen un canal para convertir los yodos corrosivos en yoduro de metilo. La configuración como en lo anterior es ventajosa para reducir las abundancias de yoduro de hidrógeno y iones yodo para controlar la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos, en la corriente de ácido acético (segunda corriente de ácido acético) en la columna de destilación 6, que se ubica corriente abajo de la columna de destilación 5 en el sistema de purificación.

65 La columna de resina de intercambio iónico 7 es una unidad de purificación adicional con la que se realiza el paso de adsorción/remoción. El paso de adsorción/remoción es el paso de remover, a través de adsorción, principalmente yoduros de alquilo (tales como yoduro de hexilo y yoduro de decilo) de la tercera corriente de ácido acético para purificar más ácido acético, donde la tercera corriente de ácido acético se introduce continuamente en la columna de resina de intercambio iónico 7. El paso de adsorción/remoción es el paso de someter la tercera corriente de ácido

acético a purificación con el control de la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos en la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de resina de intercambio iónico 7, para purificar más el ácido acético. El paso de adsorción/remoción puede, por lo tanto, corresponder al tercer paso de purificación en la presente invención. Una resina de intercambio iónico capaz de adsorber yoduros de alquilo se empaca en la columna de resina de intercambio iónico 7, para formar un lecho de resina de intercambio iónico en la columna. Ejemplos no limitantes de la resina de intercambio iónico incluyen resinas de intercambio catiónico en las que parte de los protones salientes en los grupos de intercambio tales como grupos sulfónicos, grupos carboxi, y grupos fosfonato se reemplaza con un metal tal como plata y/o cobre. En el paso de adsorción/remoción, la tercera corriente de ácido acético (líquido) pasa a través del interior de la columna de resina de intercambio iónico 7 normalmente empacada con la resina de intercambio iónico, y, durante el procedimiento de pasar, las impurezas tales como los yoduros de alquilo se adsorben por la resina de intercambio iónico y así se remueven de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio iónico 7 durante el paso de adsorción/remoción, la temperatura interna es normalmente 18 °C a 100 °C, y la corriente de ácido acético pasa a través de la columna a un caudal de flujo de normalmente 3 a 15 de volumen de lecho por hora.

En la columna de resina de intercambio iónico 7, la tercera corriente de ácido acético (líquido) de la columna de destilación 6 se introduce continuamente. En la columna de resina de intercambio iónico 7 como en lo anterior, una cuarta corriente de ácido acético se extrae continuamente fuera de una porción extrema inferior de la columna en la línea 48. La cuarta corriente de ácido acético tiene una mayor concentración de ácido acético que la concentración de ácido acético en la tercera corriente de ácido acético. Específicamente, la cuarta corriente de ácido acético está enriquecida con ácido acético en comparación con la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de resina de intercambio iónico 7. La concentración de ácido acético en la cuarta corriente de ácido acético es normalmente 99,9 a 99,999 por ciento en masa, o más, en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético en la tercera corriente de ácido acético. En el método de producción, la cuarta corriente de ácido acético puede ser almacenada en un tanque de producto (no se muestra).

En el equipo de producción de ácido acético X, puede alimentarse o agregarse agua a la tercera corriente de ácido acético antes de ser introducida a través de la línea 40 en la columna de resina de intercambio iónico 7, donde el agua se alimenta o agrega a través de la línea 47, que es una línea de suministro acoplada a la línea 40. Esto se realiza para controlar la concentración de agua de la tercera corriente de ácido acético que pasa a través de la columna de resina de intercambio iónico 7 a 0,001 to 2 por ciento en masa. La cantidad de agua a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la tercera corriente de ácido acético que pasa a través de la línea 40. La tercera corriente de ácido acético en la columna de resina de intercambio iónico 7 tiene una concentración de agua de preferiblemente 0,001 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,002 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,003 por ciento en masa o más, y especialmente preferiblemente 0,005 por ciento en masa o más. Esto se prefiere desde el punto de vista de formar apropiadamente una película pasiva de un material constitutivo de pared interior en la superficie de la pared interior de la columna, para restringir la corrosión de la pared interior con la purificación en la columna. La tercera corriente de ácido acético en la columna de resina de intercambio iónico 7 tiene una concentración de agua de preferiblemente 2 por ciento en masa o menos, más preferiblemente 1 por ciento en masa o menos, y más preferiblemente 0,5 por ciento en masa o menos. Esto se prefiere desde el punto de vista de restringir la ionización de yoduro de hidrógeno y ácido acético en el líquido a ser tratado con la purificación en la columna, para restringir la corrosión de la pared interior de la columna.

El equipo de producción de ácido acético X puede incluir además una denominada columna de producto o columna de acabado, que es una columna de destilación. La columna de producto en la presente sirve como una unidad de purificación adicional para purificar más la cuarta corriente de ácido acético alimentada de la columna de resina de intercambio iónico 7. Con la columna de producto, puede realizarse un paso como sigue. Este paso es el paso de someter la cuarta corriente de ácido acético a purificación para purificar más el ácido acético, mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético a 100 ppm o menos, donde la cuarta corriente de ácido acético se introduce continuamente en la columna de producto. Este paso puede corresponder al tercer paso de purificación en la presente invención. La columna de producto, cuando se proporciona, puede ser seleccionada normalmente de columnas de rectificación tales como columnas de placas y columnas empacadas. La columna de producto, cuando es una columna de placas, puede normalmente tener 5 a 50 placas teóricas y puede tener una proporción de reflujo de normalmente 0,5 a 3000 de acuerdo con el número de las placas teóricas. Al interior de la columna de producto durante el paso de purificación, la presión superior de la columna puede ser ajustada de -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior puede ser ajustada normalmente a una presión que es mayor que la presión superior de la columna y que es de -190 a 180 kPa (presión manométrica). Al interior de la columna de producto durante el paso de purificación, la temperatura superior de la columna puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es mayor que el punto de ebullición del agua y menor que el punto de ebullición del ácido acético tanto a la presión superior ajustada de la columna y que es de 50 °C a 150 °C, y la temperatura inferior puede ser ajustada normalmente a una temperatura que es mayor que el punto de ebullición del ácido acético a la presión inferior ajustada y que es de 70 °C a 160 °C. La temperatura interna de la columna es preferiblemente 160 °C o menor, más preferiblemente 150 °C o menor, más preferiblemente 140 °C o menor, y aún más preferiblemente 120 °C o menor. Esto se prefiere desde el punto de vista de restringir la corrosión en la columna de producto, causada por los yodos corrosivos. El tratamiento en la cuarta corriente de ácido acético en la

columna de producto puede ser realizado normalmente de la siguiente manera.

- 5 Todo o parte 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. En la columna de producto, los vapores como una corriente de carga que incluyen cantidades traza de componentes de bajo punto de ebullición se extraen continuamente fuera de la parte superior de la columna. Los vapores se separan en componentes de condensado y componentes gaseosos en un condensador predeterminado. Una parte de los componentes de condensado es continuamente refluida a la columna de producto; otra parte (o el restante) de los componentes de condensado se recicla al reactor 1; y los componentes gaseosos se alimentan al sistema depurador 8. También en la columna de producto, un líquido de fondo que contiene cantidades traza de componentes de alto punto de ebullición se extrae continuamente fuera de la parte inferior de la columna y se recicla normalmente a la segunda corriente de ácido acético en la línea 32 antes de ser introducido en la columna de destilación 6. Una corriente secundaria (líquido) como una quinta corriente de ácido acético se extrae continuamente fuera de la columna de producto a un nivel de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna. La corriente secundaria se extrae de la columna de producto normalmente a un nivel menor que el nivel al que la cuarta corriente de ácido acético se introduce en la columna de producto, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de producto. La quinta corriente de ácido acético está enriquecida con ácido acético en comparación con la cuarta corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de producto. Específicamente, la quinta corriente de ácido acético tiene una concentración de ácido acético mayor que la concentración de ácido acético en la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético en la quinta corriente de ácido acético puede ser normalmente 99,9 a 99,999 por ciento en masa, o más, en tanto que sea mayor que la concentración de ácido acético en la cuarta corriente de ácido acético. La quinta corriente de ácido acético puede ser almacenada normalmente en un tanque de producto (no se muestra).
- 10
- 15
- 20
- 25 En una realización donde se proporciona la columna de producto, el hidróxido de potasio puede ser agregado a la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducido en la columna de producto, para controlar la concentración corrosiva de yodo de la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto a 100 ppm o menos. La cantidad de hidróxido de potasio a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto. Alimentar hidróxido de potasio a la cuarta corriente de ácido acético tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la cuarta corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético con referencia a la Fórmula de Reacción (4). Disminuir el yoduro de hidrógeno, a saber, disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno, en la cuarta corriente de ácido acético tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la cuarta corriente de ácido acético. La acción de adición a la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto puede controlar la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto normalmente a 100 ppb o menos. La acción de adición puede controlar la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético a un nivel de preferiblemente 10 ppb o menos, más preferiblemente 2 ppb o menos, y más preferiblemente 1 ppb o menos. Esa acción de adición se prefiere para restringir el espesamiento de yodos corrosivos en la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto, para controlar la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético a 100 ppm o menos. La acción de adición como en lo anterior se prefiere desde el punto de vista de directamente controlar eficientemente la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético a ser introducida en la columna de producto.
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50 En la realización donde se proporciona la columna de producto, el hidróxido de potasio puede ser alimentado o agregado a la cuarta corriente de ácido acético bajo la destilación en columna de producto para controlar la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto a 100 ppm o menos. La cantidad de hidróxido de potasio a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto. Alimentar hidróxido de potasio a la cuarta corriente de ácido acético bajo la destilación tiende a disminuir el yoduro de hidrógeno en la cuarta corriente de ácido acético. Específicamente, la alimentación actúa como se describió antes en la alimentación de hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético con referencia a la Fórmula de Reacción (4). Disminuir la concentración de yoduro de hidrógeno en la cuarta corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de producto tiende también a disminuir la concentración de ion yodo en la cuarta corriente de ácido acético. El hidróxido de potasio se alimenta a la cuarta corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de producto preferiblemente a un nivel igual a o mayor que el nivel al que se introduce la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la columna de producto. El hidróxido de potasio tiene un mayor punto de ebullición en comparación con el ácido acético y, por lo tanto, tiende a emigrar a, y a ser espesado en, una porción inferior en la columna de producto durante la destilación. Entonces, el hidróxido de potasio es preferiblemente introducido en la columna de producto a un nivel igual a o mayor que el nivel al que se introduce la cuarta corriente de ácido acético, desde el punto de vista de asegurar la frecuencia de contacto de la sustancia con el yoduro de hidrógeno para disminuir eficientemente la concentración de yoduro de hidrógeno. Además, el hidróxido de potasio se alimenta a la cuarta corriente de ácido acético bajo la destilación en la columna de producto preferiblemente a un nivel menor que el nivel al que se extrae la quinta corriente de ácido acético de la columna de
- 55
- 60
- 65

producto. Esto se prefiere desde el punto de vista de mayor pureza de la quinta corriente de ácido acético extraída fuera de la columna y, a su vez, para mayor pureza del producto de ácido acético. La acción de adición a la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto, como se describió antes, se prefiere para controlar la concentración corrosiva de yodo en la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto a 100 ppm o menos.

En la realización donde se proporciona la columna de producto, puede alimentarse o agregarse agua a la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto para el control de la concentración de agua en la cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto de 0,001 a 2 por ciento en masa. La cantidad de agua a ser agregada puede ser determinada normalmente con base en el análisis de composición química de un espécimen muestreado de la cuarta corriente de ácido acético antes de ser introducida en la columna de producto. La cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto tiene una concentración de agua de preferiblemente 0,001 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,002 por ciento en masa o más, más preferiblemente 0,003 por ciento en masa o más, y especialmente preferiblemente 0,05 por ciento en masa o más. Esto se prefiere desde el punto de vista de formar apropiadamente una película pasiva de un material constitutivo de la pared interior en la superficie de la pared interior de la columna de producto, para restringir la corrosión de la pared interior durante la destilación en la columna de producto. La cuarta corriente de ácido acético en la columna de producto tiene una concentración de agua de preferiblemente 2 por ciento en masa o menos, más preferiblemente 1 por ciento en masa o menos, y más preferiblemente 0,5 por ciento en masa o menos, desde el punto de vista de restringir la ionización de yoduro de hidrógeno y ácido acético en el líquido a ser tratado, para restringir la corrosión de la pared interior de la columna de producto durante la destilación en la columna de producto.

El método de producción de ácido acético realiza continuamente una pluralidad de pasos de purificación en el ácido acético formado en el reactor 1 en el equipo de producción de ácido acético X como se describió antes. Además de las purificaciones en las columnas de destilación 3 y 5, los pasos de purificación incluyen purificaciones en la columna de destilación 6 y la columna de resina de intercambio iónico 7, cada una sirve como una unidad de purificación adicional, o los pasos de purificación incluyen purificaciones en la columna de destilación 6, la columna de resina de intercambio iónico 7, y la columna de producto, cada una de las cuales sirve como una unidad de purificación adicional. El método que incluye ese paso(s) adicional de purificación en la unidad(es) de purificación adicional es ventajoso para una alta pureza del producto resultante de ácido acético. El producto de ácido acético producido por el método tiene una concentración de ion yodo de preferiblemente 10 ppb o menos, y más preferiblemente 1 ppb o menos y de normalmente 0,01 ppb o más, o 0,1 ppb o más. El paso(s) de purificación, como se realiza en la unidad(es) de purificación adicional con el control de la concentración corrosiva de yodo a 100 ppm o menos, es adecuado para restringir la corrosión de la unidad(es). El paso(s) de purificación como en lo anterior puede eliminar o minimizar el uso de aleaciones a base de níquel y otros materiales que tienen alta resistencia a la corrosión, pero que son costosos como materiales para constituir la pared interior de la unidad(es) con la que se realiza el paso(s). Los detalles de esto se ilustran en los ejemplos de trabajo. Además, el paso(s) de purificación, cuando se realiza, puede disminuir la cantidad de los materiales resistentes a la corrosión a ser usados en el equipo de producción de ácido acético X.

Como se describió antes, el método de producción de ácido acético es adecuado para restringir la corrosión del equipo de producción de ácido acético X. El método de producción de ácido acético, que es adecuado para restringir la corrosión del equipo de producción de ácido acético X, es también adecuado para eliminar o minimizar el uso de esos materiales costosos resistentes a la corrosión en el equipo, para disminuir el costo en la producción de ácido acético.

Ejemplos

A continuación, se ilustrará la presente invención con mayor detalle con referencia a los ejemplos a continuación. Debe señalarse, sin embargo, que estos ejemplos no pretenden por ningún medio limitar el alcance de la presente invención.

Ejemplo 1

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X ilustrado en la Figura 1. En este procedimiento, el equipo fue operado de modo que la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5, que sirve como una columna de deshidratación, incluyó, como una composición, 510 ppm de agua, 105 ppm de ácido propiónico, 1 ppm de acetato de metilo, 17 ppm de ácido fórmico, 100 ppb de yoduro de hidrógeno, 120 ppb de ion yodo, 5 ppb de yoduro de metilo, 10 ppb de yoduro de hexilo, y 49 ppm de potasio en la forma de óxido de potasio, con el restante siendo aproximadamente ácido acético. En el procedimiento de producción, la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 se introdujo en la columna de destilación 6, que sirve como una columna de remoción de componente de alto punto de ebullición, y se sometió a destilación (tercer paso de destilación) en la misma. La columna de destilación 6 usada en la presente fue una columna de 12 placas (columna que incluye 12 placas). La destilación en la columna de destilación 6 se realizó de la siguiente manera. La segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 se introdujo en la columna de destilación 6 en la tercera placa desde el fondo a un flujo de 1005 gramos por hora; y una corriente secundaria

(tercera corriente de ácido acético) se extrajo fuera de la columna de destilación 6 en la sexta placa desde el fondo a un flujo de 998 gramos por hora. De una corriente de carga de la parte superior de la columna, se removió o extrajo una parte como un destilado en una cantidad (cantidad de destilado removido) de 6 gramos por hora; y otra parte fue refluida como un flujo de reflujo de 810 gramos por hora. Se extrajo un líquido de fondo fuera a un flujo de 1 gramo

5 por hora. Durante la destilación en la columna de destilación 6, la presión superior de la columna se controló dentro del intervalo de 75 a 80 kPa (presión manométrica); la presión inferior se controló dentro del intervalo de 95 a 100 kPa (presión manométrica), que es mayor que la presión superior de la columna; la temperatura superior de la columna se reguló a 82 °C; y la temperatura inferior se reguló a 147 °C.

10 El destilado formado como un resultado de la destilación en la columna de destilación 6 se muestreó y sometió a una prueba de evaluación de corrosión como sigue, donde la prueba simuló la destilación en la columna de destilación 6. Inicialmente, se preparó una autoclave equipado con una caja de circonio hermética a la presión, se cargaron 500 ml del destilado como un líquido de prueba en la caja hermética a la presión, se colocaron piezas de prueba con un tamaño de 36 mm por 25 mm por 2,5 mm en el líquido de prueba, y se tapó la autoclave. Por separado, el líquido de

15 prueba antes de la prueba se sometió a un análisis de composición química. Los resultados del análisis de composición química antes de la prueba de corrosión se presentan en la tabla 1. Un material para constituir las piezas de prueba se seleccionó de circonio (Zr), una aleación a base de níquel (nombre comercial HASTELLOY C, suministrado por Oda Koki Co., Ltd.), un inoxidable que usa acero (*Steel-Use Stainless, SUS*) 444 (suministrado por Morimatsu Industry Co., Ltd.), que es un acero inoxidable ferrítico de alta pureza de 18Cr-2Mo, y un inoxidable que

20 usa acero (SUS) 316 (suministrado por UMETOKU Inc.). En seguida, se purgó el líquido de prueba en la autoclave con nitrógeno a una concentración de oxígeno de 1 ppm o menos. Posteriormente, se presurizó el interior de la autoclave a 30 kPa (presión manométrica) por introducción de nitrógeno, se elevó la temperatura hasta 135 °C por calentamiento en un baño de aceite, y la presión estática después del aumento de temperatura se ajustó a 90 kPa (presión manométrica). Después de un tiempo de 500 horas bajo las condiciones estáticas (temperatura estática y

25 presión estática), el interior de la autoclave se enfrió a temperatura ambiente, y parte del líquido de prueba se muestreó de la boquilla de la autoclave, seguido por el análisis de composición química del líquido muestreado. La tabla 1 también presenta los resultados del análisis de composición química después de la prueba de corrosión.

La autoclave después del procedimiento de enfriamiento se purgó con nitrógeno y se destapó, de la que se recuperaron las piezas de prueba y se pesaron en masa. Con base en los resultados de las mediciones, se calcularon las velocidades de reducción en espesor o las velocidades de corrosión en milímetros (mm) por año de las piezas de prueba. La velocidad de corrosión corresponde a la reducción en espesor (mm) de cada pieza de prueba por año. Cada una de las piezas de prueba se examinó visualmente para determinar si sufrieron de corrosión local (incluyendo corrosión localizada). Los resultados de prueba de evaluación de corrosión se presentan en la tabla

30 3. En la tabla 3, la aleación a base de níquel se indica como "HC".

Ejemplo 2

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el

40 Ejemplo 1, excepto por la realización de la destilación en la columna de destilación 6 como sigue. Específicamente, el destilado se removió de la parte superior de la columna en una cantidad (cantidad de destilado removido) de 60 gramos por hora en lugar de de 6 gramos por hora, y la corriente secundaria (tercera corriente de ácido acético) se extrajo de la columna de destilación 6 en una cantidad de 944 gramos por hora en lugar de 998 gramos por hora. Excepto por el uso de un destilado formado en la presente en la destilación en la columna de destilación 6, se realizó

45 una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1. Los resultados de los análisis de composición química en el Ejemplo 2 se presentan en la tabla 1, y los resultados de las mediciones de velocidad de corrosión y los exámenes visuales en el Ejemplo 2 se presentan en la tabla 3. Esto es igual también para los Ejemplos 3 a 6 como sigue.

50 Ejemplo 3

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1; y se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de un líquido de prueba que tiene una concentración de metanol de 200 ppm, donde el líquido de

55 prueba se preparó agregando metanol al destilado a ser sometido a la prueba de evaluación de corrosión.

Ejemplo 4

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el

60 Ejemplo 1; y se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de un líquido de prueba que tiene una concentración de potasio de 42 ppm, donde el líquido de prueba se preparó agregando hidróxido de potasio al destilado a ser sometido a la prueba de evaluación de corrosión.

65 Ejemplo 5

Se preparó ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto que la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 tuvo una composición química diferente, donde la columna de destilación sirve como una columna de deshidratación; que el destilado fue removido en una cantidad diferente (cantidad de destilado removido) de la columna de destilación 6; y que la corriente secundaria (tercera corriente de ácido acético) se extrajo de la columna de destilación 6 en una cantidad diferente. La segunda corriente de ácido acético en el Ejemplo 5 incluyó 510 ppm de agua, 105 ppm de ácido propiónico, 1 ppm de acetato de metilo, 17 ppm de ácido fórmico, 10 ppb de yoduro de hidrógeno, 14 ppb de ion yodo, 5 ppb de yoduro de metilo, 10 ppb de yoduro de hexilo, y 49 ppm de potasio en la forma de acetato de potasio, con el restante siendo aproximadamente ácido acético. En el Ejemplo 5, el destilado se removió de la columna de destilación 6 en una cantidad (cantidad de destilado removido) de 60 gramos por hora, y la corriente secundaria se extrajo de la columna de destilación 6 en una cantidad de 944 gramos por hora. Usando el destilado formado en la destilación en la columna de destilación 6, se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1.

15 Ejemplo 6

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 5; y se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por la realización de la prueba a una temperatura estática y una presión estática de 150 °C y 200 kPa (presión manométrica) respectivamente en lugar de 135 °C y 90 kPa (presión manométrica).

Ejemplo 7

Se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de otro líquido de prueba en lugar del destilado obtenido de la columna de destilación 6 en el procedimiento de producción de ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X. El otro líquido de prueba incluyó, como una composición, 0,05 por ciento en masa de agua, 100 ppm de ácido propiónico, 5 ppm de acetato de metilo, 20 ppm de ácido fórmico, 0,01 ppm de yoduro de hidrógeno, 0,02 ppm de ion yodo, 5 ppb de yoduro de metilo, y 5 ppb de yoduro de hexilo, con el restante siendo aproximadamente ácido acético. Los resultados de los análisis de composición química en el Ejemplo 7 se dan en la tabla 2, y los resultados de las mediciones de velocidad de corrosión exámenes visuales en el Ejemplo 7 se dan en la tabla 3. Esto es igual para el Ejemplo 8 y los Ejemplos Comparativos 1 a 3 siguientes.

Ejemplo 8

Se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de otro líquido de prueba en lugar del destilado obtenido de la columna de destilación 6 en el procedimiento de producción de ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X, y para realizar la prueba de evaluación de corrosión a una temperatura estática de 118 °C en lugar de 135 °C. El otro líquido de prueba incluyó, como una composición, 0,05 por ciento en masa de agua, 100 ppm de ácido propiónico, 5 ppm de acetato de metilo, 20 ppm de ácido fórmico, 0,01 ppm de yoduro de hidrógeno, 0,02 ppm de ion yodo, 5 ppb de yoduro de metilo, y 5 ppb de yoduro de hexilo, con el restante siendo aproximadamente ácido acético.

Ejemplo comparativo 1

Se produjo ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto que la segunda corriente de ácido acético de la columna de destilación 5 tuvo una composición química diferente, donde la columna de destilación 5 sirve como una columna de deshidratación. La segunda corriente de ácido acético en el Ejemplo Comparativo 1 incluyó 510 ppm de agua, 105 ppm de ácido propiónico, 1 ppm de acetato de metilo, 17 ppm de ácido fórmico, 990 ppb de yoduro de hidrógeno, 1050 ppb de ion yodo, 5 ppb de yoduro de metilo, 10 ppb de yoduro de hexilo, y 49 ppm de potasio en la forma de acetato de potasio, con el restante siendo aproximadamente ácido acético. Excepto por el uso de un destilado formado en la presente en la destilación en la columna de destilación 6, se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1.

Ejemplo comparativo 2

Se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de otro líquido de prueba en lugar del destilado obtenido de la columna de destilación 6 en el procedimiento de producción de ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X. El otro líquido de prueba incluyó, como una composición, 0,0005 por ciento en masa de agua, 30 ppm de ácido propiónico, 103 ppm de acetato de metilo, 655 ppm de ácido fórmico, 120 ppm de yoduro de hidrógeno, 134 ppm de ion yodo, 595 ppb de yoduro de metilo, y 8 ppb de yoduro de hexilo, con el restante siendo aproximadamente ácido acético.

Ejemplo comparativo 3

Se realizó una prueba de evaluación de corrosión por un procedimiento similar a ese en el Ejemplo 1, excepto por el uso de otro líquido de prueba en lugar del destilado obtenido de la columna de destilación 6 en el procedimiento de producción de ácido acético usando el equipo de producción de ácido acético X. El otro líquido de prueba incluyó, como una composición, 2,1 por ciento en masa de agua, 29 ppm de ácido propiónico, 102 ppm de acetato de metilo, 650 ppm de ácido fórmico, 118 ppm de yoduro de hidrógeno, 132 ppm de ion yodo, 590 ppb de yoduro de metilo, y 8 ppb de yoduro de hexilo, con el restante siendo aproximadamente ácido acético.

Evaluaciones

En las pruebas de evaluación de corrosión, los materiales pueden ser evaluados como sigue en términos de reducción de espesor (pérdida de peso). Un material que tiene una velocidad de corrosión bajo las condiciones predeterminadas de 0,05 mm por año o menos puede ser evaluado como adecuadamente útil como un material constitutivo de la pared interior para las unidades de purificación que se exponen a las condiciones; un material que tiene una velocidad de corrosión bajo las condiciones predeterminadas de más de 0,05 mm por año a menos de 0,2 mm por año puede ser evaluado como útil como un material constitutivo de la pared interior para las unidades de purificación que se exponen a las condiciones; y un material que tiene una velocidad de corrosión bajo las condiciones predeterminadas de 0,2 mm por año o más puede ser evaluado como inapropiado para el uso como un material constitutivo de la pared interior para las unidades de purificación que se exponen a las condiciones. Con base en esto, los resultados de las evaluaciones demostraron que, de los materiales, SUS 444 y SUS 316 son inapropiados para uso bajo las condiciones de acuerdo con los Ejemplos Comparativos 1 a 3, en los que la concentración corrosiva de yodo (total de la concentración de yoduro de hidrógeno y la concentración de ion yodo) fue mayor que 100 ppm. Estos materiales son inapropiados desde el punto de vista de reducción de espesor o velocidad de corrosión. Además, el material HASTELLOY C ("HC", la aleación a base de níquel) sufrió de corrosión local bajo todas las condiciones de acuerdo con los Ejemplos Comparativos 1 a 3. Por separado, hay una tendencia de que la ionización de yoduro de hidrógeno y ácido acético se restringe con una disminución de la concentración de agua en un líquido a ser tratado; y que la restricción de la ionización actúa ventajosamente en la restricción de la corrosión. La tendencia como en lo anterior se encuentra en los resultados de la prueba de evaluación de corrosión en los Ejemplos Comparativos 1 y 3. Específicamente, los materiales HC, SUS 444, y SUS 316 en el Ejemplo Comparativo 3 tuvieron velocidades de corrosión mayores que las correspondientes velocidades de corrosión en el Ejemplo Comparativo 1, donde la prueba de evaluación de corrosión en el Ejemplo Comparativo 3 fue realizada a una concentración apreciablemente mayor de agua en comparación con el Ejemplo Comparativo 1. En contraste, el circonio (Zr) y SUS 444 en el Ejemplo Comparativo 2 tuvo velocidades de corrosión mayores que las correspondientes velocidades de corrosión en los Ejemplos Comparativos 1 y 3, donde la prueba de evaluación de corrosión en el Ejemplo Comparativo 2 se realizó a una concentración muy baja de agua, y donde el circonio puede ser usado como un material que tiene una resistencia muy alta a la corrosión. Probablemente esto es debido a una tendencia de que no se forme adecuadamente una película pasiva en la superficie del material bajo esas condiciones con una concentración muy baja de agua.

En contraste, la aleación a base de níquel HC se evaluó como un material adecuadamente útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión y no presentó corrosión local en todos los Ejemplos 1 a 8, donde las pruebas de evaluación de corrosión en los Ejemplos 1 a 8 se realizaron a concentraciones de yodo corrosivo (total de la concentración de yoduro de hidrógeno y la concentración de ion yodo) de 100 ppm o menos. El SUS 444 se evaluó como un material adecuadamente útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión y aproximadamente no presentó corrosión local en los Ejemplos 2 a 5, 7, y 8; y se evaluó como un material útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión y no presentó corrosión local en los Ejemplos 1 y 6. El SUS 316 se evaluó como un material adecuadamente útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión y no presentó corrosión local en los Ejemplos 2 a 5, 7, 8; se evaluó como un material útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión en el Ejemplo 1; y se evaluó como un material útil desde el punto de vista de velocidad de corrosión y no presentó corrosión local en el Ejemplo 6. Las comparaciones realizadas en los resultados de las pruebas de evaluación de corrosión demuestran lo siguiente. Las comparaciones entre el Ejemplo 1 y el Ejemplo 2 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida con una cantidad incremental (cantidad de destilado removido) del destilado removido de la corriente de carga de la parte superior de la columna de destilación 6. Las comparaciones entre el Ejemplo 1 y el Ejemplo 3 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida por la adición de metanol al líquido a ser tratado. Las comparaciones entre el Ejemplo 1 y el Ejemplo 4 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida por la adición de hidróxido de potasio al líquido a ser tratado. Las comparaciones entre el Ejemplo 2 y el Ejemplo 5 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida por la disminución de la concentración de yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético con la introducción en la columna de destilación 6. Las comparaciones entre el Ejemplo 5 y el Ejemplo 6 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida bajo las condiciones a una menor temperatura y una menor presión. Las comparaciones entre el Ejemplo 7 y el Ejemplo 8 demuestran que la corrosión tiende a ser restringida bajo las condiciones a una menor temperatura. Zr y SUS 444 en el Ejemplo 7 tuvieron velocidades de corrosión mayores que las correspondientes velocidades de corrosión normalmente en el Ejemplo 5. Probablemente esto es debido a una tendencia de que no se forme adecuadamente una película pasiva en la superficie del material bajo esas condiciones con una concentración muy baja de agua.

[Tabla 1]

TABLA 1

	Ejemplo 1		Ejemplo 2		Ejemplo 3		Ejemplo 4		Ejemplo 5		Ejemplo 6	
	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba
Agua (por ciento en masa)	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34	0,35	0,34	0,35	0,34	0,34	0,34	0,34
Ácido propiónico (ppm)	30	33	20	22	30	31	30	30	20	19	20	19
Acetato de metilo (ppm)	105	90	10	7	105	490	105	99	10	8	10	7
Metanol (ppm)	1 >	1 >	1 >	1 >	200	1 >	1 >	1 >	1 >	1 >	1 >	1 >
Ácido fórmico (ppm)	660	600	90	70	660	590	660	600	90	65	90	59
Yoduro de hidrógeno (ppm)	14	13	1,5	1,2	14	1,5	14	0,5	0,11	0,09	0,11	0,08
Ion yodo (ppm)	16	14	1,9	1,7	15	2,1	15	1,0	0,15	0,13	0,15	0,14
Yoduro de metilo (ppb)	600	400	70	40	600	2100	600	530	70	61	70	55
Yoduro de hexilo (ppb)	9	8	9	7	9	8	9	8	9	9	9	9
Potasio (ppm)	1 >	1 >	1 >	1 >	1 >	1 >	42	43	1 >	1 >	1 >	1 >
Ácido acético	Restante	Restante										
Temperatura (°C)	135	135	135	135	135	135	135	135	135	135	135	150
Presión (kPaG)	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	200

[Tabla 2]

TABLA 2

	Ejemplo 7		Ejemplo 8		Ejemplo Comparativo 1		Ejemplo Comparativo 2		Ejemplo Comparativo 3	
	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba	Antes de la prueba	Después de la prueba
Agua (por ciento en masa)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,34	0,34	0,0005	0,0005	2,1	2,1
Acido Propiónico (ppm)	100	101	100	99	30	28	30	30	29	30
Acetato de metilo (ppm)	5	4	5	4	105	85	103	86	102	81
Metanol (ppm)	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
Acido Fórmico (ppm)	20	15	20	17	660	600	655	610	650	610
Yoduro de hidrógeno (ppm)	0,01	0,002	0,01	0,007	130	110	120	108	118	109
Ion yodo (ppm)	0,02	0,015	0,02	0,018	135	120	134	120	132	121
Yoduro de metilo (ppb)	5	1	5	2	600	650	595	600	590	580
Yoduro de hexilo (ppb)	5	1	5	2	9	8	8	7	8	6
Potasio (ppm)	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>	1>
Ácido acético	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante	Restante
Temperatura (°C)	135		118		135		135		135	
Presión (kPa)	90		90		90		90		90	

[Tabla 3]

TABLA 3

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3
Zr	Tasa de Corrosión (mm/año)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,005	0,00	0,06	0,00
	Corrosión Local	Ausente	Ausente	Ausente								
HC	Tasa de Corrosión (mm/año)	0,04	0,01	0,01	0,01	0,00	0,02	0,00	0,00	0,09	0,09	0,13
	Corrosión Local	Ausente	Presente	Presente	Presente							
SUS 444	Tasa de Corrosión (mm/año)	0,10	0,02	0,04	0,02	0,01	0,06	0,03	0,02	0,26	0,32	0,28
	Corrosión Local	Ausente	Ausente	Ausente								
SUS 316	Tasa de Corrosión (mm/año)	0,11	0,03	0,04	0,02	0,01	0,07	0,01	0,004	0,25	0,20	0,29
	Corrosión Local	Presente	Ausente	Presente	Presente	Presente						

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

5 Apéndice 1: Un método produce ácido acético en un equipo de producción de ácido acético. El equipo incluye un reactor, una primera columna de destilación, una segunda columna de destilación, y una unidad de purificación adicional. El método incluye un paso de reacción, un paso de evaporación de expansión rápida, un primer paso de purificación, un segundo paso de purificación, y un tercer paso de purificación. En el paso de reacción, una mezcla de material que incluye metanol, monóxido de carbono, un catalizador, y un yoduro se somete a una reacción de carbonilación de metanol en el reactor para formar ácido acético en una mezcla de reacción. En el paso de evaporación de expansión rápida, la mezcla de reacción se evapora parcialmente para separar la mezcla de reacción en vapores y componentes líquidos residuales, donde una parte de los vapores se introduce en la primera columna de destilación como corriente de ácido acético crudo. En el primer paso de purificación, una corriente de ácido acético crudo se somete a destilación en la primera columna de destilación, donde la corriente de ácido acético crudo contiene ácido acético formado en el paso de reacción. El primer paso de purificación da una primera corriente de ácido acético enriquecido con ácido acético en comparación con la corriente de ácido acético crudo. En el segundo paso de purificación, la primera corriente de ácido acético se somete a destilación en la segunda columna de destilación como columna de deshidratación para dar una segunda corriente de ácido acético enriquecido con ácido acético en comparación con la primera corriente de ácido acético. En el tercer paso de purificación, una corriente de ácido acético se somete a purificación en la unidad de purificación adicional mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético, que tiene una concentración de agua de 0,001 a 2 por ciento en masa, que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 100 ppm o menos, donde la corriente de ácido acético es la segunda corriente de ácido acético o es una corriente de ácido acético derivada de la segunda corriente de ácido acético. El tercer paso de purificación da una tercera corriente de ácido acético enriquecido con ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético.

Apéndice 2: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 30 ppm o menos.

Apéndice 3: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 10 ppm o menos.

Apéndice 4: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 3,5 ppm o menos.

Apéndice 5: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 1 ppm o menos.

Apéndice 6: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 0,3 ppm o menos.

Apéndice 7: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 0,1 ppm o menos.

Apéndice 8: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 1, el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a la purificación mientras se controla la concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 0,03 ppm o menos.

Apéndice 9: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 8, la unidad de purificación adicional puede incluir una tercera columna de destilación, y el tercer paso de purificación puede incluir someter la corriente de ácido acético a destilación en la tercera columna de destilación.

Apéndice 10: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 9, el tercer paso de

purificación puede incluir alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación.

5 Apéndice 11: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 10, el metanol puede ser alimentado a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o menor que el nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la tercera columna de destilación.

10 Apéndice 12: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con uno de los apéndices 10 y 11, el acetato de metilo puede ser alimentado a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o menor que el nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la tercera columna de destilación.

15 Apéndice 13: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 10 a 12, el hidróxido de potasio puede ser alimentado a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o mayor que el nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a la dirección de altura de la tercera columna de destilación.

20 Apéndice 14: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 9 a 13, el tercer paso de purificación puede incluir al menos una seleccionada del grupo que consiste de reciclar parte de una carga de la tercera columna de destilación a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducida en la segunda columna de destilación, y reciclar parte de la carga de la tercera columna de destilación a la corriente de ácido acético crudo antes de ser introducido en la primera columna de destilación, para el control de la concentración corrosiva de yodo.

25 Apéndice 15: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 9 a 14, el equipo de producción de ácido acético puede incluir además un sistema depurador. El sistema depurador trata parte de los componentes gaseosos generados en el equipo para formar un componente a ser reciclado al reactor, y un componente a ser descargado del equipo.

30 Apéndice 16: El método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 15 puede incluir además introducir parte de una carga de la tercera columna de destilación en el sistema depurador.

35 Apéndice 17: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 16, el tercer paso de purificación puede incluir alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste de metanol, acetato de metilo, e hidróxido de potasio a una corriente de ácido acético antes de ser introducido en la unidad de purificación adicional, para el control de la concentración corrosiva de yodo.

40 Apéndice 18: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con el apéndice 17, la al menos una sustancia puede ser alimentada a la corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de purificación adicional de modo que la corriente de ácido acético tiene una concentración corrosiva de yodo de 100 ppb o menos.

45 Apéndice 19: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 18, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 0,001 por ciento en masa o más.

50 Apéndice 20: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 18, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 0,003 por ciento en masa o más.

55 Apéndice 21: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 18, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 0,005 por ciento en masa o más.

60 Apéndice 22: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 18, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 0,006 por ciento en masa o más.

65 Apéndice 24: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 22, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 1 por ciento en masa o menos.

Apéndice 25: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 22, la corriente de ácido acético en la unidad de purificación adicional puede ser controlada para tener una concentración de agua de 0,5 por ciento en masa o menos.

5 Apéndice 26: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 25, la purificación en la unidad de purificación adicional puede ser realizada a 160 °C o menos.

Apéndice 27: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 25, la purificación en la unidad de purificación adicional puede ser realizada a 150 °C o menos.

10 Apéndice 28: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 25, la purificación en la unidad de purificación adicional puede ser realizada a 140 °C o menos.

15 Apéndice 29: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 25, la purificación en la unidad de purificación adicional puede ser realizada a 120 °C o menos.

Apéndice 30: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 29, la corriente de ácido acético crudo puede tener una concentración de ácido acético de 87 a 99 por ciento en masa.

20 Apéndice 31: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 30, la concentración de ácido acético en la primera corriente de ácido acético puede ser mayor que la concentración de ácido acético en la corriente de ácido acético crudo y puede ser 99 a 99,9 por ciento en masa.

25 Apéndice 32: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 31, la concentración de ácido acético en la segunda corriente de ácido acético puede ser mayor que la concentración de ácido acético en la primera corriente de ácido acético y puede ser 99,1 a 99,99 por ciento en masa.

30 Apéndice 33: En el método de producción de ácido acético de acuerdo con cualquiera de los apéndices 1 a 32, la concentración de ácido acético en la tercera corriente de ácido acético puede ser mayor que la concentración de ácido acético en la segunda corriente de ácido acético y puede ser 99,8 a 99,999 por ciento en masa.

Listado de Signos de referencia

- 1 reactor
- 35 2 evaporador
- 3 columna de destilación (primera columna de destilación)
- 4 decantador
- 5 columna de destilación (segunda columna de destilación)
- 6 columna de destilación (tercera columna de destilación; unidad de purificación adicional)
- 40 7 columna de resina de intercambio iónico (unidad de purificación adicional)
- 8 sistema depurador

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de ácido acético en un equipo de producción de ácido acético, comprendiendo el equipo:
- 5 un reactor;
una primera columna de destilación;
una segunda columna de destilación; y
una unidad de purificación adicional,
- 10 comprendiendo el método:
un paso de reacción de someter una mezcla de material que comprende metanol, monóxido de carbono, un catalizador y un yoduro a una reacción de carbonilación de metanol en el reactor para formar ácido acético en una mezcla de reacción;
- 15 un paso de evaporación de expansión rápida de evaporar parcialmente la mezcla de reacción para separar la mezcla de reacción en vapores y componentes líquidos residuales, donde una parte de los vapores se introduce en la primera columna de destilación como corriente de ácido acético crudo;
un primer paso de purificación de someter una corriente de ácido acético crudo a destilación en la primera columna de destilación para dar una primera corriente de ácido acético, conteniendo la corriente de ácido acético crudo el ácido acético formado en el paso de reacción, estando la primera corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la corriente de ácido acético crudo;
- 20 un segundo paso de purificación de someter la primera corriente de ácido acético a destilación en la segunda columna de destilación como columna de deshidratación para dar una segunda corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la primera corriente de ácido acético; y
un tercer paso de purificación de someter una corriente de ácido acético a purificación en la unidad de purificación adicional mientras se controla una concentración corrosiva de yodo en la corriente de ácido acético, que tiene una concentración de agua de 0,001 a 2 por ciento en masa, que pasa a través de la unidad de purificación adicional a 100 ppm o menos, para dar una tercera corriente de ácido acético enriquecida con ácido acético en comparación con la segunda corriente de ácido acético.
- 25 2. El método de conformidad con la reivindicación 1, donde la unidad de purificación adicional comprende una tercera columna de destilación, y donde el tercer paso de purificación comprende realizar la destilación en la tercera columna de destilación.
- 35 3. El método de conformidad con la reivindicación 2, donde el tercer paso de purificación comprende alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste en metanol, acetato de metilo e hidróxido de potasio a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación, para controlar la concentración corrosiva de yodo.
- 40 4. El método de conformidad con la reivindicación 3, donde el metanol se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o menor que un nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a una dirección de altura de la tercera columna de destilación.
- 45 5. El método de conformidad con una de las reivindicaciones 3 y 4, donde el acetato de metilo se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o menor que un nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a una dirección de altura de la tercera columna de destilación.
- 50 6. El método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, donde el hidróxido de potasio se alimenta a la corriente de ácido acético que se somete a destilación en la tercera columna de destilación a un nivel igual a o mayor que un nivel al que se introduce la corriente de ácido acético en la tercera columna de destilación, donde los niveles se definen con respecto a una dirección de altura de la tercera columna de destilación.
- 55 7. El método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, donde el tercer paso de purificación comprende al menos uno seleccionado del grupo que consiste en:
reciclar parte de una carga de la tercera columna de destilación a la primera corriente de ácido acético antes de ser introducida en la segunda columna de destilación; y
reciclar parte de la carga de la tercera columna de destilación a la corriente de ácido acético crudo antes de ser introducida en la primera columna de destilación,
- 60 para controlar la concentración corrosiva de yodo.
- 65

8. El método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7,
donde el equipo de producción de ácido acético comprende adicionalmente
un sistema depurador que trata parte de los componentes gaseosos generados en el equipo para formar un
componente a ser reciclado al reactor y un componente a ser descargado del equipo.
- 5
9. El método de conformidad con la reivindicación 8, comprendiendo el método adicionalmente
introducir parte de una carga de la tercera columna de destilación en el sistema depurador.
10. El método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9,
donde el tercer paso de purificación comprende
alimentar al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste en metanol, acetato de metilo e hidróxido de
potasio a una corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de purificación adicional.
- 10
11. El método de conformidad con la reivindicación 10,
donde la al menos una sustancia se alimenta a la corriente de ácido acético antes de ser introducida en la unidad de
purificación adicional de modo que la corriente de ácido acético tiene una concentración corrosiva de yodo de
100 ppb o menos.
- 15
12. El método de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11,
donde el tercer paso de purificación comprende
realizar la purificación en la unidad de purificación adicional a una temperatura de 160 °C o menor.
- 20

[Fig. 1]

