

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 792 108**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/47 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

B01D 15/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.11.2017 PCT/JP2017/041447**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2018 WO18146895**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.11.2017 E 17825355 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.04.2020 EP 3381887**

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

30 Prioridad:

07.02.2017 JP 2017020775

29.05.2017 JP 2017105771

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

10.11.2020

73 Titular/es:

DAICEL CORPORATION (100.0%)

3-1, Ofuka-cho, Kita-ku Osaka-shi

Osaka 530-0011, JP

72 Inventor/es:

SHIMIZU MASAHIKO;

MIZUTANI YOSHIHISA y

MIURA HIROYUKI

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

ES 2 792 108 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 refiere a métodos para la prevención o reducción de la formación de componentes corrosivos, tales como yodo, y procesos para la producción de ácido acético mediante carbonilación de metanol usando los métodos anteriores.

10

Técnica anterior

El ácido acético se produce de manera industrial mediante la carbonilación de metanol en presencia de agua, un catalizador de rodio, un yoduro de metal y yoduro de metilo. En el proceso de carbonilación de metanol, el ácido acético se purifica y se produce mediante el uso de unidades de proceso que incluyen un reactor para la carbonilación de metanol en una atmósfera de monóxido de carbono, un evaporador para la separación de la mezcla de reacción alimentada desde el reactor en una fase volátil y una fase menos volátil, una columna (o columna de fracción ligera o columna divisora) para la destilación y separación de la fase volátil en al menos un producto de cabeza y una corriente de ácido acético y una columna de deshidratación para la separación de agua de la corriente de ácido acético. Si resulta necesario, el ácido acético se produce mediante el uso adicional de una columna (o columna de fracción pesada) para la separación de las impurezas de punto de ebullición superior y/o una columna de producción que sigue a la columna de deshidratación.

15

20

25

30

Con respecto al proceso de carbonilación de metanol, la publicación abierta a inspección pública de la solicitud de patente japonesa n.º 2007-526310 (documento JP-2007-526310A, Documento de patente 1) divulga un método mejorado para la reducción y/o retirada de un compuesto reductor de permanganato (*Permanganate Reducing Compound*, PRC), un ácido carboxílico C₃₋₈ y un compuesto de yoduro de alquilo C₂₋₁₂; el método comprende destilar una fase volátil de una mezcla de reacción para formar un primer producto de cabeza, destilar el primer producto de cabeza para formar un segundo producto de cabeza que contenga yoduro de metilo, éter de dimetilo y el PRC, someter el segundo producto de cabeza a extracción de agua dos veces e introducir directa o indirectamente al menos una parte del segundo refinado resultante en un medio de reacción.

35

Desafortunadamente, en tal proceso de carbonilación de metanol, se puede producir corrosión en las unidades y/o líneas de proceso. De manera específica, una pared interna de una unidad y/o línea de proceso se corroe de manera selectiva, lo que puede dar como resultado una corrosión por picadura o corrosión por puntos que forme poros. Además, un producto de ácido acético puede ser coloreado, lo que disminuye su calidad.

40

45

50

En el proceso de carbonilación de metanol, se sabe que el yoduro de hidrógeno corroe una pared interna de una unidad y/o línea de proceso. La publicación abierta a inspección pública de la solicitud de patente japonesa n.º 2009-501129 (documento JP-2009-501129A, Documento de patente 2) divulga un proceso para la producción de ácido acético que comprende: destilar una corriente de ácido acético que contenga ácido acético, yoduro de hidrógeno, un componente de punto de ebullición inferior (o componente de ebullición inferior) y un componente de punto de ebullición superior (o componente de ebullición superior) en una primera columna de destilación para formar una primera corriente de punto de ebullición inferior, una primera corriente de punto de ebullición superior, una primera corriente de corte lateral que contenga ácido acético; y destilar la primera corriente de corte lateral en una segunda columna de destilación para formar una segunda corriente de punto de ebullición inferior, una segunda corriente de punto de ebullición superior y una segunda corriente de corte lateral que contenga ácido acético; donde el agua o el agua y al menos un componente (A) seleccionado del grupo que consiste en metanol y acetato de metilo se alimenta a la primera columna de destilación para convertir el yoduro de hidrógeno en un componente de ebullición inferior, tal como yoduro de metilo, para la retirada de yoduro de hidrógeno.

Desafortunadamente, incluso después de la separación del yoduro de hidrógeno mediante tal proceso, la corrosión por picadura o la corrosión por puntos se puede seguir produciendo en la unidad o línea de proceso.

55

Lista de citas**Bibliografía de patentes**

Documento de patente 1: documento JP-2007-526310A (Reivindicaciones)

60

Documento de patente 2: documento JP-2009-501129A (Reivindicaciones)

Sumario de la invención**Problema técnico**

65

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un método para la prevención de manera eficaz de

la corrosión local de una pared interna de una unidad y/o línea de proceso y un proceso para la producción de ácido acético.

5 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para la reducción de manera eficaz de la coloración del producto de ácido acético y un proceso para la producción de ácido acético.

10 Otro objeto más de la presente invención es proporcionar un método para la prevención de la coloración del producto de ácido acético y la prevención de la corrosión mediante yoduro de hidrógeno y un proceso para la producción de ácido acético.

15 Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un método para la prevención de manera eficaz de la corrosión de una unidad y/o línea de proceso preparada de un material de metal de baja calidad y un proceso para la producción de ácido acético.

15 Solución del problema

20 Los inventores de la presente invención realizaron intensos estudios para lograr los objetos anteriores y, finalmente, hallaron, en un proceso para la producción de ácido acético mediante carbonilación de metanol, que el oxígeno entra en una corriente de proceso por diversos factores que incluyen los componentes introducidos en el proceso desde el exterior, el oxígeno oxida el yoduro de hidrógeno o el yoduro de metilo para formar un subproducto de yodo que corroe una unidad y/o línea de proceso; y que el control de la concentración de oxígeno en la corriente de proceso hasta una concentración predeterminada o menos reduce de manera eficaz la formación de un subproducto de yodo para prevenir la corrosión local de la unidad y/o línea de proceso. La presente invención se realizó basándose en los hallazgos anteriores.

25 Es decir, la presente invención proporciona un proceso para la producción de ácido acético, que comprende: (1) dejar que el metanol reaccione por carbonilación con monóxido de carbono (o carbonilar el metanol con monóxido de carbono) en presencia de un sistema de catalizador, ácido acético, acetato de metilo y agua, donde el sistema de catalizador contiene un catalizador de metal, un yoduro de metal iónico y yoduro de metilo; (2) separar la mezcla de reacción en una fase volátil y una fase menos volátil; (3) destilar la fase volátil para formar un primer producto de cabeza y una corriente de ácido acético, donde el primer producto de cabeza es rico en al menos un componente de ebullición inferior seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y acetaldehído, la corriente de ácido acético es rica en ácido acético; y al menos una sección seleccionada del grupo que consiste en las siguientes secciones (4), (9) y (15):

35 (4) una sección de purificación para la obtención de ácido acético purificado de la corriente de ácido acético;

(9) una sección de separación para la separación de al menos el acetaldehído del primer producto de cabeza; y

40 (15) una sección de tratamiento de gases residuales para el tratamiento por absorción de un gas residual del proceso con un disolvente de absorción y la formación u obtención de una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético.

45 La sección de purificación (4) puede comprender al menos (5) una etapa de deshidratación (preferentemente al menos (5) una etapa de deshidratación y (6) una etapa de retirada de componente de ebullición superior) entre las siguientes etapas (5) a (8):

(5) deshidratar la corriente de ácido acético (o retirar el agua de la corriente de ácido acético),

50 (6) retirar un componente (o una fracción) de ebullición superior de la corriente de ácido acético,

(7) destilar por purificación adicional una corriente de ácido acético de la etapa (6), y

55 (8) separar por intercambio iónico un compuesto de yodo de una corriente de ácido acético de la etapa (7).

La sección de separación (9) puede comprender al menos las etapas (10) a (13) entre las siguientes etapas (10) a (14):

60 (10) condensar el primer producto de cabeza para formar dos fases líquidas con una fase superior y una fase inferior (o separar en líquido-líquido el primer producto de cabeza mediante condensación para formar una fase superior y una fase inferior),

(11) formar un quinto producto de cabeza a partir de la fase superior y/o la fase inferior, donde el quinto producto de cabeza es rico en acetaldehído y yoduro de metilo,

65 (12) extraer el acetaldehído del quinto producto de cabeza para formar un extracto y un refinado, donde el

extracto es rico en acetaldehído y el refinado es rico en yoduro de metilo,

(13) separar un aldehído del extracto y/o el refinado, y

5 (14) separar un alcano de la fase superior y/o la fase inferior.

La sección de tratamiento de gases residuales (15) puede comprender al menos una etapa de absorción seleccionada del grupo que consiste en las etapas (16) y (17) entre las siguientes etapas (16) a (18):

10 (16) absorber el gas residual con un disolvente de absorción a alta presión,

(17) absorber el gas residual con un disolvente de absorción a baja presión, y

15 (18) difundir un gas (o un componente gaseoso) absorbido en las etapas de absorción (16) y (17).

En el proceso para la producción de ácido acético, la concentración de oxígeno se controla (o regula) en al menos una seleccionada del grupo que consiste en las siguientes (a) y (b):

20 (a) la concentración de oxígeno en una fase gaseosa (o una fase de gas) del proceso se controla (o regula) hasta menos del 7 % en volumen,

(b) la concentración de oxígeno en una fase líquida del proceso se controla (o regula) hasta menos de 7×10^{-5} g/g.

25 La fase gaseosa del proceso puede contener al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno. La fase gaseosa del proceso puede contener, además, al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, acetato de metilo, metanol, agua, acetaldehído, un subproducto derivado de acetaldehído y un éter de dialquilo. El subproducto puede contener al menos un elemento
30 seleccionado del grupo que consiste en un yoduro de alquilo con 2 o más átomos de carbono, un alcanal con 4 o más átomos de carbono, un ácido alcanocarboxílico con 3 o más átomos de carbono, un alcano y una cetona. El éter de dialquilo puede contener al menos éter de dimetilo.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, en el proceso de producción (al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una secuencia de una
35 línea de proceso), la concentración de oxígeno se puede controlar o regular en al menos una seleccionada del grupo que consiste en las siguientes (a-1) y (b-1):

(a-1) la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se puede controlar hasta, por ejemplo, el 5 % en volumen o
40 menos,

(b-1) la concentración de oxígeno en la fase líquida se puede controlar hasta, por ejemplo, 2×10^{-5} g/g o menos.

La concentración de oxígeno superior a estos valores puede dar como resultado la formación de yodo en el proceso y la corrosión de una unidad o línea de proceso.

45 En al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la relación de oxígeno con respecto al monóxido de carbono en cada una de la fase gaseosa y la fase líquida puede ser del 2 % en volumen o menos (por ejemplo, del 1 % en volumen o menos).

50 Con el fin de regular la concentración de oxígeno en la fase gaseosa y/o la concentración de oxígeno en la fase líquida, al menos un componente (fuente de oxígeno) seleccionado del grupo que consiste en un gas que contiene oxígeno, un compuesto que contiene oxígeno y un generador de oxígeno se puede introducir en el proceso. En al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y
55 una corriente de una línea de proceso, la introducción de tal componente (fuente de oxígeno) puede controlar (o regular) la concentración de oxígeno en la fase gaseosa y/o la concentración de oxígeno en la fase líquida hasta la/s siguiente/s concentración/concentraciones:

60 la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se puede controlar (o regular) hasta 1 ppt en volumen o más (por ejemplo, 100 ppt en volumen o más),

la concentración de oxígeno en la fase líquida se puede controlar (o regular) hasta $0,1 \times 10^{-9}$ g/g o más (por ejemplo, $0,1 \times 10^{-8}$ g/g o más).

65 Con el fin de reducir (o prevenir) la formación (o producción) de yodo, la concentración de oxígeno en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en la fase gaseosa y la fase líquida se puede controlar (o

regular) hasta 0,25 mol o menos con respecto a 1 mol de la cantidad total de yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo.

5 La fase gaseosa (o parte de fase gaseosa) del proceso con la concentración de oxígeno predeterminada significa todas las fases gaseosas del proceso. El gas que forma la fase gaseosa (o parte de fase gaseosa) significa un gas residual (todos los gases residuales) del proceso y el gas puede ser un "gas residual" a ser sometido a la sección de tratamiento de gases residuales o puede ser un "gas residual" de una unidad y/o línea de proceso ("gases residuales" de todas las unidades y/o líneas de proceso). El "gas residual" no significa necesariamente un gas descargado del proceso al exterior del sistema, sino que también significa un gas en el proceso (por ejemplo, un gas
10 en una unidad y línea de proceso).

Tal como se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones, la expresión "unidad de proceso" significa un aparato o una unidad para una operación de unidad de un proceso, tal como una reacción, una evaporación, una destilación, un enfriamiento y/o una condensación, una separación en líquido-líquido, un mantenimiento (almacenamiento) o una absorción. Tal como se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones, el acetaldehído y los subproductos derivados del acetaldehído que acortan el tiempo de permanganato en un ensayo de compuestos reductores de permanganato se pueden denominar simplemente PRC. Los ejemplos de tales PRC pueden incluir un compuesto aldehído y un yoduro de alquilo con dos o más átomos de carbono. A menos que se indique de manera específica de otro modo, una fase acuosa que contenga acetaldehído obtenible mediante
15 separación en líquido-líquido (o bifásica) es sinónimo de una fase ligera o una fase superior y una fase orgánica que contenga yoduro de metilo obtenible mediante separación en líquido-líquido (o bifásica) es sinónimo de una fase pesada, una fase de yoduro de metilo o una fase inferior. Una fase acuosa obtenible mediante extracción es sinónimo de un extracto y una fase orgánica obtenible mediante extracción es sinónimo de un refinado.

25 Tal como se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones, una parte de fase gaseosa y una corriente gaseosa se pueden denominar, de manera colectiva, "fase gaseosa" y una parte de fase líquida y una corriente líquida se pueden denominar, de manera colectiva, "fase líquida". Tal como se usa en la presente descripción y en las reivindicaciones, la cantidad total de la mezcla que forma cada una de la fase gaseosa y la fase líquida, incluyendo las impurezas, es del 100 %. Si la mezcla que forma la fase gaseosa (mezcla gaseosa) contiene un
30 componente condensable, la composición de la mezcla de fase gaseosa no se puede medir con precisión de acuerdo con las circunstancias. La razón es la siguiente: aunque la mezcla sea gaseosa en condiciones de proceso (temperatura y presión), el componente condensable en la mezcla que tiene una temperatura reducida mediante muestreo se puede licuar a temperatura ambiente y presión atmosférica (25 °C, 1 átomo = 0,1 MPa). Por tanto, la composición de la mezcla que forma la fase gaseosa (mezcla gaseosa) se expresa basándose en el volumen (% en volumen) o peso (% en peso) de la mezcla de fase gaseosa a una temperatura de 25 °C. Además, la composición de
35 la mezcla que forma la fase líquida (mezcla líquida) se expresa basándose en el peso (por ejemplo, % en peso).

Efectos ventajosos de la invención

40 De acuerdo con la presente invención, dado que la concentración de oxígeno en la corriente de proceso se controla (o regula) hasta una concentración predeterminada o menos, la formación de subproducto de yodo se inhibe y se suprime de manera eficaz para reducir o prevenir la corrosión local de la pared interna de la unidad y/o línea de proceso. El proceso también reduce la concentración total de yodo en un producto de ácido acético para suprimir o
45 prevenir de manera eficaz la coloración del producto de ácido acético. Además, el proceso previene la coloración del producto de ácido acético, así como reduce la formación de yoduro de hidrógeno a partir de yodo y, por tanto, previene la corrosión mediante yoduro de hidrógeno. Por consiguiente, la corrosión de una unidad y/o línea de proceso preparada de un material de metal de baja calidad también se puede prevenir de manera eficaz.

Breve descripción de los dibujos

50 [Fig. 1] La Fig. 1 es un diagrama de flujo para la explicación de un ejemplo de un proceso a partir de una etapa de reacción a través de una etapa de separación en líquido-líquido y una segunda etapa de destilación en un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de acuerdo con una realización de la presente invención.

55 [Fig. 2] La Fig. 2 es un diagrama de flujo para la explicación de una etapa de purificación de ácido acético que incluye una segunda etapa de destilación.

[Fig. 3] La Fig. 3 es un diagrama de flujo para la explicación de una etapa de separación para la separación de al menos el acetaldehído de una etapa de separación en líquido-líquido.

60 [Fig. 4] La Fig. 4 es un diagrama de flujo para la explicación de una etapa de tratamiento de gases residuales para el tratamiento de un gas residual de un proceso.

Descripción de las realizaciones

65 En un proceso para la producción de ácido acético mediante carbonilación de metanol, el oxígeno entra en una

corriente de proceso debido a diversos factores, por ejemplo, los componentes introducidos en el proceso desde el exterior. Por ejemplo, el monóxido de carbono o el metanol se puede obtener mediante la oxidación parcial de una fuente de carbono (un compuesto de carbono o un compuesto de hidrocarburo), tal como el combustible fósil (tal como el carbón o el petróleo) o el gas natural, con oxígeno o aire para dar un gas de síntesis (CO, H₂, CO₂, una traza de O₂) y la purificación del gas de síntesis; donde el método de oxidación parcial de la fuente de carbono puede incluir, por ejemplo, un reformado de metano con vapor (*Steam Methane Reforming, SMR*), un reformado autotérmico (*Autothermal Reforming, ATR*) y una oxidación parcial (*Partial Oxidation, POX*). No solo en la oxidación parcial con oxígeno sino también en el SMR, la fuente de carbono o el vapor contiene oxígeno. Por consiguiente, una traza de oxígeno entra en el proceso mediante la introducción (o alimentación) de monóxido de carbono y metanol como materias primas a un reactor o mediante el suministro o la adición de metanol a una unidad de proceso (tal como una columna de deshidratación o un tanque de tratamiento) para convertir el yoduro de hidrógeno en yoduro de metilo para la retirada del yoduro de hidrógeno.

Además, a fin de ajustar el contenido de agua en el proceso, se suministra agua al proceso o se usa agua en el proceso. Por ejemplo, se alimenta agua a una etapa de reacción; o se destila un primer producto de cabeza de una columna de fracción ligera (una columna divisora) para la retirada de un componente de ebullición inferior en una columna de retirada de aldehído para formar un segundo producto de cabeza y el segundo producto de cabeza se somete a extracción con agua (por ejemplo, en un extractor de agua o una columna de destilación extractora de agua). Además, se puede usar una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino para retirar el yoduro de hidrógeno en una unidad de proceso, tal como una columna de deshidratación o un tanque de tratamiento. Tal agua contiene una traza de oxígeno disuelta en la misma y el oxígeno entra en la corriente de proceso mediante el uso de tal agua.

Además, el proceso de producción de ácido acético mediante carbonilación incluye, entre un reactor y una columna de producción, aparatos, tales como diversos tanques o tanques de mantenimiento, bombas e instrumentos y medidores (por ejemplo, un medidor de nivel y un medidor de presión). Con el fin de prevenir que la corriente de proceso (por ejemplo, una corriente de ácido acético) refluya a los instrumentos y medidores y se licue o con el fin de prevenir que el monóxido de carbono se filtre de un eje de agitación del reactor, la purga de gas de nitrógeno se puede realizar en una parte de sello a alta presión u otras partes. La purga de gas de nitrógeno en los instrumentos y medidores da como resultado la introducción de gas de nitrógeno en el proceso. En el sellado a presión en una parte de sello del eje de agitación, una parte de gas de nitrógeno se puede filtrar en el reactor a través de la parte de sello. Tal gas de nitrógeno también contiene una traza de oxígeno.

El oxígeno introducido en el proceso debido a diversos factores, tal como se ha descrito anteriormente, reacciona con el yoduro de hidrógeno o yoduro de metilo presente en el proceso para generar yodo I₂ libre mediante la reacción oxidativa (tal como $2HI + 1/2O_2 \rightarrow I_2 + H_2O$; $2CH_3I + 1/2O_2 \rightarrow CH_3OCH_3 + I_2$). En un caso donde el yodo I₂ generado se une o se adhiere a una pared interna de una unidad y/o línea de proceso, se ha hallado que la parte unida se corroe de manera selectiva o local, lo que da como resultado una corrosión por picadura o corrosión por puntos que forma poros.

Además, en una atmósfera que tiene una concentración de agua del 5 % en peso o menos, el yoduro de hidrógeno HI normalmente se comporta de la misma manera que el agua y se condensa en la/s parte/s de arriba de una columna de fracción ligera para la retirada de un componente de ebullición inferior, una columna de deshidratación, una columna de fracción pesada para la retirada de un componente de ebullición superior y/o una columna de producción. Mientras tanto, el yodo I₂, que tiene un punto de ebullición superior al yoduro de hidrógeno HI, se transporta junto con una fracción de punto de ebullición superior de la unidad de proceso (por ejemplo, una corriente de corte lateral de una columna de fracción ligera para la retirada de un componente de ebullición inferior, una corriente de fondo de una columna de deshidratación y una corriente de corte lateral de una columna de producción) para, finalmente, entrar en el producto de ácido acético. Por tanto, también se ha hallado que el producto de ácido acético puede tener una concentración aumentada de yodo o puede tener un color entre oscuro y marrón rojizo propio del yodo I₂. El producto de ácido acético contaminado con yodo inhibe la actividad catalítica en la producción de un derivado de ácido acético, tal como el acetato de vinilo. Por consiguiente, normalmente resulta necesario suprimir la concentración de yodo en el producto de ácido acético hasta un nivel muy bajo como de 10 ppb en peso o menos.

Además, tal como se ha descrito anteriormente, se puede añadir metanol o un hidróxido de metal alcalino (tal como hidróxido de potasio) a una unidad de proceso, tal como una columna de deshidratación, para convertir una traza de yoduro de hidrógeno HI en yoduro de metilo MeI o un yoduro alcalino (tal como KI) que, a continuación, se retira. Incluso en tal método, resulta posible retirar el yodo I₂ producido a partir de yoduro de hidrógeno HI y/o yoduro de metilo MeI. En un lado aguas abajo de proceso de la unidad de proceso, tal como una columna de deshidratación, la concentración de yoduro de hidrógeno HI se puede reducir, al tiempo que la exposición de una corriente de proceso que contiene yodo I₂ a una atmósfera de reducción genera yoduro de hidrógeno HI mediante la reacción inversa. Por tanto, una pared interna de una unidad y/o línea de proceso preparada de un material de metal de baja calidad (por ejemplo, un material de acero inoxidable de baja calidad (SUS), un material HASTELLOY C) se puede corroer no de manera local mediante yodo I₂, sino de manera uniforme mediante yoduro de hidrógeno HI.

De acuerdo con una realización de la presente invención, la concentración de oxígeno en la corriente de proceso se controla para resolver tales problemas. Por otra parte, el proceso de carbonilación de metanol (el sistema de reacción) normalmente es un sistema presurizado y, por tanto, la concentración de oxígeno en la corriente de proceso se puede regular (o se puede controlar) mediante el control de las concentraciones de oxígeno en las materias primas y las respectivas líneas de alimentación. Por ejemplo, la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono se puede controlar mediante la operación de manera adecuada de un proceso de producción de monóxido de carbono. Por ejemplo, la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono se puede controlar mediante: la regulación (o el ajuste) de la cantidad de alimentación de oxígeno y/o la cantidad de alimentación de un vapor (vapor de agua) con respecto a una materia prima de monóxido de carbono (tal como carbón o gas natural, petróleo pesado o asfalto) para oxidar parcialmente la materia prima con oxígeno por completo; la medición de la concentración de oxígeno en un monóxido de carbono purificado para determinar la conveniencia de uso basándose en el valor medido; el control de retroalimentación del proceso de producción de monóxido de carbono basándose en el valor medido para controlar la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono; o la introducción de un gas inactivo o inerte basándose en el valor medido para controlar la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono.

Además, con respecto al metanol, la concentración de oxígeno disuelto en el metanol se puede medir para determinar la conveniencia de uso basándose en el valor medido; o la concentración de oxígeno disuelto se puede controlar mediante calentamiento u otros medios basándose en el valor medido. Además, para que el agua y/o una solución acuosa [una solución acuosa alcalina (una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino) o una solución acuosa de hipofosfito de sodio] se alimenten al proceso (tal como el sistema de reacción), la concentración de oxígeno disuelto se puede medir para determinar la conveniencia de uso basándose en el valor medido; o se puede usar agua o una solución acuosa que tenga una concentración de oxígeno disuelto controlada mediante calentamiento u otros medios basándose en el valor medido (por ejemplo, agua o una solución acuosa que tenga una concentración reducida de oxígeno mediante ebullición u otros medios).

Además, para que un gas o líquido se alimente en el proceso, la concentración de oxígeno también se puede medir de la misma manera que la descrita anteriormente y la concentración de oxígeno en la corriente de proceso se puede ajustar o controlar basándose en el valor medido.

Además, la concentración de oxígeno en la corriente de proceso se puede controlar mediante el uso de un método para la minimización de la cantidad de gas de purga de nitrógeno en la corriente de proceso, un método para el cambio del gas de purga a gas de purga de monóxido de carbono u otro gas de purga inactivo u otros métodos.

Como analizador de oxígeno que determina la concentración de oxígeno en fase de gas o gaseosa, se pueden usar diversos analizadores de oxígeno, por ejemplo, un analizador de oxígeno del tipo de presión magnética a prueba de explosiones (MPA-51d/p fabricado por HORIBA, Ltd.), un analizador de oxígeno de circonia de tipo separado (ZR402G, ZR22G, fabricados por Yokogawa Electric Corporation) y un analizador de gases que usa espectroscopía de absorción láser de diodo ajustable [por ejemplo, (todo en uno) SITRANS SL fabricado por NOHKEN Inc.; un analizador de gases fabricado por METTLER; y un analizador de gases (medidor de O₂) fabricado por Iijima Electronics Corporation].

Los ejemplos de un analizador de oxígeno (un sensor de oxígeno disuelto) para la fase líquida o de líquido pueden incluir los tipos "DO", "OC", "ODM" y "OBM" fabricados por DKK-TOA Corporation, el "medidor de DO" fabricado por Iijima Electronics Corporation y, además, un analizador de oxígeno (fabricado por METTLER) que puede medir la concentración de oxígeno disuelto en agua y un disolvente (metanol) y un "tipo OX" (fabricado por Yokogawa Electric Corporation) para la medición de la concentración de oxígeno en el gas.

De acuerdo con un modelo 7561L de "tipo OC64" u otros modelos fabricados por DKK-TOA Corporation, el límite de detección de oxígeno en un líquido es de 0,1 µg/l. Por ejemplo, el límite mínimo de determinación de la concentración de oxígeno en un líquido que tiene un peso específico de 1 es de $(0,1/1.000.000) \text{ g}/1.000 \text{ g} = 0,1 \text{ ppb}$ y el límite de detección de la concentración de oxígeno en un líquido que tiene un peso específico de 2 es de 0,05 ppb. En un "OX400" fabricado por Yokogawa Electric Corporation, el límite mínimo de determinación de la concentración de oxígeno en un gas es de 0,01 ppm en volumen (10 ppb). En una muestra (una fase gaseosa o una fase líquida) que tiene una concentración de oxígeno de menos del límite mínimo de determinación, la concentración de oxígeno en la muestra se puede determinar mediante la condensación de la fase gaseosa o la fase líquida usando un método común (por ejemplo, adsorción selectiva de oxígeno a un adsorbente, difusión selectiva de oxígeno a través de una membrana permselectiva, tal como una membrana enriquecida con oxígeno, destilación para la formación de una fracción ligera y una fracción pesada y extracción) para dar un concentrado de oxígeno, la medición de la concentración de oxígeno en el concentrado y la conversión del valor medido en la concentración de oxígeno en la muestra.

Las concentraciones de oxígeno en un gas (o una fase gaseosa) y un líquido (o una fase líquida) se pueden observar de manera continua mediante la supervisión de un valor detectado o medido con un analizador de oxígeno (un sensor de oxígeno) dispuesto (o instalado) en un unidad de proceso o una línea de proceso o se pueden observar mediante la toma y el análisis de manera regular de una muestra de una unidad de proceso o una línea de

proceso. Además, la concentración de oxígeno se puede controlar mediante la comparación del valor detectado o medido con el analizador de oxígeno (el sensor de oxígeno) con un valor de referencia superior (un valor umbral) y, en un caso donde el valor detectado o medido alcanza el valor umbral, mediante la introducción de manera automática de un fluido (gas o líquido) que tenga una baja concentración de oxígeno en una corriente de proceso o el cambio de la corriente de introducción a un fluido que tenga una baja concentración de oxígeno. Además, cuando la concentración de oxígeno es excesivamente baja (cuando la concentración de oxígeno alcanza un valor umbral como valor de referencia inferior), se puede introducir una fuente de oxígeno en la corriente de proceso.

En un proceso en un sistema de presión reducida, la concentración de oxígeno en la corriente de proceso en el sistema de presión reducida se puede controlar mediante: el control de la presión hasta una presión predeterminada con la introducción de un gas inactivo, al tiempo que se mantiene una condición hermética para el mantenimiento de la presión de operación, a continuación, el comienzo de la operación y la medición de la concentración de oxígeno en un gas de desecho de una bomba de vacío.

Tal control de la concentración de oxígeno permite la formación reducida del subproducto de yodo y, por tanto, proporciona una condición de proceso útil que resuelve problemas que incluyen la corrosión local por yodo, la concentración aumentada de yodo total en un producto de ácido acético y la coloración del producto de ácido acético. Además, la presente invención es altamente útil para el control de la concentración de yodo en el producto de ácido acético hasta una concentración baja tan extremadamente baja como de 10 ppb en peso o menos. Además, se sabe que los metales resistentes a la corrosión de alta calidad, tales como circonio, muestran una resistencia a la corrosión perfecta en condiciones muy diversas, incluyendo condiciones de reducción y condiciones de oxidación. Sin embargo, tal metal resistente a la corrosión de alta calidad se puede corroer en una condición fuertemente oxidante. Por tanto, dependiendo de la selección de un material de una unidad y/o línea de proceso, aunque la unidad y/o línea de proceso pueden mostrar una resistencia a la corrosión en un grado de alta concentración de oxígeno, la unidad y/o línea de proceso se puede corroer de acuerdo con la concentración de oxígeno. La presente invención también puede reducir tal corrosión.

Tal como resulta evidente a partir de estas materias, la presente invención también se puede aplicar a cualquier unidad (etapa) y línea de proceso en un proceso para la producción de ácido acético mediante carbonilación de metanol.

La presente invención se puede aplicar a una corriente de proceso (por ejemplo, una fase gaseosa de un proceso) que contenga al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para la reducción de la formación de subproducto de yodo. Además, tal como se describe más adelante, la corriente de proceso (por ejemplo, una fase gaseosa de un proceso) puede contener al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, acetato de metilo, metanol, agua, acetaldehído, subproductos derivados de acetaldehído y éteres de dialquilo, dependiendo de la unidad de proceso y/o la línea de proceso. Los subproductos pueden contener al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en un yoduro de alquilo con 2 o más átomos de carbono, un alcanal con 4 o más átomos de carbono, un ácido alcanocarboxílico con 3 o más átomos de carbono, un alcano y una cetona. Los éteres de dialquilo pueden contener al menos éter de dimetilo.

De acuerdo con una realización de la presente invención, al menos una concentración de oxígeno seleccionada del grupo que consiste (a) una concentración de oxígeno en una fase gaseosa de un proceso y (b) una concentración de oxígeno en una fase líquida de un proceso, tal como se describe más adelante, se controla en un proceso de producción de ácido acético (al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso).

(a) La concentración de oxígeno en la fase gaseosa del proceso se controla hasta menos del 7 % en volumen y puede ser del 6,5 % en volumen o menos (por ejemplo, del 6 % en volumen o menos), preferentemente del 5,5 % en volumen o menos, o se puede controlar hasta, normalmente, el 5 % en volumen o menos (por ejemplo, el 3 % en volumen o menos), preferentemente el 1 % en volumen o menos (por ejemplo, el 0,5 % en volumen o menos), más preferentemente el 0,1 % en volumen o menos (por ejemplo, el 0,01 % en volumen o menos) y, en particular, el 0,001 % en volumen (10 ppm en volumen) o menos (por ejemplo, el 0,0001 % en volumen (1 ppm en volumen) o menos).

La concentración de oxígeno en la fase gaseosa puede tener cualquier límite inferior y puede ser, por ejemplo, de 1 ppt en volumen o más (por ejemplo, 100 ppt en volumen o más), preferentemente 1 ppb en volumen o más (por ejemplo, 100 ppb en volumen o más), o puede ser de cero (0) o un límite mínimo de determinación (o medición) o menos.

(b) La concentración de oxígeno en la fase líquida del proceso se controla hasta menos de 7×10^{-5} g/g y se puede controlar hasta 2×10^{-5} g/g o menos (por ejemplo, 1×10^{-5} g/g o menos), preferentemente $0,5 \times 10^{-5}$ g/g o menos (por ejemplo, $0,1 \times 10^{-5}$ g/g o menos), más preferentemente $0,05 \times 10^{-5}$ g/g o menos (por ejemplo, $0,01 \times 10^{-5}$ g/g o menos) y, en particular, $0,001 \times 10^{-5}$ g/g o menos (por ejemplo, $0,0001 \times 10^{-5}$ g/g o menos).

Además, la concentración de oxígeno en la fase líquida puede tener cualquier límite inferior y puede ser, por

ejemplo, de $0,1 \times 10^{-9}$ g/g o más o puede ser de cero (0) o un límite mínimo de determinación (o medición) o menos. En una fase líquida, tal como un líquido de proceso a presión o un líquido de proceso a alta temperatura, en algunos casos, la concentración de oxígeno (o la concentración de oxígeno disuelto) no se puede medir con precisión debido a la dificultad del muestreo, la vaporización de oxígeno u otros factores. En tal caso, la concentración de oxígeno en el líquido de proceso se puede medir, como valor estimado (valor estimado experimental), mediante la determinación de la concentración de oxígeno en el líquido de proceso en una pluralidad de condiciones con temperaturas y/o presiones variables para estimar la concentración de oxígeno a una temperatura y presión de proceso reales o se puede calcular usando Aspen Plus (fabricado por Aspen Technology, Inc.).

10 A medida que aumenta la concentración de oxígeno en la corriente de proceso (la fase gaseosa y la fase líquida), el yodo se forma fácilmente en la corriente de proceso.

15 Aunque se prefiere una concentración de oxígeno inferior, en un caso donde la concentración de oxígeno es demasiado baja, la velocidad de corrosión de la unidad y/o línea de proceso puede aumentar debido a una atmósfera de reducción excesivamente fuerte. Por tanto, a fin de controlar la concentración de oxígeno en la corriente de proceso (la fase gaseosa y la fase líquida), al menos una fuente de oxígeno seleccionada del grupo que consiste en un gas que contiene oxígeno, un compuesto que contiene oxígeno y un generador de oxígeno se puede introducir en el proceso para controlar la concentración de oxígeno en la fase gaseosa y/o fase líquida en la corriente de proceso.

20 Los ejemplos del gas que contiene oxígeno pueden incluir aire. Los ejemplos del compuesto que contiene oxígeno pueden incluir ozono. Los ejemplos del generador de oxígeno pueden incluir ácido peracético y peróxido de hidrógeno. Estas fuentes de oxígeno se pueden usar solas o en combinación.

25 Además, la concentración de oxígeno en una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente gaseosa como fase gaseosa y una corriente líquida como fase líquida puede ser, por ejemplo, con respecto a 1 mol de la cantidad total de yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo, de aproximadamente 0,25 mol o menos (por ejemplo, de aproximadamente 0,2 mol o menos), preferentemente de aproximadamente 0,1 mol o menos (por ejemplo, de aproximadamente 0,05 mol o menos), más preferentemente de aproximadamente 0,01 mol o menos (por ejemplo, de aproximadamente 1×10^{-3} mol o menos), en particular, de aproximadamente 1×10^{-4} mol o menos (por ejemplo, de aproximadamente 1×10^{-5} mol o menos) o puede ser de aproximadamente 1×10^{-6} mol o menos (por ejemplo, de aproximadamente 1×10^{-7} mol o menos).

35 Además, en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la relación del oxígeno con respecto al monóxido de carbono (O_2/CO) en cada una de una fase acuosa y una fase líquida (por ejemplo, una fase gaseosa) puede ser del 7 % en volumen o menos (por ejemplo, del 5 % en volumen o menos), por ejemplo, del 2 % en volumen o menos (por ejemplo, del 1 % en volumen o menos), preferentemente del 0,5 % en volumen o menos (por ejemplo, del 0,1 % en volumen o menos), más preferentemente del 0,01 % en volumen o menos (por ejemplo, del 0,001 % en volumen o menos) y, en particular, del 0,0001 % en volumen o menos (por ejemplo, del 0,00001 % en volumen o menos).

45 En la corriente de proceso, la concentración de oxígeno en la fase líquida es prácticamente baja y la relación (O_2/CO) del oxígeno con respecto al monóxido de carbono puede fluctuar de manera significativa en algunos casos. La relación (O_2/CO) del oxígeno con respecto al monóxido de carbono en la fase líquida puede ser, por ejemplo, del 1.000 % en peso o menos (10 veces o menos) (por ejemplo, del 500 % en peso o menos), o puede ser del 250 % en peso o menos (por ejemplo, del 100 % en peso o menos), preferentemente del 75 % en peso o menos (por ejemplo, del 50 % en peso o menos), más preferentemente del 20 % en peso o menos (por ejemplo, del 10 % en peso o menos) o puede ser del 5 % en peso o menos (por ejemplo, del 1 % en peso o menos), preferentemente del 0,1 % en peso o menos (por ejemplo, del 0,01 % en peso o menos), más preferentemente del 0,001 % en peso o menos (por ejemplo, del 0,0001 % en peso o menos) y, en particular, del 0,00005 % en peso o menos (por ejemplo, del 0,00001 % en peso o menos).

55 Tal como se describe más adelante, el porcentaje en volumen (% en volumen) y el porcentaje en peso (% en peso) de cada componente descrito anteriormente se pueden calcular o convertir entre sí usando un peso molecular promedio (un peso molecular promedio en peso).

60 En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se explicará en detalle con referencia a los dibujos, si resulta necesario. Cada etapa y un aparato o una unidad principal para la etapa correspondiente se pueden indicar con el mismo número o signo de referencia.

65 El proceso (o aparato) para la producción de manera continua de ácido acético, tal como se muestra en la Fig. 1 a la Fig. 4, comprende (1) una etapa de reacción (un sistema de reacción o un reactor) para la realización de una reacción de carbonilación de metanol; (2) una etapa (una etapa de evaporación instantánea o un vaporizador instantáneo) para la separación de la mezcla de reacción en una fase volátil (2A) y una fase menos volátil (2B); y (3) una etapa (una primera etapa de destilación, una columna divisora) para la destilación y separación de la fase volátil (2A) para formar un primer producto de cabeza (3A), una corriente de ácido acético (3B) y una corriente líquida de

fondo (fracción (o componente) de punto de ebullición superior) (3C), siendo el primer producto de cabeza (3A) rico en al menos un componente de ebullición inferior seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y acetaldehído, siendo la corriente de ácido acético (3B) rica en ácido acético; y, además, comprende (4) una sección de purificación o un grupo de etapas de purificación para la obtención de ácido acético purificado de la corriente de ácido acético (3B) (etapas (5) a (8)); (9) una sección de separación o un grupo de etapas de separación para la separación de al menos el acetaldehído del primer producto de cabeza (3A) (etapas (10) a (14)); y (15) una sección de tratamiento de gases residuales o un grupo de etapas de tratamiento de gases residuales para el tratamiento por absorción un gas residual del proceso con un disolvente de absorción para separar el gas residual en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético, yoduro de metilo y acetato de metilo (etapas (16) a (18)).

De acuerdo con la presente invención, el proceso comprende, además de las etapas (1) a (3) anteriores, al menos una sección (grupo de etapas o grupo de unidades) seleccionada del grupo que consiste en las secciones (4), (9) y (15). Por ejemplo, la sección de tratamiento de gases residuales (15) no es necesariamente necesaria. En la sección de tratamiento de gases residuales (15), el tratamiento de gases residuales de todas las unidades o líneas no es necesariamente necesario y se puede/pueden tratar el/los gas/es residual/es de la/s unidad/es o línea/s de proceso predeterminada/s. La fase gaseosa o parte de fase gaseosa del proceso que tiene la concentración de oxígeno predeterminada significa todas las fases gaseosas del proceso; el gas que forma la fase gaseosa incluye un gas residual del proceso, independientemente de la descarga al exterior del sistema. El gas residual puede ser un "gas residual" a ser sometido a la sección de tratamiento de gases residuales o puede ser un gas residual de una unidad y/o línea de proceso. En lo sucesivo en el presente documento, se explicará en detalle cada etapa.

(1) Etapa de reacción (reactor)

En la etapa de reacción (1), el metanol de una línea de alimentación 2 y el monóxido de carbono de una línea de alimentación 4 se alimentan de manera continua a un reactor (1) en presencia de un medio de reacción que contiene un sistema de catalizador de carbonilación y agua para producir ácido acético mediante la carbonilación de metanol. El monóxido de carbono de la línea 4 se mezcla con el hidrógeno alimentado desde una línea 6 con el fin de aumentar la actividad catalítica y la mezcla se alimenta como gas mixto 7 al reactor (1). El metanol se alimenta al reactor (1) y el metanol se añade a una columna de destilación de una segunda etapa de destilación (5) a través de una línea 3. El monóxido de carbono de una línea 5 se mezcla con una fase menos volátil (un líquido de catalizador de fondo) de una línea de reciclado 21 de un evaporador (2) con el fin de prevenir la precipitación del catalizador y el líquido de catalizador mixto se recicla al reactor (1) a través de una línea 22.

Además, en una etapa de separación en líquido-líquido (10), una fase superior 38 (una fase superior rica en ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo y agua) y una fase inferior 39 (una fase inferior rica en yoduro de metilo y acetato de metilo) se forman de manera bifásica en el decantador S2 y una parte 41 de la fase superior 38 y una parte 40 (o una primera parte) de la fase inferior 39 se pueden reciclar al reactor (1). Una parte (o una segunda parte) 40 de la fase inferior 39 se puede someter a una etapa de separación de alcanos (etapa de destilación) (14). Además, una parte 54 de un condensado (una parte de un condensado rico en ácido acético) de un segundo producto de cabeza 51 de una columna de destilación de una segunda etapa de destilación (5) también se puede mezclar o fusionar con la fase menos volátil (2B) (la línea 21) y la mezcla se puede reciclar al reactor (1). El metanol nuevo se puede alimentar al sistema de reacción (1) directa o indirectamente o el metanol o un derivado del mismo extraído de diversas etapas de destilación sucesivas se puede alimentar al sistema de reacción mediante el reciclado a la etapa de reacción. Como tal materia prima de metanol, se prefiere usar el metanol del que se haya retirado el oxígeno de antemano. El monóxido de carbono se puede usar como gas puro o se puede usar como gas diluido con un gas inactivo o inerte (por ejemplo, nitrógeno, helio y dióxido de carbono). Si resulta necesario, un gas de desecho que contenga monóxido de carbono obtenido a partir de la/s etapa/s sucesiva/s se puede reciclar al sistema de reacción. Como tal monóxido de carbono o gas de desecho, se prefiere usar el monóxido de carbono o gas de desecho del que se haya retirado el oxígeno de antemano.

En las siguientes Tablas, O₂ representa oxígeno, H₂ indica hidrógeno, CO representa monóxido de carbono, CO₂ indica dióxido de carbono, CH₄ representa metano, N₂ indica nitrógeno, AD representa acetaldehído, MeOH indica metanol, MeI representa yoduro de metilo, MA indica acetato de metilo, H₂O representa agua, AcOH indica ácido acético, HI representa yoduro de hidrógeno, LiI indica yoduro de litio, FrOH representa ácido fórmico, PrOH indica ácido propiónico, DME representa éter de dimetilo, AcA indica anhídrido acético, (CH₃)₂C=O representa acetona, EtOH indica etanol, EA representa acetato de etilo, EtI indica yoduro de etilo, TOI representa compuestos de yodo totales y HexI indica yoduro de hexilo (se aplica lo mismo en lo sucesivo en el presente documento). Además, la concentración de HI representa una concentración en términos de ion yoduro. Los metales se representan mediante símbolos atómicos.

Como referencia, algunas de las siguientes Tablas describen el peso molecular promedio de una corriente. El peso molecular promedio significa un valor promedio en peso calculado basándose en el peso molecular y la proporción de cada componente contenido en una corriente. Por otra parte, cuando una mezcla de fase gaseosa tiene un peso molecular promedio (un peso molecular promedio en peso) A y contiene un componente que tiene un peso molecular B, el porcentaje en volumen (% en volumen) o el porcentaje en peso (% en peso) del componente se puede calcular

sobre la base del porcentaje en peso (% en peso) o el porcentaje en volumen (% en volumen) del componente. En cuanto a la concentración de oxígeno como ejemplo, cuando el peso molecular promedio A de una mezcla de fase gaseosa es de 62,2 (peso molecular promedio en peso) y el valor medido de un porcentaje en volumen D del oxígeno en la mezcla de fase gaseosa es del 7,0 % en volumen, un porcentaje en peso C del oxígeno se puede calcular, por ejemplo, a partir del peso molecular B (= 32) del oxígeno y la siguiente ecuación: $(C \times 100) \times A / B = D \times 100$, de la siguiente manera: $(C \times 62,2) / 32 = 7$, el porcentaje en peso C del oxígeno = 3,6 % en peso. Por tanto, el porcentaje en peso (% en peso) y el porcentaje en volumen (% en volumen) de cada componente en la mezcla de fase gaseosa se pueden calcular a partir de la ecuación anterior. Por consiguiente, las siguientes Tablas indican las concentraciones de los componentes solo en porcentaje en peso (% en peso).

En cuanto a una muestra (una fase gaseosa y una fase líquida) en la que un componente gaseoso distinto del oxígeno tiene una concentración menor del límite de la detección (o límite de detección), la concentración del componente gaseoso en la muestra se puede determinar mediante la formación de un concentrado de la misma manera que en el caso de la concentración de oxígeno, la medición de la concentración del componente gaseoso en el concentrado y la conversión del valor medido en una concentración del componente gaseoso en la muestra.

Además, en cuanto a una muestra (una fase gaseosa y una fase líquida) en la que un componente tiene una concentración menor del límite de detección (por ejemplo, menor de 0,1 ppb en cuanto a un componente de metal, menor de 1 ppm en cuanto a una materia orgánica), la concentración del componente en la muestra se puede determinar mediante la formación de un concentrado del componente, la medición de la concentración del componente en el concentrado y la conversión del valor medido en una concentración del componente en la muestra. En un caso donde la concentración de los componentes en una muestra no se puede medir, la concentración de los componentes se puede estimar de acuerdo con el cálculo de destilación y el arrastre por evaporación. Por ejemplo, con respecto a las cantidades de arrastre en fases o placas adyacentes en una operación de evaporación o una operación de una columna de destilación, la cantidad de arrastre en una fase o placa superior corresponde a aproximadamente entre el 1 y el 20 % en peso a la de una fase o placa inferior y la concentración de un metal en un líquido en una fase o placa superior es aproximadamente del 1 al 20 % en peso de la de una fase o placa inferior. Basándose en tal valor estimado, se puede determinar la concentración del metal.

Por otra parte, se puede introducir un gas inactivo en el proceso. Por ejemplo, se alimenta un gas inactivo (tal como el gas de nitrógeno N₂) a una unidad de proceso (tal como una columna de destilación) con el fin de regular la presión interna de la unidad y/o se realiza una purga de gas inactivo (tal como el gas de nitrógeno N₂) en un instrumento de medición (tal como un manómetro, un termómetro o un medidor de nivel) con el fin de prevenir que un vapor de materia orgánica entre en el instrumento de medición. Además, se puede introducir un gas inactivo, tal como el gas de monóxido de carbono CO, en lugar del gas de nitrógeno N₂. Además, se pueden introducir agua, un compuesto de metal alcalino, una fuente de metanol u otras en la unidad y línea de proceso. En tal caso, la concentración de un componente de alimentación [por ejemplo, la composición de un gas (por ejemplo, un gas inactivo, tal como el gas de nitrógeno N₂ o monóxido de carbono)] en las siguientes Tablas, que muestran la composición en la unidad y línea de proceso, aumenta o cambia de manera drástica dependiendo del componente de alimentación (tal como un gas inactivo) y la cantidad del mismo.

Por ejemplo, la materia prima de metanol (la línea 2) puede tener la siguiente composición (unidad: % en peso).

[Tabla 1]

Tabla 1

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MeOH	del 95 al 100 %	del 96 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %

ES 2 792 108 T3

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
H ₂ O	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %	de 100 ppm al 0,01 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 30 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 30 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 30 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
AcA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 30 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

Por ejemplo, la materia prima de monóxido de carbono (las líneas 4, 5) puede tener la siguiente composición (unidad: % en peso).

5 [Tabla 2]

Tabla 2

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 5 %), por ejemplo, de 1 ppb al 3 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 2 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb a 5.000 ppm	de 50 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 100 ppb a 100 ppm) o de 50 ppb a 1.000 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 95 al 100 %	del 98 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb a 0,1 ppm

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb a 0,1 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt a 0,1 ppm
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb a 0,1 ppm
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 ppm al 0,05 %	de 20 ppm al 0,01 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb a 0,1 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
DME	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 30 ppm	de 100 ppb a 0,1 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 0,1 ppm

5 La composición del gas mixto (la línea 7) puede ser, por ejemplo, sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la materia prima de monóxido de carbono (las líneas 4, 5). Además, la composición del gas mixto (la línea 7) puede tener la relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada a partir del promedio en peso de la relación de componentes de la materia prima de monóxido de carbono (las líneas 4, 5) y la relación de componentes del hidrógeno (la línea 6).

10 El sistema de catalizador de carbonilación contiene un catalizador de metal (tal como un catalizador de cobalto, un catalizador de rodio o un catalizador de iridio), un estabilizador de catalizador o acelerador de reacción y un cocatalizador. Los catalizadores de metal se pueden usar solos o en combinación. El catalizador de metal puede incluir preferentemente un catalizador de rodio y un catalizador de iridio (en particular, un catalizador de rodio).

15 El catalizador de metal se puede usar en forma de un metal simple, un óxido de metal (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido de metal, un yoduro de metal, un carboxilato de metal (por ejemplo, un acetato), una sal de metal de un ácido inorgánico (por ejemplo, un sulfato, un nitrato y un fosfato) o un complejo de metal. Se prefiere usar el catalizador de metal en una forma (por ejemplo, una forma de complejo) soluble en una fase líquida (o un medio o líquido de reacción). El catalizador de rodio puede incluir preferentemente, por ejemplo, un complejo de yoduro de rodio (por ejemplo, RhI₃, [RhI₂(CO)₄]⁻ y [Rh(CO)₂I₂]⁻) y un complejo de carbonilo de rodio.

20 El estabilizador de catalizador o acelerador de reacción incluye un yoduro de metal iónico capaz de producir un ion yoduro en el medio de reacción, por ejemplo, un yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio, yoduro de sodio y yoduro de potasio). Entre estos estabilizadores, se prefiere el yoduro de litio. El estabilizador de catalizador o acelerador de reacción puede incluir, además del yoduro de litio y compuestos análogos, un compuesto de metal (tal como un yoduro de metal o un complejo) que tenga un metal de transición (incluyendo un metal o un metal corroído presente en el sistema de reacción, tal como se muestra en las siguientes Tablas). Los ejemplos del metal de transición pueden incluir un elemento del grupo 6 de la tabla periódica (tal como molibdeno, cromo o wolframio), un elemento del grupo 7 de la tabla periódica (tal como manganeso o renio), un elemento del grupo 8 de la tabla periódica (tal como hierro, rutenio u osmio), un elemento del grupo 9 de la tabla periódica (tal como cobalto, rodio o iridio), un elemento del grupo 10 de la tabla periódica (tal como níquel), un elemento del grupo 11 de la tabla periódica (tal como cobre), un elemento del grupo 12 de la tabla periódica (tal como cadmio o zinc) y un elemento del grupo 13 de la tabla periódica (tal como galio o indio). Estos estabilizadores de catalizador o aceleradores se pueden usar solos o en combinación de acuerdo con la especie del catalizador de metal. En un sistema de catalizador de iridio, no se necesita necesariamente un metal de yoduro alcalino. Como cocatalizador, se usa yoduro de metilo.

35 Un sistema de catalizador de carbonilación preferido puede comprender un catalizador de rodio, un yoduro de metal como estabilizador de catalizador (por ejemplo, yoduro de litio) y yoduro de metilo como cocatalizador. Al reactor se puede alimentar una mezcla de catalizador (un líquido de catalizador) que contenga el sistema de catalizador de carbonilación y agua. Se prefiere que el oxígeno se haya retirado de antemano de tal mezcla de catalizador y agua mediante calentamiento o ebullición.

40 La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser una presión de, por ejemplo, aproximadamente 203 a 3.040 kPa (2 a 30 atmósferas) y preferentemente de aproximadamente 405 a 1.520 kPa (4 a 15 atmósferas). La reacción de carbonilación produce hidrógeno mediante una reacción de monóxido de carbono con agua. El hidrógeno aumenta la actividad del catalizador. Por tanto, se puede alimentar hidrógeno al reactor, si resulta necesario. El hidrógeno se puede alimentar al reactor mediante el reciclado del/de los componente/s gaseoso/s (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono u otros gases) agotado/s en la/s etapa/s sucesiva/s, si resulta necesario, después de la purificación del/de los componente/s gaseoso/s. Como tal hidrógeno, se prefiere usar el hidrógeno que tenga menos concentración de oxígeno. La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser una presión de, por ejemplo, aproximadamente 0,5 a 250 kPa (por ejemplo, de aproximadamente 1 a 200 kPa), preferentemente de aproximadamente 5 a 150 kPa y más preferentemente de aproximadamente 10 a

100 kPa (por ejemplo, de aproximadamente 10 a 50 kPa) en términos de presión absoluta.

La temperatura de la reacción de carbonilación puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 150 a 250 °C, preferentemente de aproximadamente 160 a 230 °C y más preferentemente de aproximadamente 170 a 220 °C. La presión de reacción (presión total del reactor), incluyendo las presiones parciales de subproductos, puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 1.520 a 4.053 kPa (15 a 40 atmósferas). El rendimiento en el espacio-tiempo del ácido acético en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 a 50 mol/lh, preferentemente de aproximadamente 8 a 40 mol/lh y más preferentemente de aproximadamente 10 a 30 mol/lh.

En el reactor, la reacción de carbonilación de metanol continúa con la formación de un equilibrio entre un sistema de reacción en fase líquida y un sistema en fase gaseosa. El sistema de reacción en fase líquida contiene el/los reactivo/s y el componente de catalizador de metal y el sistema en fase gaseosa comprende monóxido de carbono, subproductos de reacción (hidrógeno, metano y dióxido de carbono) y componentes de ebullición inferior vaporizados (por ejemplo, yoduro de metilo, un producto de ácido acético y acetato de metilo).

El catalizador de metal en la fase líquida tiene una concentración de, por ejemplo, aproximadamente 100 a 5.000 ppm en peso, preferentemente de aproximadamente 200 a 3.000 ppm en peso, más preferentemente de aproximadamente 300 a 2.000 ppm en peso y, en particular, de aproximadamente 500 a 1.500 ppm en peso en toda la fase líquida en el reactor. El estabilizador de catalizador o el acelerador de reacción en toda la fase líquida en el reactor tiene una concentración de, por ejemplo, aproximadamente el 1 al 25 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 2 al 22 % en peso y más preferentemente de aproximadamente el 3 al 20 % en peso. El ion yoduro en el sistema de reacción puede tener una concentración de, por ejemplo, aproximadamente 0,05 a 2,5 mol/l y preferentemente de aproximadamente 0,25 a 1,5 mol/l. El yoduro de metilo en toda la fase líquida en el reactor tiene una concentración de, por ejemplo, aproximadamente el 1 al 30 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 5 al 25 % en peso y más preferentemente de aproximadamente el 6 al 20 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 8 al 18 % en peso).

El medio de reacción (o fase líquida) normalmente contiene el producto de ácido acético, el acetato de metilo formado mediante una reacción del producto de ácido acético y la materia prima de metanol y agua. El ácido acético también actúa como disolvente. Además, el medio de reacción (o la fase líquida) normalmente contiene materia prima de metanol sin reaccionar. La proporción de acetato de metilo en todo el líquido de reacción puede ser de aproximadamente el 0,1 al 30 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 0,3 al 20 % en peso y más preferentemente de aproximadamente el 0,5 al 10 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 0,5 al 6 % en peso). El agua en el medio de reacción puede tener una concentración baja y puede tener, en todo el líquido de reacción, una concentración de, por ejemplo, aproximadamente el 0,1 al 15 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 0,5 al 10 % en peso y más preferentemente de aproximadamente el 0,8 al 5 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 1 al 3 % en peso) y normalmente puede ser de aproximadamente el 1 al 10 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente el 2 al 5 % en peso).

La mezcla de reacción (el líquido de reacción en bruto) también contiene diversos subproductos que incluyen acetaldehído y subproductos derivados de acetaldehído. La presente invención permite la retirada eficaz de acetaldehído en la sección de separación (9). Por tanto, la presente invención permite disminuir la concentración de acetaldehído en el reactor y también permite prevenir la producción de subproductos derivados de acetaldehído, aunque la reacción es una reacción continua. La concentración de acetaldehído en la fase líquida en el reactor puede ser, por ejemplo, de no más de 1.500 ppm en peso, por ejemplo, de aproximadamente 10 a 1.000 ppm en peso, preferentemente de aproximadamente 50 a 500 ppm en peso y más preferentemente de aproximadamente 100 a 400 ppm en peso.

Los ejemplos de los subproductos derivados de acetaldehído (derivados de acetaldehído) pueden incluir un aldehído, tal como butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído y 2-etilbutiraldehído; una cetona, tal como acetona o metil etil cetona; un producto de condensación aldólica de los mismos; y un yoduro de alquilo C₂₋₁₂, tal como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo o yoduro de hexilo. Los subproductos también pueden incluir ácido fórmico, un ácido carboxílico que tiene 3 o más átomos de carbono [por ejemplo, un ácido carboxílico de cadena lineal o cadena ramificada, tal como ácido propiónico, ácido butanoico, ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico y un ácido graso superior que tiene 9 o más átomos de carbono (por ejemplo, un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂)]; un alcohol de alquilo (por ejemplo, etanol, alcohol de butilo, alcohol de 2-etilbutilo, alcohol de hexilo, alcohol de heptilo, alcohol de octilo y un alcohol de alquilo que tiene 9 o más átomos de carbono (por ejemplo, un alcohol de alquilo C₃₋₁₂)); y un hidrocarburo que tiene 2 o más átomos de carbono (por ejemplo, un alcano C₂₋₁₂). En la fase líquida, un éster de metanol o el alcohol de alquilo anterior con ácido acético o el ácido carboxílico anterior (tal como acetato de metilo) y un éter de dialquilo, tal como éter de dimetilo, también se producen de manera secundaria. La concentración total de estos subproductos puede ser de aproximadamente 0,1 ppb a 100 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 0,5 ppb a 50 ppm) y preferentemente de aproximadamente 1 ppb a 10 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 2 ppb a 1 ppm) en todo el proceso, incluyendo el sistema en fase líquida. Por tanto, la concentración de estos subproductos se puede omitir en la descripción o indicación en cada una de las siguientes etapas.

El yoduro de alquilo que tiene 2 o más átomos de carbono (tal como yoduro de hexilo) puede tener una concentración de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 ppb a 1 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 0,5 a 500 ppb) y preferentemente de aproximadamente 1 a 100 ppb. El ácido alcanocarboxílico (tal como ácido fórmico o ácido propiónico) puede tener una concentración de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 500 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 1 a 500 ppm) y preferentemente de aproximadamente 3 a 100 ppm.

El éter de dimetilo (DME) puede tener una concentración de no más del 0,5 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente 0,1 a 1.000 ppm), preferentemente de aproximadamente 1 a 500 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 2 a 300 ppm) y más preferentemente de aproximadamente 3 a 200 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 5 a 100 ppm).

Además, el 3-hidroxiacetaldehído (tal como 3-hidroxiacetaldehído) también se produce de manera secundaria. El contenido de 3-hidroxiacetaldehído de la fase líquida puede ser de aproximadamente 100 ppm o menos (por ejemplo, de aproximadamente 0,1 ppb a 100 ppm) y preferentemente de aproximadamente 0,5 ppb a 50 ppm. Estos subproductos normalmente se aumentan en proporción al cuadrado al cubo de la concentración de acetaldehído.

Además, el acetaldehído y los subproductos derivados de acetaldehído (por ejemplo, otros aldehídos, la cetona y el producto de condensación aldólica) pertenecen a los compuestos reductores de permanganato (PRC). Por tanto, se prefiere separar y retirar el acetaldehído, que es un subproducto principal, de la mezcla de reacción y recuperar componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo) de la/s corriente/s de proceso para una utilización eficaz. Por otra parte, aunque el yoduro de alquilo C₂₋₁₂, incluyendo el yoduro de metilo, también pertenece a los PRC, el yoduro de metilo está excluido de los PRC en la presente descripción y las reivindicaciones.

El sistema de reacción (la fase líquida) también contiene metales producidos mediante la corrosión, por ejemplo, hierro, níquel, cromo, molibdeno, cobalto y circonio. El sistema de reacción (la fase líquida) puede contener no más de 2.000 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 1 a 1.000 ppm) de cada uno de estos metales corroídos. El contenido de metal corroído total puede ser de aproximadamente no más de 10.000 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 5 a 5.000 ppm). Por otra parte, una corriente líquida en el lado aguas abajo del sistema de reacción (la fase líquida) puede contener un metal corroído en la misma proporción que los anteriores. Por tanto, la concentración de los metales corroídos en la corriente líquida se omite en la descripción o indicación en cada una de las siguientes etapas.

Tal como se ha descrito anteriormente, la mezcla de reacción (el líquido de reacción en bruto) contiene ácido acético, componentes de ebullición inferior o impurezas, teniendo cada uno punto de ebullición inferior al ácido acético (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y acetaldehído), y componentes de ebullición superior o impurezas, teniendo cada uno punto de ebullición superior al ácido acético [por ejemplo, un componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), yoduro de litio como estabilizador de catalizador y un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂ (por ejemplo, ácido propiónico)]. Por tanto, en el proceso para la producción de ácido acético, se produce un ácido acético purificado mediante la retirada de las impurezas de la mezcla de reacción (el líquido de reacción en bruto),

El sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmico que acompaña a la generación de calor y la temperatura de reacción se puede controlar (o regular) mediante el reciclado del condensado, que se ha enfriado o del que se ha retirado el calor, la instalación de una unidad con capacidad para retirar calor (o de retirada de calor) o una unidad de enfriamiento (por ejemplo, una camisa). Con el fin de retirar parte del calor de reacción, un vapor (gas de ventilación) del reactor se puede enfriar en un condensador, un intercambiador de calor u otro medio para separar el vapor en componentes líquidos y componentes gaseosos y los componentes líquidos y/o los componentes gaseosos se pueden reciclar al reactor.

Una fase gaseosa (una línea 8) del reactor (1) se enfría y condensa en un condensador para formar un condensado 10 y un gas no condensable 9 que contiene monóxido de carbono en una cantidad relativamente grande. El condensado 10 se devuelve al reactor (1) y el gas no condensable 9 se introduce en un recipiente de separación de gas-líquido o tanque de compensación S1. Un gas no condensable (un gas residual rico en monóxido de carbono y yoduro de metilo) 11 del tanque se trata en una sección de tratamiento de gases residuales (15) [por ejemplo, una columna de absorción a alta presión (16)]. De manera típica, al menos una parte del gas no condensable (gas residual) 11 que contiene monóxido de carbono se trata en la sección de tratamiento de gases residuales (15). Una parte del gas no condensable (gas residual) se puede introducir parcialmente en el vaporizador instantáneo o evaporador (2) a través de una línea 172 (o introducirse en una fase líquida o una fase volátil (gas) en el vaporizador instantáneo) para estabilizar el catalizador en el vaporizador instantáneo o evaporador (2) [o para evitar la precipitación del catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio)].

Por ejemplo, la mezcla de fase gaseosa (parte de fase gaseosa o corriente gaseosa) (la línea 8) del reactor puede tener la siguiente composición.

Cuando una mezcla de fase gaseosa tiene un peso molecular promedio (un peso molecular promedio en peso) A y contiene un componente que tiene un peso molecular B, el porcentaje en volumen (% en volumen) o el porcentaje en

5 peso (% en peso) del componente se puede calcular sobre la base del porcentaje en peso (% en peso) o el porcentaje en volumen (% en volumen) del componente. En cuanto a la concentración de oxígeno como ejemplo, cuando el peso molecular promedio A de una mezcla de fase gaseosa es de 62,2 (peso molecular promedio en peso) y el valor medido de un porcentaje en volumen D del oxígeno en la mezcla de fase gaseosa es del 7,0 % en volumen, un porcentaje en peso C del oxígeno se puede calcular, por ejemplo, a partir del peso molecular B (= 32) del oxígeno y la siguiente ecuación: $(C \times 100) \times A/B = D \times 100$, de la siguiente manera: $(C \times 62,2)/32 = 7$, el porcentaje en peso C del oxígeno = 3,6 % en peso. Por tanto, el porcentaje en peso (% en peso) y el porcentaje en volumen (% en volumen) de cada componente en la mezcla de fase gaseosa se pueden calcular a partir de la ecuación anterior. Por consiguiente, las siguientes Tablas indican las concentraciones de los componentes solo en porcentaje en peso (% en peso).

[Tabla 3]

Tabla 3

Peso molecular promedio 62,62	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,01 al 5 %)	de 20 ppb al 2 % (por ejemplo, de 30 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)
CO	del 0,1 al 70 % (por ejemplo, del 1 al 50 %)	del 3 al 30 %	del 7 al 20 %
CO ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,01 al 5 %)	del 0,05 al 2 %	del 0,1 al 1 %
CH ₄	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,01 al 5 %)	del 0,05 al 3 %	del 0,1 al 2 %
N ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,01 al 5 %)	del 0,05 al 3 %	del 0,1 al 2 %
AD	del 0,001 al 5 %	del 0,01 al 2 %	del 0,02 al 1 %
MeOH	de 0,1 ppm al 1 %	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 95 % (por ejemplo, del 5 al 90 %)	del 10 al 80 %	del 20 al 70 %
MA	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 7 %
H ₂ O	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 7 %
AcOH	del 1 al 50 %	del 2 al 40 %	del 5 al 30 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,5 %	de 1 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,01 ppm al 0,5 %	de 0,1 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

15

Por ejemplo, el condensado 10 del condensador puede tener la siguiente composición.

[Tabla 4]

Tabla 4

Peso molecular promedio 88,44	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,2 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,2 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,2 %
Mel	del 1 al 95 %	del 5 al 90 %	del 10 al 80 %
MA	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 5 %
H ₂ O	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 7 %
AcOH	del 1 al 50 %	del 3 al 40 %	del 5 al 30 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 0,5 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
EtOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
EA	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Etl	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 100 ppt a 1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

Por ejemplo, el gas no condensable 9 del condensador puede tener la siguiente composición.

- 5 La composición del gas no condensable (gas residual) 11 del tanque S1 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del gas no condensable 9 del condensador.

[Tabla 5]

Tabla 5

Peso molecular promedio 29,86	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 10 %)	de 1 ppm al 5 %	de 10 ppm al 2 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 90 %	del 10 al 85 %
CO ₂	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 3 %	del 0,2 al 2 %
CH ₄	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 6 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,001 al 1 %)	del 0,01 al 0,5 %	del 0,02 al 0,2 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 90 % (por ejemplo, del 5 al 80 %)	del 10 al 70 %	del 20 al 50 %
MA	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 5 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
H ₂ O	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 5 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
AcOH	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 5 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 0,5 ppm al 0,2 %	de 1 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm

La mezcla de reacción 12 del reactor (1) se introduce o alimenta al vaporizador instantáneo (evaporador) (2) a través de una línea 12 para la evaporación instantánea para formar una fase volátil (2A) y una fase menos volátil (2B); la fase volátil (2A) contiene producto de ácido acético, yoduro de metilo, acetaldehído, acetato de metilo, agua u otros componentes y la fase menos volátil (2B) contiene el catalizador de rodio y yoduro de litio.

5

Por ejemplo, la mezcla de reacción 12 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 6]

Tabla 6

Peso molecular promedio 65,23	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 100 ppm al 0,1 %

10

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 65,23	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CO	de 0,1 ppm al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 100 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 100 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 100 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 100 ppm al 0,1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,2 %)	de 10 ppm al 0,25 % (por ejemplo, de 50 ppm al 0,2 %), por ejemplo, de 100 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 20 % (por ejemplo, del 2 al 17 %)	del 4 al 15 %	del 5 al 13 %
MA	del 0,5 al 7 % (por ejemplo, del 1 al 4 %)	del 1,5 al 5 % (por ejemplo, del 1,5 al 3 %)	del 1,7 al 4 % (por ejemplo, del 1,8 al 2,5 %)
H ₂ O	del 0,1 al 12 % (por ejemplo, del 0,5 al 5 %)	del 0,8 al 3 %	del 1 al 2,5 %
AcOH	del 30 al 95 % (por ejemplo, del 40 al 90 %)	del 50 al 85 %	del 60 al 80 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,001 al 1 %), por ejemplo, del 0,002 al 0,8 % (por ejemplo, del 0,01 al 0,7 %)	del 0,003 al 0,5 % (por ejemplo, del 0,02 al 0,5 %)	del 0,005 al 0,3 % (por ejemplo, del 0,05 al 0,3 %), por ejemplo, del 0,05 al 0,2 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,2 %)	de 5 ppm al 0,1 % (por ejemplo, de 10 a 500 ppm)	de 30 a 300 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,3 % (por ejemplo, de 5 ppm al 0,1 %)	de 10 a 500 ppm (por ejemplo, de 10 a 300 ppm), por ejemplo, de 10 a 100 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 300 ppm	de 20 a 100 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 300 ppm	de 20 a 100 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 300 ppm	de 20 a 100 ppm
Étl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 300 ppm	de 20 a 100 ppm
Lil	del 0,1 al 25 % (por ejemplo, del 1 al 20 %)	del 5 al 23 % (por ejemplo, del 5 al 17 %)	del 7 al 20 % (por ejemplo, del 8 al 15 %)
Rh	de 100 ppm al 0,5 %	de 200 ppm al 0,2 %	de 500 a 1.500 ppm
Fe	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 100 ppm al 0,7 %	de 500 ppm al 0,5 %
Ni	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 ppm al 0,1 %
Cr	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 ppm al 0,1 %
Mo	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,05 %
Zn	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 100 ppm al 0,7 %	de 500 ppm al 0,5 %
Cu	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 30 ppm

(2) Etapa de evaporación instantánea

ES 2 792 108 T3

En la etapa de evaporación instantánea (2), tal como se ha descrito anteriormente, la mezcla de reacción se separa en la fase volátil (2A) y la fase menos volátil (2B) y la fase menos volátil o el líquido de catalizador (2B) se recicla al reactor de la etapa de reacción (1) a través de la línea de reciclado 21.

5 Por ejemplo, la fase menos volátil (2B) (la línea 21) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 7]

Tabla 7

Peso molecular promedio 63,47	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Catalizador de metal	de 200 ppm al 0,5 %	de 500 ppm al 0,4 %	del 0,1 al 0,3 %
Yoduro iónico	del 1 al 60 % (por ejemplo, del 2 al 50 %)	del 3 al 40 % (por ejemplo, del 5 al 35 %)	del 5 al 25 % (por ejemplo, del 8 al 20 %)
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 30 ppt a 2 ppm	de 50 ppt a 1 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 5.000 ppt a 30 ppm)	de 300 ppb a 20 ppm (por ejemplo, de 1.000 ppb a 10 ppm)	de 500 ppb a 5 ppm (por ejemplo, de 200 ppb a 1 ppm)
CO ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 30 ppt a 2 ppm	de 50 ppt a 1 ppm
CH ₄	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 30 ppt a 2 ppm	de 50 ppt a 1 ppm
N ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 30 ppt a 2 ppm	de 50 ppt a 1 ppm
AD	de 0 a 1.500 ppm (por ejemplo, del 10 al 0,1 %)	de 5 a 700 ppm (por ejemplo, de 30 a 500 ppm)	de 10 a 400 ppm (por ejemplo, de 20 a 200 ppm), por ejemplo, de 50 a 300 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0 al 0,8 %)	del 0 al 0,3 %	del 0 al 0,2 %
Mel	del 0,01 al 6 % (por ejemplo, del 0,05 al 6 %)	del 0,1 al 4 % (por ejemplo, del 0,5 al 2,5 %)	del 0,3 al 2,5 % (por ejemplo, del 0,5 al 2 %)
MA	del 0,6 al 20 % (por ejemplo, del 0,7 al 15 %)	del 0,7 al 10 % (por ejemplo, del 0,8 al 5 %)	del 0,9 al 3 % (por ejemplo, del 0,9 al 2 %)
H ₂ O	del 0,1 al 12 % (por ejemplo, del 0,5 al 10 %)	del 0,7 al 8 % (por ejemplo, del 0,8 al 5 %)	del 0,8 al 3 % (por ejemplo, del 0,8 al 2 %)
AcOH	del 35 al 95 % (por ejemplo, del 45 al 90 %)	del 60 al 90 %	del 50 al 85 %
HI	del 0,001 al 1 % (por ejemplo, del 0,01 al 0,7 %)	del 0,003 al 0,6 % (por ejemplo, del 0,02 al 0,5 %)	del 0,005 al 0,4 % (por ejemplo, del 0,05 al 0,3 %)
FrOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm
PrOH	del 0 al 0,2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,2 %)	de 5 ppm al 0,1 % (por ejemplo, de 10 a 500 ppm)	de 30 a 300 ppm
DME	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, del 0,1 al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm (por ejemplo, de 3 a 200 ppm)	de 5 a 500 ppm (por ejemplo, de 10 a 300 ppm), por ejemplo, de 5 a 100 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EtOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EA	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
Etl	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 63,47	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Lil	del 0,1 al 33 % (por ejemplo, del 1 al 26 %)	del 5 al 30 % (por ejemplo, del 6 al 21 %)	del 8 al 27 % (por ejemplo, del 8 al 24 %), por ejemplo, del 9 al 19 %
Rh	de 150 a 7.000 ppm	de 300 a 2.500 ppm	de 600 a 1.800 ppm
Fe	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 100 ppm al 0,7 %	de 500 ppm al 0,5 %
Ni	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 ppm al 0,1 %
Cr	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 ppm al 0,1 %
Mo	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,05 %
Zn	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 100 ppm al 0,7 %	de 500 ppm al 0,5 %
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 30 ppm

La fase menos volátil (2B) también contiene metales producidos mediante la corrosión, por ejemplo, hierro, níquel, cromo, molibdeno, cobalto, circonio, zinc y cobre. La fase menos volátil (2B) puede contener no más de 2.000 ppm (por ejemplo, de aproximadamente 1 a 1.000 ppm) de cada uno de estos metales corroídos.

5 Además, la fase menos volátil o el líquido de catalizador (2B) se mezcla con la parte 54 del condensado (la parte del condensado rico en ácido acético) del segundo producto de cabeza 51 de la columna de destilación (columna de deshidratación) de la segunda etapa de destilación (5) en la línea de reciclado 21 y la mezcla se recicla al reactor (1) de la etapa de reacción (1).

10 Por ejemplo, el condensado 54 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 8]

15 Tabla 8

Peso molecular promedio 56,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt al 1 %)	de 0,1 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 1 a 10 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 2 ppm al 0,1 %)	de 10 a 100 ppm
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt al 1 %)	de 0,1 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt al 1 %)	de 0,1 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 2 ppm al 0,1 %)	de 10 a 100 ppm
AD	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,2 %	de 100 ppm al 0,1 %
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 50 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
Mel	del 1 al 30 %	del 2 al 20 %	del 5 al 15 %
MA	del 1 al 20 %	del 2 al 15 %	del 3 al 12 %
H ₂ O	del 1 al 20 %	del 2 al 15 %	del 3 al 10 %
AcOH	del 30 al 95 %	del 50 al 90 %	del 60 al 85 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,1 %	de 30 a 500 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm

Peso molecular promedio 56,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
DME	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 2 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,2 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 ppb a 10 ppm)	de 0,01 ppb a 1 ppm	de 0,1 ppb a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 ppb a 10 ppm)	de 0,01 ppb a 1 ppm	de 0,1 ppb a 0,1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 5 ppm	de 1.000 ppt a 1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,05 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm

A menos que se indique de manera específica de otro modo en lo sucesivo en el presente documento, las concentraciones de hierro Fe, níquel Ni, cromo Cr, molibdeno (Mo), zinc Zn y cobre Cu en un condensado pueden estar en los intervalos descritos en la Tabla 8 anterior.

5

Al menos una parte de la fase volátil (2A) del vaporizador instantáneo (evaporador) (2) se alimenta a una columna de destilación (columna divisora) de la primera etapa de destilación (3) a través de una línea de alimentación 23. Una parte 24 de la fase volátil del vaporizador instantáneo (evaporador) (2) se enfría y condensa de manera secuencial en el primer y segundo condensadores para formar condensados 26, 28 y gases no condensables (gases residuales) 25, 30. Los condensados 26, 28 se reciclan al reactor (1) a través de un tanque de mantenimiento T1 y una línea de reciclado 27, enfriando de ese modo el sistema de reacción del reactor (1).

10

Una fase gaseosa 29 del tanque de mantenimiento T1 se enfría en el segundo condensador y el gas no condensable (gas residual) 30 del segundo condensador se alimenta a la sección de tratamiento de gases residuales (15) (una columna de absorción a baja presión (17)). Por otra parte, tal como se describe más adelante, un gas no condensable 192 de la sección de tratamiento de gases residuales (15) también se alimenta entre el primer condensador y el segundo condensador y se enfría y condensa en el segundo condensador. Al tanque de mantenimiento T1 también se alimenta un condensado (un condensado rico en yoduro de metilo) 193 de la sección de tratamiento de gases residuales (15).

15

20

Tal como se ha descrito anteriormente, una parte 172 de una corriente de cabeza 171 de la sección de tratamiento de gases residuales (15) (la columna de absorción a alta presión (16)) se introduce en el vaporizador instantáneo (columna de separación de catalizador) (2).

25

La evaporación instantánea puede incluir una evaporación instantánea termostática en la que la mezcla de reacción se calienta y se despresuriza, una evaporación instantánea adiabática en la que la mezcla de reacción se despresuriza sin calentar o una combinación de estas condiciones de evaporación instantánea. Mediante tal evaporación instantánea, la mezcla de reacción se puede separar en la fase de vapor y la fase líquida. Por ejemplo, la destilación instantánea (evaporación) se puede llevar a cabo a una temperatura de aproximadamente 100 a 250 °C (por ejemplo, de aproximadamente 120 a 230 °C), preferentemente de aproximadamente 150 a 220 °C (por ejemplo, de aproximadamente 160 a 210 °C) y más preferentemente de aproximadamente 170 a 200 °C. La destilación instantánea (evaporación) se puede llevar a cabo a una presión (presión absoluta) de aproximadamente 0,03 a 1 MPa (por ejemplo, de aproximadamente 0,05 a 1 MPa), preferentemente de aproximadamente 0,07 a 0,7 MPa y más preferentemente de aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa (por ejemplo, de aproximadamente 0,15 a 0,4 MPa). Además, la fase menos volátil o el líquido de catalizador (2B) puede tener una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente 80 a 200 °C (por ejemplo, de aproximadamente 90 a 180 °C), preferentemente de aproximadamente 100 a 170 °C (por ejemplo, de aproximadamente 120 a 160 °C) y más preferentemente de

30

35

aproximadamente 130 a 160 °C. En tal condición de temperatura relativamente alta (y alta presión), el yoduro de hidrógeno se produce fácilmente y el yodo se forma fácilmente, dependiendo de la concentración de oxígeno. La presente invención permite una formación reducida de manera eficaz de yodo, aunque se produzca yoduro de hidrógeno.

5

Por ejemplo, la fase volátil (2A) (líneas 23, 24) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 9]

10

Tabla 9

Peso molecular promedio 70,17	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO	de 100 ppm al 3 %	del 0,1 al 2 %	del 0,2 al 1 %
CO ₂	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 % (por ejemplo, del 0,1 al 0,5 %)	del 0,02 al 0,5 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,01 al 0,5 %)	del 0,02 al 0,2 % (por ejemplo, del 0,03 al 0,15 %)	del 0,04 al 0,1 %
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 50 ppm al 1,5 % (por ejemplo, de 100 ppm al 1 %)	de 500 ppm al 0,7 % (por ejemplo, del 0,1 % al 0,5 %)
Mel	del 10 al 60 %	del 15 al 50 %	del 20 al 45 %
MA	del 1 al 15 % (por ejemplo, del 2 al 12 %)	del 4 al 10 %	del 5 al 8 %
H ₂ O	del 0,1 al 10 %	del 0,8 al 8 %	del 1,5 al 4 %
AcOH	del 20 al 80 % (por ejemplo, del 30 al 75 %)	del 40 al 70 % (por ejemplo, del 50 al 65 %)	del 60 al 70 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 5 ppm al 0,3 %)	de 10 ppm al 0,1 %
I ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %)	de 30 ppm al 0,03 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 300 ppm (por ejemplo, de 5 a 200 ppm)	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)	de 5 a 500 ppm (por ejemplo, de 5 a 50 ppm)
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 500 ppm	de 20 a 100 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 500 ppm	de 20 a 100 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 500 ppm	de 20 a 100 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 a 500 ppm	de 20 a 100 ppm
Lil	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 0,01 a 500 ppm	de 0,1 a 200 ppm
Rh	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 0,01 a 500 ppm	de 0,1 a 100 ppm
Fe	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Ni	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 70,17	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Cr	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm
Mo	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 a 500 ppm)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 100 ppm
Zn	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm

Por ejemplo, el condensado 26 del primer condensador puede tener la siguiente composición.

- 5 La composición del condensado (línea de reciclado) 27 reciclado del tanque de mantenimiento T1 al reactor (1) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del condensado 26 del primer condensador. Además, la composición del condensado (línea de reciclado) 27 anterior puede tener una relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada a partir del promedio en peso de la relación de componentes del condensado 26 del primer condensador y la relación de componentes del condensado 28 del segundo condensador.

10 [Tabla 10]

Tabla 10

Peso molecular promedio 70,60	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 95 %	del 5 al 90 %	del 10 al 70 %
MA	del 0,1 al 40 %	del 0,5 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,1 al 40 %	del 0,5 al 20 %	del 1 al 7 %
AcOH	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 30 al 80 %
HI	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,01 %	de 1 ppm al 0,001 %
Lil	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
FrOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

Peso molecular promedio 70,60	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm
Fe	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Ni	del 0 al 0,2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm
Cr	del 0 al 0,2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 200 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 500 ppm)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 100 ppm
Zn	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm

Por ejemplo, el gas no condensable (gas residual) 25 del primer condensador puede tener la siguiente composición.

[Tabla 11]

5

Tabla 11

Peso molecular promedio 46,42	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0,1 al 10 %	del 0,2 al 5 %	del 0,5 al 5 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 90 %	del 10 al 80 %
CO ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,2 al 15 %	del 0,5 al 8 %
CH ₄	del 0,1 al 20 %	del 0,2 al 15 %	del 0,5 al 8 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,2 al 15 %	del 0,5 al 8 %
AD	del 0,001 al 3 %	del 0,01 al 1 %	del 0,02 al 0,5 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 20 al 80 %
MA	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 5 %
H ₂ O	del 0,01 al 2 %	del 0,05 al 1 %	del 0,1 al 0,5 %
AcOH	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 5 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm

Por ejemplo, el condensado 28 del segundo condensador puede tener la siguiente composición.

[Tabla 12]

Tabla 12

Peso molecular promedio 111,15	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
Mel	del 1 al 95 % (por ejemplo, del 5 al 90 %)	del 10 al 85 % (por ejemplo, del 50 al 85 %)	del 70 al 83 %
MA	del 0,1 al 40 %	del 0,5 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,1 al 40 % (por ejemplo, del 0,3 al 20 %)	del 0,5 al 20 % (por ejemplo, del 1 al 7 %)	del 0,7 al 5 %
AcOH	del 1 al 95 % (por ejemplo, del 10 al 90 %)	del 5 al 30 %	del 7 al 15 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,01 %	de 1 ppm al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 5 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 5 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 5 ppm al 0,05 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

5 Por ejemplo, el gas no condensable 30 del segundo condensador puede tener la siguiente composición.

[Tabla 13]

Tabla 13

Peso molecular promedio 41,38	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0,01 al 5 %	del 0,05 al 2 %	del 0,1 al 1 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 80 %	del 10 al 70 %
CO ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
CH ₄	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
AD	del 0,001 al 3 %	del 0,01 al 1 %	del 0,1 al 0,5 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 20 al 80 %
MA	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
H ₂ O	del 0,01 al 10 %	del 0,02 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
AcOH	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
EtI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

5 Como vaporizador instantáneo (2), se puede usar un vaporizador instantáneo individual o una pluralidad de vaporizadores instantáneos. Además, una parte de la fase volátil (2A) se puede condensar en un condensador para formar un condensado que, a continuación, se recicla a la etapa de reacción (reactor) (1). La cantidad total de la fase volátil (2A) se puede alimentar a la columna de destilación de la primera etapa de destilación (3) sin el reciclado de una parte de la fase volátil (2A) al reactor (1).

10 Si resulta necesario, el componente de catalizador (componente de catalizador de metal) se puede separar de la fase menos volátil (2B) mediante una etapa individual o una pluralidad de etapas y se puede devolver a la etapa de reacción (1) para su reciclado y reutilización.

15 (3) Primera etapa de destilación [columna divisora o columna de destilación]

20 En la primera etapa de destilación (columna divisora) (3), la fase volátil (2A) (la línea 23) se separa en un primer producto de cabeza (3A), una corriente de ácido acético en bruto o corriente de ácido acético en bruto de corte lateral (3B) y una corriente de fondo (3C); el primer producto de cabeza (3A) (gas de cabeza, fracción de punto de ebullición inferior) se extrae de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción 31, la corriente de ácido acético en bruto (3B) se corta lateralmente a través de una línea 42 y contiene principalmente ácido acético y la corriente de fondo (fracción de punto de ebullición superior) (3C) se extrae de una parte de fondo o inferior de la columna a través de una línea de fondo 45.

25 Por otra parte, a la columna de destilación (columna divisora) (3) se reciclan: una parte 66 de un tercer producto de cabeza (6A) (una línea 61) de una tercera columna de destilación (6), una parte 172 de una corriente de cabeza 171 de la sección de tratamiento de gases residuales (15) (la columna de absorción a alta presión (16)) y una corriente de ácido acético de fondo 184 de la sección de tratamiento de gases residuales (15) (la columna de absorción a baja presión (17)).

30 El primer producto de cabeza (3A) contiene yoduro de metilo, agua y acetato de metilo y también contiene acetaldehído y monóxido de carbono. El primer producto de cabeza (3A) se alimenta a la sección de separación (9) para la separación de impurezas, tales como acetaldehído, y la sección de tratamiento de gases residuales (15).

5 La corriente de ácido acético en bruto (3B) (la línea 42) contiene principalmente o primordialmente ácido acético y también contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua y otros. Una parte 43 de la corriente de ácido acético en bruto 42 se puede devolver a la primera columna de destilación (columna divisora) (3), la parte residual 44 de la corriente de ácido acético en bruto 42 se purifica mediante una sección de purificación (4) para la retirada, por ejemplo, de agua y una fracción de punto de ebullición superior, a fin de producir ácido acético con una alta pureza.

10 La corriente de líquido de fondo (3C) (la línea 45) normalmente contiene al menos agua y ácido acético y también contiene, a menudo, ácido propiónico u otros. Una parte de la corriente de líquido de fondo (3C) se devuelve al fondo de la columna divisora (3). La corriente de líquido de fondo 45, que puede contener un componente de catalizador de metal arrastrado (yoduro de litio), se recicla al vaporizador instantáneo o evaporador (2).

15 El primer producto de cabeza (3A) contiene al menos un compuesto reductor de permanganato (PRC) y yoduro de metilo. El PRC contiene al menos un subproducto de acetaldehído. El primer producto de cabeza (3A) normalmente contiene acetato de metilo y puede contener prácticamente ácido acético, metanol, agua, éter de dimetilo, subproductos derivados de acetaldehído (por ejemplo, un aldehído, tal como crotonaldehído o butiraldehído; un yoduro de alquilo C₂₋₁₂; un derivado de acetaldehído, tal como un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂; y un alcano C₂₋₁₂).

20 Por ejemplo, el primer producto de cabeza (3A) (la línea 31) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 14]

Tabla 14

Peso molecular promedio 52,19	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,03 %
CO	de 500 ppm al 10 %	del 0,1 al 5 %	del 0,2 al 3 %
CO ₂	de 100 ppm al 2 %	de 500 ppm al 1 %	del 0,1 % al 0,5 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
AD	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %	del 0,1 al 0,3 %
MeOH	del 0 al 4 %, por ejemplo, del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 100 ppm al 1 %	de 200 ppm al 0,7 % (por ejemplo, del 0,1 al 0,5 %)
MeI	del 20 al 95 %	del 30 al 90 %	del 50 al 80 %
MA	del 1 al 40 %	del 3 al 30 %	del 7 al 20 %
H ₂ O	del 1 al 60 %	del 5 al 50 %	del 10 al 30 %
AcOH	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %	del 2 al 10 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 5 ppm al 0,3 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %)
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)	de 3 a 500 ppm (por ejemplo, de 3 a 50 ppm)
DME	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 0,5 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 300 ppm)	de 5 a 500 ppm (por ejemplo, de 10 a 100 ppm)
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
EtOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
EA	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
Etl	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
Lil	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 52,19	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

Por ejemplo, la corriente de ácido acético en bruto (3B) (la línea 42) puede tener la siguiente composición.

- 5 La composición de la corriente de ácido acético en bruto 44 que se va a alimentar a la sección de purificación (grupo de etapas o grupo de unidades de purificación) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la corriente de ácido acético en bruto (3B) (la línea 42).

[Tabla 15]

10

Tabla 15

Peso molecular promedio 58,72	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,8 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,03 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 50 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 2 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 5 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 20 ppm al 0,3 %
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1,5 %)	de 20 ppm al 1,2 % (por ejemplo, de 100 ppm al 1 %)	de 30 ppm al 0,1 % (o del 0,1 % al 0,5 %)
Mel	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 5 %
MA	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %	del 1 al 5 %
H ₂ O	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 8 %	del 1 al 5 %
AcOH	del 10 al 99 % (por ejemplo, del 30 al 98 %)	del 50 al 97 %	del 60 al 95 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)	de 3 a 500 ppm (por ejemplo, de 3 a 50 ppm)
DME	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 0,5 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 300 ppm)	de 5 a 500 ppm (por ejemplo, de 10 a 100 ppm)
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
EtOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
EA	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm
Etl	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 10 a 70 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 58,72	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppt a 10 ppm)	de 0,5 ppb a 50 ppm (por ejemplo, de 1 ppb a 1 ppm)	de 5 ppb a 10 ppm (por ejemplo, de 10 ppb a 0,5 ppm)
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 a 100 ppb
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppm)	de 1 ppt a 10 ppm	de 10 ppt a 1 ppm

5 La relación del caudal de la corriente de ácido acético en bruto (3B) que se va a alimentar a la sección de purificación (4) con respecto a la que se va a reciclar a la columna divisora (3) [la primera/la segunda] puede ser de aproximadamente 100/1 a 2/1 (por ejemplo, de aproximadamente 25/1 a 5/1) y preferentemente de aproximadamente 15/1 a 7/1 (por ejemplo, de aproximadamente 10/1 a 8/1).

Por ejemplo, la corriente de líquido de fondo (3C) (la línea 45) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 16]

10

Tabla 16

Peso molecular promedio 58,88	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
AD	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 500 ppm)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 100 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	de 5 ppm al 5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 50 ppm al 3 % (por ejemplo, de 100 ppm al 1 %)	de 200 ppm al 2 % (por ejemplo, de 300 ppm al 0,5 %)
MA	del 0,01 al 6 %	del 0,1 al 4 %	del 0,5 al 3 %
H ₂ O	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %	del 0,5 al 4 % (por ejemplo, del 1 al 3 %)
AcOH	del 60 al 99,5 % (por ejemplo, del 80 al 99 %)	del 85 al 99 %	del 90 al 98 %

Peso molecular promedio 58,88	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,5 %	de 1 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 5 a 100 ppm
PrOH	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 a 500 ppm	de 3 a 300 ppm (por ejemplo, de 5 a 100 ppm)
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 3 a 300 ppm (por ejemplo, de 5 a 100 ppm)
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 5 a 100 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 5 a 100 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 5 a 100 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 5 a 100 ppm
Lil	de 1 ppm al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 3 ppm al 1,5 % (por ejemplo, de 5 ppm al 0,1 %)	de 5 ppm al 1 % (por ejemplo, de 10 a 500 ppm)
Rh	de 1 ppb a 300 ppm	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Fe	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
Ni	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 400 ppm
Cr	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,2 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 400 ppm
Mo	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 400 ppm	de 1 a 200 ppm
Zn	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm a 4.000 ppm)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 200 ppm)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 20 ppm

Como columna de destilación (columna divisora), se puede usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas. La corriente de líquido (3C) se puede descargar. Una parte o la totalidad de la corriente de líquido (3C) se puede devolver a la columna divisora (3) o se puede reciclar a la etapa de reacción (el reactor) (1).

5

(4) Sección de purificación (grupo de etapas o grupo de unidades de purificación)

La corriente de ácido acético en bruto (3B) (una línea 44) contiene impurezas, tales como una impureza de punto de ebullición inferior, una impureza de punto de ebullición superior y un compuesto de yodo iónico. Con el fin de separar y retirar estas impurezas para la purificación, la corriente de ácido acético en bruto (3B) se alimenta a la sección de purificación (grupo de etapas o grupo de unidades de purificación) (4). Por ejemplo, la sección de purificación (4) puede comprender las siguientes etapas (5), (6), (7) y (8): (5) una etapa de deshidratación (una columna de destilación por deshidratación) para la retirada, principalmente, de agua de la corriente de ácido acético en bruto; (6) una etapa de retirada de un componente (o una fracción) de ebullición superior (una columna de fracción pesada o una columna de destilación de un componente (o una fracción) de ebullición superior) para la retirada de un componente (o una fracción) de ebullición superior de la corriente de ácido acético en bruto; (7) una etapa de purificación (una columna de destilación por purificación) para la retirada adicional de las impurezas de la corriente de ácido acético en bruto; y (8) una etapa de intercambio iónico para la separación de un compuesto de yodo de la corriente de ácido acético en bruto. La disposición de la etapa de deshidratación (5), la etapa de retirada de un componente de ebullición superior (6), la etapa de purificación (7) y la etapa de intercambio iónico (8) no se limita a este orden y, por ejemplo, después de la etapa de intercambio iónico (8), la etapa de deshidratación (5), la etapa de retirada de un componente (o una fracción pesada) de punto de ebullición superior (6) y la etapa de purificación (7) se pueden disponer en este orden. Después de la etapa de deshidratación (5) y la etapa de retirada de un componente de ebullición superior (6), la etapa de intercambio iónico (8) y, a continuación, la etapa de purificación (7) se pueden disponer en este orden. Después de la etapa de deshidratación (5), la etapa de retirada de un componente de ebullición superior (6) y la etapa de purificación (7), se puede llevar a cabo la etapa de intercambio iónico (8). La sección de purificación (4) normalmente comprende al menos la etapa de deshidratación (5) entre las etapas (5) a (8). La etapa de purificación (7) no es necesariamente necesaria.

(5) Etapa de deshidratación (columna de destilación por deshidratación)

5 En la etapa de deshidratación (5), la corriente de ácido acético en bruto (3B) (la línea 44) se destila en la segunda columna de destilación (columna de destilación por deshidratación) para formar un segundo producto de cabeza (5A) rico en agua y una corriente de ácido acético de fondo (5B) rica en ácido acético; el segundo producto de cabeza (5A) se extrae de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción 51 y la corriente de ácido acético de fondo (5B) se extrae de una parte de fondo o inferior de la columna a través de una línea de fondo 56. Una parte de la corriente de ácido acético de fondo (5B) se calienta mediante una unidad de calentamiento y, a continuación, se devuelve a la etapa de deshidratación (columna de destilación por deshidratación) (5) y la parte residual de la corriente de ácido acético de fondo (5B) se alimenta a la tercera columna de destilación (columna de fracción pesada o columna de destilación de componente de ebullición superior) (6).

15 El segundo producto de cabeza (5A) se enfría en un condensador y, a continuación, se introduce en un tanque de mantenimiento T2 para formar un condensado 52 y una fase gaseosa 55. Una parte 53 del condensado 52 se devuelve a la segunda columna de destilación (5) para su reflujo y otra parte del condensado se mezcla con la fase menos volátil (2B) a través de una línea 54 y la mezcla se recicla al reactor (1). La fase gaseosa (gas no condensable (gas residual)) 55 del tanque de mantenimiento T2, que es rica en monóxido de carbono, se alimenta a la sección de tratamiento de gases residuales (15).

20 Por ejemplo, el segundo producto de cabeza (5A) (la línea 51) puede tener la siguiente composición.

25 La composición de los condensados 52, 53 del segundo producto de cabeza (5A) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del segundo producto de cabeza (5A). Las composiciones de los condensados 52, 53 pueden tener una relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada restando la relación de componentes de la fase gaseosa (gas no condensable) 55 del tanque de mantenimiento T2 de la relación de componentes del segundo producto de cabeza (5A).

[Tabla 17]

30

Tabla 17

Peso molecular promedio 56,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 ppb a 100 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 0,1 ppb al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %)
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 ppb a 100 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 ppb a 100 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)
N ₂	del 0 al 5 %, del 0 al 2 %, del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
AD	de 0,1 ppm al 1 %, por ejemplo, de 1 ppm al 0,3 %	de 1 ppm al 0,2 %, por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,1 %, por ejemplo, de 50 a 500 ppm
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 100 ppm al 1 %	de 200 ppm al 0,5 %, por ejemplo, del 0,1 al 0,5 %
Mel	del 0,1 al 30 %	del 1 al 20 %	del 3 al 15 %
MA	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %	del 2 al 12 %
H ₂ O	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %	del 2 al 10 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 56,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
AcOH	del 10 al 95 % (por ejemplo, del 30 al 90 %)	del 50 al 85 %	del 60 al 85 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %), por ejemplo, de 0,1 ppb al 1 %	de 10 ppb al 0,5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %)
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 0,3 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 700 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)	de 3 a 500 ppm (por ejemplo, de 3 a 200 ppm), por ejemplo, de 3 a 50 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EtOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EA	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
Etl	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

La composición del condensado 52 del tanque de mantenimiento T2 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del segundo producto de cabeza (5A) (la línea 51).

- 5 Por ejemplo, la fase gaseosa (gas no condensable) 55 del tanque de mantenimiento T2 puede tener la siguiente composición.

10 Por otra parte, tal como se ha descrito anteriormente, en un caso donde un gas inactivo (tal como el gas de nitrógeno N₂) se introduce para regular la presión de la columna de destilación (5) y/o para prevenir la entrada de una materia orgánica en el instrumento de medición, la composición del gas inactivo (tal como el gas de nitrógeno N₂), que se muestra en la siguiente Tabla 18, aumenta de manera drástica.

[Tabla 18]

15

Tabla 18

Peso molecular promedio 27,90	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 300 ppm
CO	del 1 al 99,9 %	del 50 al 99,8 %	del 70 al 99,6 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 a 500 ppm
CH ₄	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
N ₂	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 27,90	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
HI	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
FrOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EtOH	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
EA	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
Etl	del 0 al 0,5 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 10 ppm)	de 1 ppt a 1 ppm	de 10 ppt a 0,1 ppm

Por ejemplo, la corriente de ácido acético de fondo (5B) (la línea 56) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 19]

5

Tabla 19

Peso molecular promedio 59,99	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
CO	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
CO ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
AD	del 0 al 0,05 % (por ejemplo, de 0,001 a 50 ppm)	de 0,01 a 20 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MeOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 10 ppm	de 0,1 a 5 ppm
Mel	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,01 a 10 ppb)	de 0,05 a 200 ppb (por ejemplo, de 0,1 a 5 ppb)	de 0,2 a 50 ppb (por ejemplo, de 0,2 a 10 ppb), por ejemplo, de 0,3 a 2 ppb
MA	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 50 ppm
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
AcOH	del 98 al 100 %	del 99 al 99,999 %	del 99,5 al 99,99 %
HI	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
FrOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 0,2 % (por ejemplo, de 5 ppm al 0,2 %)	de 30 ppm al 0,1 %	de 70 a 500 ppm (por ejemplo, de 100 a 250 ppm)
DME	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 10 ppm)	de 10 ppb a 5 ppm	de 50 ppb a 1 ppm

Peso molecular promedio 59,99	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
EtOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
EA	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
Etl	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

En la segunda etapa de destilación (5), con el fin de convertir el yoduro de hidrógeno en la corriente de ácido acético en bruto 44 en yoduro de metilo, que se retira por destilación como segundo producto de cabeza (5A) (la línea 51), se puede añadir metanol 3 a uno o una pluralidad de sitios de la segunda columna de destilación (columna de destilación por deshidratación) (5). Además, la corriente de ácido acético de fondo 56 de la segunda etapa de destilación (5) se puede mezclar con una solución acuosa de hidróxido de potasio 57 para dejar que el yoduro de hidrógeno reaccione con el hidróxido de potasio para la retirada del yoduro de hidrógeno como yoduro de potasio. La corriente de ácido acético de fondo 58 que se ha tratado con hidróxido de potasio se puede destilar en la tercera etapa de destilación (6) para la separación y retirada, principalmente, de un componente (o una fracción) de ebullición superior.

Con el fin de retirar el yoduro de hidrógeno, una fuente de metanol, por ejemplo, al menos un componente seleccionado del grupo que consiste en metanol, acetato de metilo y éter de dimetilo se puede añadir a la columna de destilación. El hidróxido de potasio se usa en la realización anterior. Sin embargo, también se pueden usar otros componentes de metales alcalinos. Los componentes de metales alcalinos pueden incluir, por ejemplo, un hidróxido de metal alcalino (por ejemplo, hidróxido de sodio), un carbonato de metal alcalino y un acetato de metal alcalino (tal como acetato de sodio o acetato de potasio).

La composición del metanol 3 es sustancialmente igual a la descrita anteriormente.

Por ejemplo, la solución acuosa de hidróxido de potasio 57 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 20]

Tabla 20

Peso molecular promedio 25,94	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂ O	del 40 al 99,9 %	del 50 al 99 %	del 55 al 90 %
KOH	del 0,1 al 60 %	del 1 al 50 %	del 10 al 45 %

Por ejemplo, la corriente de ácido acético de fondo 58 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 21]

Tabla 21

Peso molecular promedio 59,98	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 59,98	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CO	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
CO ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppm)	de 0,1 a 50 ppm	de 1 a 10 ppm
AD	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 50 ppm)	de 0,01 a 20 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MeOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 10 ppm	de 0,1 a 5 ppm
Mel	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,01 a 10 ppb)	de 0,1 a 5 ppb	de 0,3 a 2 ppb
MA	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 50 ppm
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
AcOH	del 98 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %	del 99,5 al 99,9 %
HI	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
FrOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 0,2 % (por ejemplo, de 5 ppm al 0,2 %)	de 30 ppm al 0,1 % (por ejemplo, de 70 a 500 ppm)	de 100 a 250 ppm
KOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 500 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 10 ppm)	de 10 ppb a 5 ppm	de 50 ppb a 1 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 1 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

La etapa de deshidratación (columna de destilación por deshidratación) (5) puede comprender una etapa individual (una columna de destilación) o puede comprender una pluralidad de etapas (columnas de destilación) para la destilación de la corriente de fondo (5B) mediante una o una pluralidad de etapas sucesivas (columna/s de destilación). Por ejemplo, una parte de la corriente de fondo (5B) se puede devolver a la etapa de deshidratación (columna de destilación por deshidratación) (5), al tiempo que la parte residual de la corriente de fondo (5B) se puede alimentar a la etapa de deshidratación sucesiva (columna de destilación por deshidratación) (5). Como columna/s de destilación de la segunda etapa de destilación (5), se puede/pueden usar una columna de placas, una columna empacada u otras columnas.

(6) Etapa de retirada de componente de ebullición superior (columna de fracción pesada)

La corriente de ácido acético de fondo (5B) sigue conteniendo un componente de ebullición superior, tal como ácido propiónico, aunque la corriente de ácido acético de fondo, de la que se ha retirado un componente (o una fracción) de ebullición inferior, tiene una pureza de ácido acético significativamente mejorada. Por tanto, la corriente de ácido acético de fondo (una línea 56 o una línea 58) se somete a la tercera etapa de destilación (columna de fracción pesada) (6) para la retirada del componente de ebullición superior. De manera específica, en la tercera etapa de destilación (columna de fracción pesada) (6), la corriente de ácido acético de fondo (5B) se destila para formar un tercer producto de cabeza (6A) (una línea 61) rico en ácido acético, una corriente de ácido acético (6B) (una línea 67) rica en ácido acético y una corriente de fondo (6C) (una línea 68) rica en un componente (o una fracción) de ebullición superior que contenga ácido acético; el tercer producto de cabeza (6A) se extrae de una parte de arriba o superior de la columna, la corriente de ácido acético (6B) se corta lateralmente en una parte superior a una parte

ES 2 792 108 T3

intermedia de la columna y la corriente de fondo (6C) se extrae de una parte de fondo o inferior de la columna.

5 La corriente de ácido acético de corte lateral (6B) (la línea 67) se purifica adicionalmente en una cuarta etapa de destilación (columna de purificación) (7) para la retirada de impurezas. Una corriente de ácido acético de corte lateral (7B) de la cuarta etapa de destilación (columna de purificación) (7) se alimenta a la etapa de intercambio iónico (8). Una parte de la corriente de ácido acético de corte lateral (7B) (una línea 75) se mezcla con la corriente de fondo (5B) de la segunda etapa de destilación (columna de destilación por deshidratación) (5) a través de una línea 76.

10 El tercer producto de cabeza (6A) se enfría y se condensa en un condensador para formar un condensado 62 que, a continuación, se mantiene en un tanque de mantenimiento T3. Una primera parte del condensado 62 se devuelve para su reflujo a una parte superior de la etapa de retirada de punto de ebullición superior (columna de fracción pesada) (6) a través de una línea de reflujo 63. Una segunda parte del condensado 62 se recicla a la columna de destilación (columna de destilación por deshidratación) (5) a través de una línea 64. Una tercera parte del condensado 62 se alimenta a una etapa de difusión (columna de difusión) (18) de la sección de tratamiento de gases residuales (15) a través de una línea 65 y el evaporador instantáneo (2) a través de una línea 66. Un gas no condensable del tanque de mantenimiento T3 se puede alimentar al reactor (1) o al evaporador (2).

20 Una parte de la corriente de fondo (6C) (la línea 68) que contiene ácido acético se devuelve a la tercera etapa de destilación (columna de fracción pesada) (6) y la parte residual de la corriente de fondo (6C) (la línea 68) se alimenta a una unidad de incineración (no mostrada) a través de una línea 69.

Por ejemplo, el tercer producto de cabeza (6A) puede tener la siguiente composición.

25 Las composiciones del líquido de reflujo (líneas 62, 63) y el condensado (línea 64, línea 65) pueden tener una relación de composición (contenido de cada componente) obtenida o calculada restando la relación de componentes de un gas no condensable en el condensador y un gas no condensable en el tanque de mantenimiento T3 de la relación de componentes del tercer producto de cabeza (6A).

[Tabla 22]

30

Tabla 22

Peso molecular promedio 59,58	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 0,2 a 50 ppm, de 0,5 a 50 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 0,5 a 50 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,001 a 300 ppm (por ejemplo, de 0,1 a 100 ppm)	de 0,003 a 50 ppm (por ejemplo, de 0,5 a 10 ppm)
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 0,1 %)	de 1 a 750 ppm (por ejemplo, de 50 a 500 ppm)
H ₂ O	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %	del 0,1 % al 0,5 %
AcOH	del 90 al 99,99 %	del 98 al 99,9 %	del 99 al 99,8 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,1 %)	de 1 ppb a 100 ppm	de 2 ppb a 10 ppm (por ejemplo, de 10 ppb a 10 ppm)
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm

Peso molecular promedio 59,58	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 50 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,1 ppm	de 1 ppt a 0,01 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,1 ppm	de 1 ppt a 0,01 ppm

Por ejemplo, la corriente de ácido acético de corte lateral (6B) (la línea 67) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 23]

5

Tabla 23

Peso molecular promedio 60,01	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 20 ppb)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 0,5 a 5 ppb
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
AcOH	del 99 al 100 %	del 99,8 al 99,999 %	del 99,9 al 99,99 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppb)	de 0,1 a 10 ppb	de 0,5 a 5 ppb
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 250 ppm
DME	50 ppm o menos (de 1 ppt a 50 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm

Peso molecular promedio 60,01	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 50 ppt a 0,01 ppm

Por ejemplo, la corriente de fondo (6C) (la línea 68) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 24]

5

Tabla 24

Peso molecular promedio 59,70	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 1 ppb a 10 ppm
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 10 ppm)	de 10 ppt a 10 ppm	de 0,1 ppb a 1 ppm
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 100 ppm)	de 0,01 a 10 ppm	de 0,1 ppm a 1 ppm
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 5 ppm al 0,1 %	de 20 ppm al 0,02 %
AcOH	del 80 al 99 %	del 85 al 98 %	del 90 al 95 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 0,5 ppb a 1 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 500 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 10 %)	de 50 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
DME	1 ppm o menos (de 1 ppt a 1 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
KOH	del 0,01 al 40 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %, por ejemplo, del 3 al 10 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm

Peso molecular promedio 59,70	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 50 ppm)	de 1 ppb a 2 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm)	de 1.000 ppt a 50 ppm	de 1.000 ppt a 10 ppm
Ni	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 1 ppm	de 1.000 ppt a 0,5 ppm
Cr	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 1 ppm	de 1.000 ppt a 0,5 ppm
Mo	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 1 ppm	de 1.000 ppt a 0,5 ppm
Zn	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 1 ppm	de 1.000 ppt a 0,5 ppm
Cu	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 10 ppt a 10 ppm)	de 100 ppt a 1 ppm	de 1.000 ppt a 0,5 ppm

La etapa de retirada de componente de ebullición superior (columna de fracción pesada) (6) también puede comprender una etapa individual (una columna de destilación) o una pluralidad de etapas (columnas de destilación). Por ejemplo, una parte de la corriente de fondo (6C) se puede devolver a la etapa de retirada de componente de ebullición superior (columna de fracción pesada) (6), al tiempo que la parte residual de la corriente de fondo (6C) se puede alimentar a la etapa de retirada de componente de ebullición superior sucesiva (columna de fracción pesada) (6). La/s corriente/s de fondo (6C) de una o una pluralidad de etapas de retirada de componente de ebullición superior (columnas de fracción pesada) (en particular, la última etapa de retirada de componente de ebullición superior) se puede/pueden descargar como fluido de desecho. Como columna/s de destilación de la tercera etapa de destilación (6), se puede/pueden usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas.

(7) Etapa de purificación

En la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7), la corriente de ácido acético (6B) (la línea 67) de la etapa de retirada de componente de ebullición superior (tercera columna de destilación) (6) se destila para formar un cuarto producto de cabeza (7A) rico en un componente (o una fracción) de ebullición superior, un ácido acético purificado (7B) y una corriente de fondo (7C) que contenga un componente (o una fracción) de ebullición superior; el cuarto producto de cabeza (7A) se extrae de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción 71, el ácido acético purificado (7B) se corta lateralmente a través de una línea de extracción 75 y la corriente de fondo (7C) se extrae de una parte de fondo o inferior de la columna a través de una línea de fondo 77.

El cuarto producto de cabeza (7A) se enfría y se condensa en un condensador en la línea 71 para formar un condensado y un gas no condensable. Una parte del condensado del condensador se devuelve a la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7) a través de una línea 72 para su reflujo y la parte residual del condensado se alimenta a una unidad de incineración (no mostrada) a través de una línea 73. El gas no condensable (gas residual) se alimenta a una unidad de incineración (no mostrada) a través de una línea 74. El gas no condensable (gas residual) se puede reciclar al sistema de reacción.

Una primera parte de la corriente de fondo (7C) se calienta con vapor mediante un cambiador de calor (intercambiador de calor) en una línea 80 por una parte del tercer producto de cabeza (6A) (la línea 61) de la etapa de retirada de componente de ebullición superior (tercera columna de destilación) (6) y se recicla a la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7). De manera específica, la energía térmica de la parte del tercer producto de cabeza (6A) se suministra a la primera parte de la corriente de fondo (7C) como fuente de calor en la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7).

Una segunda parte de la corriente de fondo (7C) se calienta mediante un cambiador de calor (calentador) en una línea 78 y el vapor resultante se recicla a la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7).

La parte del tercer producto de cabeza (6A) enfriada mediante el cambiador de calor (intercambiador de calor) en la línea 80 se mantiene en un tanque de mantenimiento T4 y, a continuación, se mezcla con la parte residual de la corriente de fondo (7C) y la mezcla también se recicla a la etapa de retirada de componente de ebullición superior (columna de destilación de componente de ebullición superior) (6) a través de una línea 79 para retirar un componente de ebullición superior.

El ácido acético purificado de corte lateral (7B) (la línea 75) se enfría en un condensador o enfriador y, a continuación, se alimenta a la etapa de intercambio iónico (8) a través de una línea 81 y el ácido acético purificado tratado se puede mantener en un tanque de producto T5.

Por ejemplo, el cuarto producto de cabeza (7A) (la línea 71) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 25]

Tabla 25

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 0,5 a 50 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 0,5 a 50 ppm
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MA	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 3 %)	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %
H ₂ O	del 0,1 al 50 %	del 1 al 30 %	del 10 al 30 %
AcOH	del 50 al 99 %	del 60 al 95 %	del 70 al 90 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb al 0,1 %)	de 0,1 ppb a 100 ppm	de 1 ppb a 10 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppm al 3 %)	de 100 ppm al 2 %	del 0,1 % al 1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 200 ppm	de 1 a 50 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 200 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm

5 Por ejemplo, la composición de los condensados 72, 73 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del cuarto producto de cabeza (7A) (la línea 71). Las composiciones de los condensados 72, 73 pueden tener una relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada restando la relación de componentes de un gas residual 74 de la relación de componentes del cuarto producto de cabeza (7A) (la línea 71).

10 Por ejemplo, el gas residual 74 puede tener la siguiente composición.

15 Por otra parte, tal como se ha descrito anteriormente, en un caso donde la purga de gas inactivo (tal como el gas de nitrógeno o el gas de monóxido de carbono) se realiza para regular la presión de la columna de destilación (7) y/o proteger el instrumento de medición, el nitrógeno u otras concentraciones, tal como se muestra en la siguiente Tabla 26, aumenta de manera drástica de acuerdo con la cantidad de gas inactivo introducido.

[Tabla 26]

Tabla 26

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 0,01 ppm al 0,5 %	de 0,1 a 500 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 99,9 %)	de 10 ppm al 99 %	de 100 ppm al 98 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 0,01 ppm al 0,5 %	de 0,1 a 500 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 0,01 ppm al 0,5 %	de 0,1 a 500 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 80 %)	de 10 ppm al 75 %	de 100 ppm al 70 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 a 500 ppm
Mel	de 1 ppm al 5 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
MA	de 1 ppm al 20 %	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 1 %
H ₂ O	de 10 ppm al 30 %	de 100 ppm al 20 %	del 0,1 al 10 %
AcOH	de 10 ppm al 30 %	de 100 ppm al 20 %	del 0,1 al 10 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 ppm al 0,05 %	de 1 ppm al 0,01 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm

5 Por ejemplo, el ácido acético purificado de corte lateral (7B) (la línea 75) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 27]

Tabla 27

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 a 100 ppm
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm

ES 2 792 108 T3

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 ppm al 0,1 %)	de 0,01 a 100 ppm	de 0,1 a 10 ppm
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
Mel	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 20 ppb)	de 10 ppt a 10 ppb	de 100 ppt a 5 ppb
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 5 ppb a 50 ppm (por ejemplo, de 10 ppb a 10 ppm)	de 50 ppb a 25 ppm (por ejemplo, de 100 ppb a 5 ppm)
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
AcOH	del 99,6 al 100 %	del 99,9 al 99,999 %	del 99,95 al 99,99 %
HI	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 20 ppb)	de 10 ppt a 10 ppb	de 100 ppt a 5 ppb
TOI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,1 %)	de 1 ppb a 100 ppm	de 10 ppb a 10 ppm
HexI	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 20 ppb)	de 10 ppt a 10 ppb	de 100 ppt a 5 ppb
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 1 a 100 ppm	de 5 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 500 ppm	de 10 a 250 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 50 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
AcA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,1 %)	de 1 ppb a 100 ppm	de 10 ppb a 10 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 10 ppm)	de 0,1 ppb a 1 ppm	de 1 ppb a 0,1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 a 100 ppb)	de 0,1 a 10 ppb	de 0,5 a 5 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 50 ppb)	de 10 ppt a 10 ppb	de 50 ppt a 3 ppb

Por otra parte, el enfriamiento del ácido acético purificado de corte lateral (7B) en el condensador parece que difícilmente genera un gas no condensable. Por ejemplo, en el enfriamiento del ácido acético purificado (7B), el gas no condensable tiene una proporción en volumen del 1 % o menos (por ejemplo, del 0,1 % o menos) en todo el fluido (o las fases). Por tanto, el ácido acético purificado (8B) (la línea 81) del condensador es diferente del ácido acético purificado de corte lateral (8B) anterior solo en la temperatura entre sí (por ejemplo, el anterior ácido acético purificado (8B) tiene una temperatura de 17 a 60 °C) y tienen sustancialmente la misma composición (o una similar).

5

La composición de la corriente de fondo (7C) (líneas 77, 78, 79) es sustancialmente igual a (o similar a) la composición del ácido acético purificado de corte lateral (7B) (la línea 75), por ejemplo, excepto Li y/o Rh. Por ejemplo, las concentraciones de Li y Rh son las siguientes. Por otra parte, el oxígeno contenido en la columna de destilación (7) provoca una coloración del ácido acético purificado de corte lateral (7B) (la línea 75) y una coloración más fuerte de la corriente de fondo (7C).

10

15 [Tabla 28]

Tabla 28

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Li	1 ppm o menos (de 0,1 ppb a 1.000 ppb)	de 1 a 100 ppb	de 5 a 50 ppb
Rh	1 ppm o menos (de 10 ppt a 500 ppb)	de 100 ppt a 100 ppb	de 500 ppt a 30 ppb

(8) Etapa de intercambio iónico

Con el fin de separar un compuesto de yodo de la corriente de ácido acético (7B) de la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7), la corriente de ácido acético (7B) se enfría y se trata en un tanque de intercambio iónico (8) para dar una corriente de ácido acético purificado (8A). La corriente de ácido acético purificado (8A) se envía al tanque de producto T5 para su almacenamiento a través de una línea 82.

Por ejemplo, la concentración de oxígeno y la composición de otros componentes de la corriente de ácido acético 82 tratadas en el tanque de intercambio iónico (8) pueden ser sustancialmente iguales a (o similares a) aquellas del ácido acético purificado de corte lateral (7B) (el línea 75), a excepción de los componentes a retirar mediante intercambio iónico.

Como intercambiador iónico en el tanque de intercambio iónico (8), se puede usar un intercambiador iónico que pueda retirar o adsorber un compuesto de yodo (por ejemplo, una zeolita, un carbono activado y una resina de intercambio iónico), en particular, una resina de intercambio catiónico. La resina de intercambio catiónico puede ser una resina de intercambio catiónico ligeramente ácida. Una resina de intercambio catiónico preferida puede incluir una resina de intercambio catiónico fuertemente ácida, por ejemplo, una resina de intercambio iónico macrorreticular. El intercambiador iónico puede tener al menos una parte de un sitio activo reemplazada o intercambiada por un metal que puede incluir plata Ag, mercurio Hg y/o cobre Cu. Los ejemplos del sitio activo pueden incluir un grupo catiónico, tal como un grupo sulfona, un grupo carboxilo, un grupo hidroxilo fenólico y un grupo fosfina. En otras palabras, el intercambiador iónico puede ser un intercambiador iónico con soporte de metal. Por ejemplo, el intercambiador iónico puede ser un intercambiador iónico con soporte de metal en el que aproximadamente del 10 al 80 % en moles, preferentemente aproximadamente del 25 al 75 % en moles y más preferentemente del 30 al 70 % en moles del sitio activo se reemplaza con el metal (por ejemplo, plata Ag).

El intercambiador iónico (por ejemplo, una resina de intercambio iónico con soporte de plata) normalmente se alimenta o rellena en la columna de intercambio iónico o unidad de tratamiento. El contacto de la corriente de ácido acético con el intercambiador iónico (preferentemente, el recorrido o el paso de la corriente de ácido acético a través del intercambiador iónico) permite que se retire el compuesto de yodo. El contacto de la corriente de ácido acético con el intercambiador iónico (o el recorrido o el paso de la corriente de ácido acético a través del intercambiador iónico), si resulta necesario, con calentamiento de manera continua o por etapas, logra la prevención de que el metal fluya fuera del intercambiador iónico y la retirada eficaz del compuesto de yodo. La columna de intercambio iónico puede incluir una columna empaquetada que tenga al menos un intercambiador iónico (por ejemplo, un intercambiador iónico con soporte de metal) empaquetado en la misma y una columna provista de un lecho de intercambiador iónico (por ejemplo, un lecho que tenga un intercambiador iónico granular) (un lecho de protección). La columna de intercambio iónico se puede rellenar o empaquetar con otro intercambiador iónico (por ejemplo, una resina de intercambio catiónico, una resina de intercambio aniónico y una resina de intercambio no aniónico), además del intercambiador iónico. Además, la corriente de ácido acético se puede someter al tratamiento de intercambio iónico con una columna rellena o empaquetada con el intercambiador iónico y una columna rellena o empaquetada con otro intercambiador iónico. Por ejemplo, la unidad de tratamiento puede estar provista de la columna de resina de intercambio aniónico y una columna de intercambio iónico que contenga una resina de intercambio iónico con soporte de metal; la columna de intercambio iónico se puede localizar en un lado aguas abajo de la resina de intercambio aniónico o en un lado aguas arriba de la misma. Los detalles de la realización anterior se pueden consultar en, por ejemplo, el documento WO02/062740.

La temperatura del tratamiento de intercambio iónico puede ser una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente 18 a 100 °C, preferentemente de aproximadamente 30 a 70 °C y más preferentemente de aproximadamente 40 a 60 °C. El caudal de la corriente de ácido acético puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 3 a 15 volúmenes de lecho/h, preferentemente de aproximadamente 5 a 12 volúmenes de lecho/h y más preferentemente de aproximadamente 6 a 10 volúmenes de lecho/h para una columna de retirada que tiene un lecho de protección.

La sección de purificación (grupo de etapas de purificación o grupo de unidades de purificación) (4) puede comprender al menos una etapa seleccionada del grupo que consiste en la etapa de deshidratación (5), la etapa de retirada de componente de ebullición superior (6), la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7) y la etapa de intercambio iónico (8). La sección de purificación (4) normalmente comprende al menos la etapa de deshidratación (5) y la etapa de retirada de componente de ebullición superior (6). La etapa de intercambio iónico (8) se puede llevar a cabo después de cualquier etapa de la sección de purificación (4), por ejemplo, la etapa de deshidratación (5) y/o la etapa de retirada de componente de ebullición superior (6), o se puede llevar a cabo entre la etapa de retirada de componente de ebullición superior (6) y la etapa de purificación (columna de destilación por purificación) (7).

(9) Sección de separación (grupo de etapas o grupo de unidades)

Tal como se ha descrito anteriormente, el primer producto de cabeza (3A) de la primera etapa de destilación (3) contiene impurezas y componentes útiles, tales como los PRC, yoduro de metilo y acetato de metilo. Por tanto, en la sección de separación (grupo de etapas o grupo de unidades) (9), al menos el acetaldehído se separa del primer producto de cabeza (3A). En particular, en la sección de separación (9), el primer producto de cabeza (3A) se separa

en una corriente rica en acetaldehído y una corriente rica en yoduro de metilo útil.

La sección de separación (9) puede comprender las siguientes etapas: (10) una etapa para la condensación del primer producto de cabeza (3A) para formar dos fases líquidas con fases superiores e inferiores (una etapa de separación en líquido-líquido), (11) una etapa (una primera etapa de separación o etapa de destilación de aldehído) para la formación de un quinto producto de cabeza rico en acetaldehído y yoduro de metilo a partir de la fase superior y/o la fase inferior, (12) una etapa (una etapa de extracción) para la extracción de acetaldehído del quinto producto de cabeza obtenido en la etapa (11) para formar un extracto rico en acetaldehído y un refinado rico en yoduro de metilo, (13) una etapa (una segunda etapa de separación o etapa de destilación de aldehído) para la separación de un aldehído del extracto y/o el refinado y (14) una etapa (una etapa de separación o etapa de destilación de alcano) para la separación de un alcano de la fase superior y/o la fase inferior.

(10) Etapa de separación en líquido-líquido

En la etapa de separación en líquido-líquido (o bifásica) (10), el primer producto de cabeza (3A) (la línea 31) se enfría y se condensa en un condensador para formar un condensado 32 rico en yoduro de metilo y que contiene agua u otros compuestos y el condensado 32 se separa en dos fases, una fase acuosa 38 y una fase orgánica 39, en el decantador S2. Una parte del condensado (fase superior) se devuelve a la columna divisora (3) para su reflujo a través de una línea de reflujo 42, al menos una parte de la fase superior (fase acuosa o fase ligera rica en acetaldehído) 38 separada en el decantador S2 se recicla al reactor (1) a través de una línea 41 y al menos una parte de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada rica en yoduro de metilo) 39 separada en el decantador S2 se recicla al reactor (1) a través de una línea 40.

Además, al menos una parte de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) rica en yoduro de metilo separada en el decantador S2 se alimenta a la quinta columna de destilación (etapa de destilación) (11) a través de las líneas de alimentación 111, 112 para la formación del quinto producto de cabeza rico en acetaldehído y yoduro de metilo. La fase inferior (fase orgánica) rica en yoduro de metilo del decantador S2 se mezcla con una parte (corriente ramificada) 124 de una corriente inferior (11B) (una línea 123) de la quinta columna de destilación (etapa de destilación) (11) y la mezcla se recicla al reactor (1).

Un gas no condensable (gas residual) 33 que no se ha condensado en el condensador es rico en yoduro de metilo y contiene monóxido de carbono u otros compuestos. De la misma manera que en el gas residual, el gas no condensable (gas residual) 33 se alimenta a la sección de tratamiento de gases residuales (15) junto con un gas no condensable en el decantador S2 a través de las líneas 34, 35, 37 y se trata en la sección de tratamiento de gases residuales (15). El gas no condensable (gas residual) se enfría y condensa adicionalmente en un condensador en la línea 34 para formar un condensado y un gas no condensable; el condensado se hace pasar a través de una línea 36 y se mezcla con la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) 39 de una línea de alimentación 111 y el gas no condensable se alimenta a un decantador S3 a través de la línea 35. Un condensado licuado en el decantador S3 se mezcla o fusiona con la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) 39 de la línea de alimentación 112 y un gas no condensable en el decantador S3 se hace pasar a través de la línea 37 y se trata en la sección de tratamiento de gases residuales (15).

Por ejemplo, la composición del condensado 32 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la del primer producto de cabeza (3A) (la línea 31). La composición del condensado 32 puede tener una relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada restando la relación de componentes del gas no condensable (gas residual) 33, que no se condensa en el condensador, de la relación de componentes del primer producto de cabeza (3A).

Por ejemplo, la fase superior (fase acuosa) 38 en el decantador S2 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 29]

Tabla 29

Peso molecular promedio 23,26	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 23,26	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 2 % (por ejemplo, del 0,01 al 2 %)	del 0,05 al 1 %	del 0,1 al 0,7 %
MeOH	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 10 ppm al 10 %)	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 3 %
Mel	del 0,1 al 15 %	del 1 al 10 %	del 2 al 6 %
MA	del 1 al 40 %	del 5 al 30 %	del 10 al 25 %
H ₂ O	del 10 al 95 %	del 20 al 90 %	del 40 al 80 %
AcOH	del 1 al 30 %	del 3 al 20 %	del 8 al 15 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,5 %	de 1 ppm al 0,1 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 50 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm

La composición de la fase superior (fase acuosa) en la línea 41 que se conecta al reactor y la columna divisora (3) también puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la de la fase superior (fase acuosa) 38 en el decantador S2.

- 5 Por ejemplo, la fase inferior (fase orgánica) 39 en el decantador S2 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 30]

Tabla 30

Peso molecular promedio 119,79	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 2 % (por ejemplo, del 0,01 al 2 %)	del 0,05 al 1 %	del 0,08 al 0,5 %
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,3 %

ES 2 792 108 T3

Mel	del 20 al 99 %	del 40 al 95 %	del 60 al 92 %
MA	del 1 al 40 %	del 4 al 30 %	del 7 al 20 %
H ₂ O	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 3 %
AcOH	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 3 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 30 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm

Por ejemplo, el gas no condensable (gas residual) (la línea 33) del condensador puede tener la siguiente composición.

5 [Tabla 31]

Tabla 31

Peso molecular promedio 79,89	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	de 1 ppm al 5 %	de 5 ppm al 2,5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 1 %)	de 50 ppm al 1 % (por ejemplo, de 100 ppm al 0,1 %)
CO	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 30 %	del 1 al 15 %
CO ₂	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
CH ₄	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
N ₂	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
AD	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 99 %	del 10 al 95 %	del 40 al 90 %
MA	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
AcOH	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 10 %)	de 1 ppm al 2 %	de 10 ppm al 1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %

EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el gas no condensable de la línea 34 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 32]

5

Tabla 32

Peso molecular promedio 82,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	de 1 ppm al 5 %	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 30 %	del 1 al 15 %
CO ₂	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
CH ₄	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
N ₂	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
AD	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 99 %	del 10 al 95 %	del 40 al 90 %
MA	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 20 %
H ₂ O	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
AcOH	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 6 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 10 %)	de 1 ppm al 2 %	de 10 ppm al 1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el gas no condensable de la línea 35 puede tener la siguiente composición.

10

ES 2 792 108 T3

[Tabla 33]

Tabla 33

Peso molecular promedio 42,11	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 1 %
CO	del 0,01 al 90 %	del 0,1 al 70 %	del 1 al 50 %
CO ₂	del 0,01 al 30 %	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 10 %
CH ₄	de 10 ppm al 20 %	de 100 ppm al 10 %	del 0,1 % al 5 %
N ₂	de 10 ppm al 20 %	de 100 ppm al 10 %	del 0,1 % al 5 %
AD	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 3 %	de 100 ppm al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 99 %	del 10 al 90 %	del 20 al 70 %
MA	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
AcOH	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 1 ppm al 10 %)	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 10 %)	de 1 ppm al 2 %	de 10 ppm al 1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el gas no condensable de la línea 36 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 34]

5

Tabla 34

Peso molecular promedio 112,80	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO ₂	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,2 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 112,80	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,05 %	de 10 ppm al 0,01 %
AD	de 100 ppm al 3 %	del 0,1 % al 1 %	del 0,2 % a 6.000 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,3 %
Mel	del 20 al 99 %	del 50 al 97 %	del 70 al 90 %
MA	del 1 al 40 %	del 5 al 30 %	del 7 al 20 %
H ₂ O	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 8 %	del 0,5 al 5 %
AcOH	del 0,001 al 5 %	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 30 ppm
DME	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 1 ppm al 3 %)	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el gas no condensable de la línea 37 del decantador S3 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 35]

5

Tabla 35

Peso molecular promedio 42,11	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0,01 al 5 %	del 0,05 al 2 %	del 0,1 al 1 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 80 %	del 10 al 70 %
CO ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 15 %
CH ₄	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
AD	del 0 al 10 % (por ejemplo, del 0,001 al 10 %)	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 3 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 20 al 80 %
MA	del 0,01 al 40 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0 al 10 % (por ejemplo, del 0,01 al 10 %)	del 0,02 al 5 %	del 0,05 al 2 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,001 al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 100 ppt al 0,01 %	de 10 ppb a 1 ppm

Peso molecular promedio 42,11	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, la composición de la línea de alimentación 111 de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la fase inferior (fase orgánica) 39 en el decantador S2.

5 Por ejemplo, la composición de la línea de alimentación 112 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la fase inferior (fase orgánica) 39 en el decantador S2. Además, la composición de la línea de alimentación 112 puede tener una relación de componentes (contenido de cada componente) obtenida o calculada mediante el promedio en peso de la relación de componentes de la línea de alimentación 111 de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada) y la relación de componentes de la línea 36 del condensado.

10 La relación (relación en peso) del caudal de la fase superior retirada del decantador S2 con respecto a la de la fase inferior retirada del decantador S2 [la fase superior/la fase inferior] puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,1/1 a 10/1 (por ejemplo, de aproximadamente 0,3/1 a 3/1) y preferentemente de aproximadamente 0,5/1 a 2/1 (por ejemplo, de aproximadamente 0,7/1 a 1,5/1). La relación (relación en peso) del caudal de la fase superior que se refluye a la columna divisora (3) con respecto a la de la fase superior que se recicla al sistema de reacción (1) [la primera/la segunda] puede ser de aproximadamente 2/1 a 1.000/1 (por ejemplo, de aproximadamente 5/1 a 200/1) y preferentemente de aproximadamente 10/1 a 100/1 (por ejemplo, de aproximadamente 15/1 a 50/1).

20 El primer producto de cabeza (3A) se puede alimentar a la primera etapa de separación de aldehído (11) sin condensación o separación en líquido-líquido en el decantador S2. Como alternativa, el primer producto de cabeza (3A) se puede separar de manera bifásica en una fase superior (una fase acuosa o fase ligera) rica en acetaldehído y una fase inferior (una fase orgánica o fase pesada) rica en yoduro de metilo en el decantador y al menos una fase de la fase superior y la fase inferior se puede alimentar a la primera etapa de separación de aldehído (11) y/o al reactor (1). Además, al reactor (1), se recicla una parte de la fase superior (fase acuosa o fase ligera) o, como alternativa, se puede reciclar la fase inferior (fase orgánica o fase pesada). Además, a la primera etapa de separación de aldehído (11), se puede alimentar la fase superior (fase acuosa o fase ligera) en lugar de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada).

30 En un caso donde el primer producto de cabeza (3A) se enfría de manera sucesiva en condensadores plurales dispuestos de manera secuencial, sucesivamente inferiores en temperatura de enfriamiento para formar una pluralidad de condensados sucesivamente inferiores en temperatura, un condensado formado mediante un condensador posterior tiene una concentración superior de acetaldehído, en comparación con un líquido de proceso (un condensado) formado mediante un primer condensador. Por consiguiente, un condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído se puede alimentar a la cuarta etapa de destilación (11) para separar el acetaldehído del condensado.

(11) Primera etapa de separación de aldehído (quinta etapa de destilación)

40 El condensado de la línea 112 del decantador S2 en la etapa de separación en líquido-líquido (10) [al menos la parte 112 de la fase orgánica o la fase pesada 39 que es rica en yoduro de metilo y que contiene acetato de metilo u otros compuestos] se calienta mediante una unidad de calentamiento y, a continuación, se mantiene en un tanque de mantenimiento S4 para el tratamiento de separación en gas-líquido o de desgasificación para formar una mezcla de condensación (que es rica en yoduro de metilo y que contiene acetato de metilo u otros compuestos) y una fase gaseosa. La mezcla de condensación del tanque de mantenimiento S4 se alimenta, para la destilación, a la primera etapa de separación de aldehído (quinta etapa de destilación o columna de destilación) (11) a través de una línea

114 para formar un quinto producto de cabeza (11A) rico en acetaldehído y yoduro de metilo. De manera específica, en esta realización, la fase orgánica (fase pesada rica en yoduro de metilo) formada en la etapa de separación en líquido-líquido (10) se alimenta a la primera etapa de separación de aldehído (etapa de destilación o columna de destilación) (11) a través de las líneas de alimentación 112, 114 y se destila para formar un quinto producto de cabeza (11A) y una corriente inferior (11B); el quinto producto de cabeza (11A) se extrae de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción (una línea 115) y la corriente inferior (11B) se extrae a través de una línea de fondo 123. La fase gaseosa del tanque de mantenimiento S4, que contiene yoduro de metilo u otros compuestos, se mezcla, a través de una línea 113, con el gas no condensable del decantador S2 de la etapa de separación en líquido-líquido (10) y la mezcla se enfría y se condensa en un condensador.

La corriente inferior (11B) 123 contiene ácido acético, agua u otros compuestos. Una primera parte de la corriente inferior (11B) se recicla a la primera etapa de separación de aldehído (columna de destilación) (11); se mezcla una segunda parte (o parte residual) de la corriente inferior (11B), a través de una línea 124, con la fase inferior (fase orgánica), rica en yoduro de metilo, del decantador S2 y la mezcla resultante se recicla al reactor (1).

El quinto producto de cabeza (11A) (la línea 115) es rico en acetaldehído y yoduro de metilo. El quinto producto de cabeza (11A) se enfría y condensa en condensadores para formar condensados y gases no condensables. Los condensados se envían a un tanque de mantenimiento T6 para su mantenimiento o almacenamiento a través de las líneas 117, 119. Los gases no condensables, que contienen yoduro de metilo u otros compuestos, se mezclan, a través de las líneas 116, 118, con el gas no condensable del decantador S2 de la etapa de separación en líquido-líquido (10) y la mezcla se enfría y se condensa en un condensador. Además, una parte del condensado del tanque de mantenimiento T6 se devuelve a la primera etapa de separación de aldehído (etapa de destilación) (11) a través de las líneas 120, 121 para su reflujo y la parte residual del condensado se enfría en un condensador en una línea 122 y se alimenta a una unidad de extracción de agua (columna de destilación extractora de agua) (12) de la etapa de extracción (12) a través de una línea 125.

Por ejemplo, el condensado (la línea 114) del decantador S4 puede tener la siguiente composición.

Por otra parte, la composición del condensado (la línea 114) del decantador S4 puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la fase orgánica 39 en el decantador S2 o la composición de la línea de alimentación 112, a excepción de las concentraciones de los componentes en el gas no condensable y la concentración de DME. Por tanto, la siguiente tabla muestra las concentraciones de los componentes en el gas no condensable y la concentración de DME.

[Tabla 36]

Tabla 36

Peso molecular promedio 119,03	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,01 %	de 2 a 500 ppm
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,01 %	de 1 a 500 ppm
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,01 %	de 1 a 500 ppm
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 ppm al 0,01 %	de 1 a 500 ppm
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,05 a 100 ppm	de 0,5 a 20 ppm

Por ejemplo, el gas no condensable (la línea 113) del decantador S4 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 37]

Tabla 37

Peso molecular promedio 100,95	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 5 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
CO	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 1 %
CO ₂	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 2 %
CH ₄	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 5 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 5 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,1 %
AD	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 99 %	del 10 al 95 %	del 40 al 90 %
MA	del 0,01 al 50 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,001 al 20 %	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
AcOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, del 0,001 al 2 %)	del 0,005 al 1 %	del 0,01 al 0,5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el quinto producto de cabeza (11A) (la línea 115) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 38]

5

Tabla 38

Peso molecular promedio 71,30	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 3 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
CO ₂	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 3 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %

ES 2 792 108 T3

N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
AD	del 5 al 90 % (por ejemplo, del 10 al 80 %)	del 15 al 75 %	del 20 al 60 %
MeOH	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 5 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 5 al 95 % (por ejemplo, del 10 al 90 %)	del 20 al 85 %	del 40 al 80 %
MA	de 0,1 ppm al 5 %	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %
H ₂ O	de 1 ppm al 10 %	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb al 0,01 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, los condensados (líneas 120, 121, 122) del quinto producto de cabeza (la línea 115) del/de los condensador/es pueden tener la siguiente composición.

- 5 Por otra parte, la composición de los condensados (líneas 120, 121, 122) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del quinto producto de cabeza (11A) (la línea 115), a excepción de las concentraciones de los componentes en el gas no condensable. Por tanto, la siguiente tabla muestra las concentraciones de los componentes en el gas no condensable.

10 [Tabla 39]

Tabla 39

Peso molecular promedio 71,33	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
CO ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 2 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %

- 15 Por ejemplo, el gas no condensable (línea 118) del quinto producto de cabeza (la línea 115) del/de los condensador/es puede tener la siguiente composición.

Tal como se ha descrito anteriormente, se puede introducir una purga de gas inactivo (gas de nitrógeno, gas de monóxido de carbono) con el fin de controlar la presión de una columna de destilación y proteger un medidor de

ES 2 792 108 T3

nivel, un manómetro, un termómetro u otros instrumentos de medición, de un gas condensable. La composición del gas no condensable en las líneas 115, 116, 118 cambia de manera significativa debido a la introducción de tal componente y las concentraciones de otros componentes también cambian de manera significativa debido a la dilución con el gas inactivo introducido.

5

[Tabla 40]

Tabla 40

Peso molecular promedio 39,25	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 15 %	del 0,5 al 10 %
CO ₂	del 0,01 al 70 %	del 0,1 al 60 %	del 0,5 al 50 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
N ₂	de 10 ppm al 70 %	de 100 ppm al 50 %	del 0,1 % al 40 %
AD	de 1 ppm al 30 %	de 10 ppm al 25 %	de 100 ppm al 20 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 50 %	del 2 al 40 %	del 5 al 25 %
MA	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 5 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 25 ppm al 0,1 %
H ₂ O	del 0 al 10 % (por ejemplo, de 10 ppm al 5 %)	de 50 ppm al 1 %	de 50 ppm al 0,1 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,3 %	de 100 ppm al 0,1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

10 Por ejemplo, las corrientes inferiores (11B) 123, 124 de la quinta columna de destilación (11) pueden tener la siguiente composición.

[Tabla 41]

Tabla 41

Peso molecular promedio 119,33	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 a 700 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
Mel	del 1 al 99 % (por ejemplo, del 10 al 95 %)	del 30 al 98 % (por ejemplo, del 50 al 95 %)	del 70 al 90 %
MA	del 1 al 40 %	del 5 al 30 %	del 7 al 20 %
H ₂ O	del 0,01 al 30 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
AcOH	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %	del 0,5 al 3 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,05 ppm al 0,2 % (por ejemplo, de 0,1 a 500 ppm)	de 0,5 ppm al 0,1 % (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 5 ppb al 0,5 % (por ejemplo, de 10 ppb a 10 ppm)	de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 5 ppm)
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

- 5 En la primera etapa de separación de aldehído (etapa de destilación o columna de destilación) (11), el condensado formado en la etapa de separación en líquido-líquido (10) se destila para formar un quinto producto de cabeza (11A) rico en acetaldehído y yoduro de metilo. La fase superior (fase acuosa, fase ligera rica en acetaldehído) se puede destilar, la fase inferior (fase orgánica, fase pesada rica en yoduro de metilo) se puede destilar o la mezcla de condensación de la fase superior y la fase inferior se puede destilar. Como columna de destilación de la quinta etapa de destilación (11), se puede usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas.

(12) Etapa de extracción (columna de destilación extractora o sexta columna de destilación)

- 10 En la unidad de extracción de agua (columna de destilación extractora de agua) de la etapa de extracción (12), se extrae acetaldehído del quinto producto de cabeza (11A) (un condensado enfriado en un condensador), formando un extracto rico en acetaldehído y un refinado rico en yoduro de metilo. De manera específica, a la etapa de extracción

(columna de destilación extractora o sexta columna de destilación) (12), se alimentan el condensado y un extractante (agua) se alimentan de una línea de alimentación 125 y una línea de alimentación inferior 126, respectivamente. En la etapa de extracción (columna de extracción de agua) (12), el quinto producto de cabeza (11A) se separa en un extracto de agua (un extracto que contiene acetaldehído) extraído de la parte de arriba de la columna o a través de una línea de extracción superior 131 y un refinado rico en yoduro de metilo que se extrae a través de una línea de fondo 132. El refinado 132 se puede descargar como fluido de desecho o se puede reciclar al reactor (1). El extracto de agua 131 se alimenta adicionalmente a la segunda etapa de separación de aldehído (etapa de destilación o columna de destilación) (13).

5

10 Por ejemplo, el extractante (agua) de la línea de alimentación 126 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 42]

Tabla 42

Peso molecular promedio 18,02	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
AD	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MeOH	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
Mel	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
MA	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
H ₂ O	del 99 al 100 %	del 99,5 al 99,999 %	del 99,9 al 99,99 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0 al 0,01 %)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
HI	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
FrOH	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
PrOH	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
DME	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
EtOH	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
EA	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
Etl	del 0 al 0,01 % (por ejemplo, de 0,001 a 100 ppm)	de 0,01 a 50 ppm	de 0,1 a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0 a 1 ppm)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0 a 1 ppm)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

15

Por ejemplo, el extracto de agua 131 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 43]

Tabla 43

Peso molecular promedio 21,43	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	el 0,1 % o menos (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %)	de 10 ppt al 3 %	de 100 ppt al 1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,5 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
AD	del 1 al 50 %	del 3 al 40 %	del 5 al 30 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
Mel	del 0 al 25 % (por ejemplo, del 0,1 al 20 %)	del 0,5 al 20 %	del 1 al 15 %
MA	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 1 %	de 1 ppm al 0,5 %
H ₂ O	del 10 al 98 %	del 50 al 95 %	del 60 al 90 %
AcOH	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 3 %	de 1 ppm al 1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 0,2 %	de 1 a 500 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

5 Por ejemplo, el refinado 132 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 44]

Tabla 44

Peso molecular promedio 115,86	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %

Peso molecular promedio 115,86	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %)	de 10 ppt al 2 %	de 100 ppt al 1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,5 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %
AD	del 0,1 al 30 %	del 1 al 20 %	del 5 al 15 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 a 100 ppm
Mel	del 80 al 100 %	del 90 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %
MA	de 0,1 ppm al 2 %	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %
H ₂ O	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %	de 500 ppm al 0,5 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 0,5 %	de 1 ppm al 0,1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 500 ppm	de 100 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 0,2 %	de 1 a 500 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

En la destilación extractora de agua, la mezcla de condensación se alimenta a la columna de destilación extractora de agua y un extractante (agua) se alimenta a una parte superior de la columna de destilación para la formación de un refinado rico en yoduro de metilo como producto de cabeza y un extracto de agua (un extracto que contiene acetaldehído) como líquido de fondo. Como columna de destilación extractora de agua, se puede/pueden usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas.

5

En la etapa de extracción (12), se puede usar una unidad de extracción (extractor) en lugar de la destilación extractora. La unidad de extracción puede comprender uno o una pluralidad de extractores. Como cada uno de los extractores, por ejemplo, se puede usar una combinación de un mezclador con un sedimentador, una combinación de un mezclador estático con un decantador, un conector de disco giratorio (RDC en inglés), una columna de Karr, una columna de pulverización, una columna empaquetada, una columna de placa perforada, una columna deflectora y una columna de pulsos. El extractor (columna de extracción) puede ser una unidad de extracción de fase individual para la extracción de un objeto de una mezcla del objeto y agua y la separación de la mezcla en fases líquidas o puede tener una pluralidad de las unidades de extracción de fase individual dispuestas en forma de cascada. Por ejemplo, el extractor puede ser una unidad de extracción de múltiples fases que comprenda una pluralidad de extractores (teniendo cada extractor un número teórico de placas de 1) para la extracción secuencial. Además, el extractor puede ser una unidad de extracción de múltiples fases en la que se haya instalado una pluralidad de extractores en una unidad individual, por ejemplo, una unidad de extracción individual que tenga el número teórico de placas equivalente a una unidad de extracción de múltiples fases (el número teórico de placas correspondiente a la extracción de múltiples fases). Además, la extracción puede ser un sistema discontinuo o un sistema continuo o se puede realizar en una extracción en paralelo o una extracción a contracorriente.

10

15

20

Además, al menos una parte del refinado se puede reciclar al reactor o al menos una parte del extracto de agua se

puede alimentar a la segunda etapa de separación de aldehído siguiente (etapa de destilación o columna de destilación) (13).

(13) Segunda etapa de separación de aldehído (séptima columna de destilación)

5 En la segunda etapa de separación de aldehído (séptima etapa de destilación o columna de destilación) (13), el extracto de agua 131 rico en acetaldehído se destila para dar un sexto producto de cabeza (13A) extraído de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción 141 y una corriente inferior (13B) extraída a través de una línea de fondo 146, de la misma manera que en la primera etapa de separación de aldehído (etapa de destilación o columna de destilación) (11).

15 La corriente inferior (13B) (la línea 146) contiene agua u otros compuestos. Una primera parte de la corriente inferior (13B) se recicla a la segunda etapa de separación de aldehído (columna de destilación) (13) y una segunda parte (o parte residual) de la corriente inferior (13B) se envía a un incinerador a través de una línea 146 para la incineración.

20 El sexto producto de cabeza (13A), que es rico en acetaldehído, se enfría y se condensa en el condensador en la línea de extracción 141 para formar un condensado y un gas no condensable. El condensado se mantiene en un tanque de mantenimiento T7, una parte del condensado se devuelve a la segunda etapa de separación de aldehído (etapa de destilación) (13) para su reflujo a través de una línea de reflujo 143 y la parte residual del condensado se incinera mediante una unidad de incineración a través de una línea 144. Además, se mezcla el gas no condensable que no se condensa en el condensador, a través de una línea 145, con el gas no condensable del decantador 52 de la etapa de separación en líquido-líquido (10) y la mezcla se enfría y se condensa en un condensador.

25 Por ejemplo, el sexto producto de cabeza (13A) (la línea 141) puede tener la siguiente composición,

[Tabla 45]

Tabla 45

Peso molecular promedio 42,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 1 %)	de 10 ppt al 0,5 %	de 100 ppt al 0,05 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %)	de 10 ppt al 1 %	de 100 ppt al 0,1 %
AD	del 50 al 99 %	del 70 al 95 %	del 80 al 90 %
MeOH	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 5 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 0,1 al 30 %	del 0,5 al 20 %	del 1 al 10 %
MA	de 0,1 ppm al 3 %	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %
H ₂ O	del 0,1 al 30 %	del 1 al 20 %	del 3 al 10 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,1 %)	de 1 ppb al 0,01 %	de 10 ppb al 0,001 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,5 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb a 200 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb a 100 ppm)	de 1 ppb a 10 ppm	de 10 ppb a 1 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 1 %)	de 100 ppb al 0,2 %	de 1 a 500 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 42,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 0,1 ppt a 10 ppb	de 1 ppt a 1 ppb

5 La composición de los condensados 143, 144 del condensador puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición del sexto producto de cabeza (13A) (la línea 141), a excepción de las concentraciones de los componentes en el gas no condensable. Por tanto, la siguiente tabla muestra las concentraciones de los componentes en el gas no condensable.

[Tabla 46]

Tabla 46

Peso molecular promedio 42,08	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,01 %)	de 10 ppt al 0,001 %	de 100 ppt al 0,0001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,05 %	de 100 ppt al 0,005 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,01 %)	de 10 ppt al 0,001 %	de 100 ppt al 0,0001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,5 %)	de 10 ppt al 0,1 %	de 100 ppt al 0,01 %

10

Por ejemplo, el gas no condensable 145 del condensador puede tener la siguiente composición.

Tal como se ha descrito anteriormente, la composición del gas no condensable 145 cambia de manera significativa de acuerdo con la cantidad del gas de purga inactivo.

15

[Tabla 47]

Tabla 47

Peso molecular promedio 37,56	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
CO	del 0,01 al 60 %	del 0,1 al 50 %	del 0,5 al 40 %
CO ₂	del 0,01 al 60 %	del 0,1 al 50 %	del 0,5 al 40 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 37,56	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CH ₄	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 2 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,5 %
N ₂	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 10 ppm al 2 %)	de 50 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
AD	del 0,1 al 90 %	del 1 al 80 %	del 5 al 70 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	de 100 ppm al 50 %	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 5 %
MA	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,0001 al 2 %)	del 0,001 al 1 %	del 0,01 al 0,1 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,0001 al 2 %)	del 0,001 al 1 %	del 0,01 al 0,1 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 10 %)	de 1 ppm al 2 %	de 10 ppm al 1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,05 %
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, la corriente inferior (13B) (la línea 146) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 48]

5

Tabla 48

Peso molecular promedio 18,02	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 100 a 700 ppm
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
H ₂ O	del 90 al 100 %	del 98 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %

Peso molecular promedio 18,02	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

En la segunda etapa de separación de aldehído (etapa de destilación o columna de destilación) (13), se puede destilar al menos una parte del refinado 132 rico en yoduro de metilo en lugar de al menos una parte del extracto de agua 131; se pueden destilar al menos una parte del extracto de agua 131 y al menos una parte del refinado 132 para formar el producto de cabeza (13A) que contiene acetaldehído. Como columna de destilación de la quinta etapa de destilación (13), se puede usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas.

(14) Etapa de separación de alcano (etapa de destilación, octava columna de destilación)

En la etapa de separación de alcano (etapa de destilación) (14), un alcano se separa de la parte 41 de la fase superior y/o la parte 40 de la fase inferior formada en la etapa de separación en líquido-líquido (10). De manera específica, en esta realización, la parte 40 de la fase inferior (fase orgánica o fase pesada rica en yoduro de metilo) se destila en la etapa de separación de alcano (etapa de destilación) (14) para dar un séptimo producto de cabeza (14A) extraído de una parte de arriba o superior de la columna a través de una línea de extracción 151 y una corriente inferior (14B) extraída a través de una línea de fondo 152.

Una parte de la corriente inferior (14B) que contiene un alcano se puede calentar para reciclarse a la etapa de separación de alcano (etapa de destilación) (14) y la parte residual de la corriente inferior (14B) se puede enviar a una unidad incineradora para la incineración.

El séptimo producto de cabeza (14A), que contiene acetaldehído y yoduro de metilo, se enfría y condensa en un condensador en una línea de extracción 151 para formar un condensado y un gas no condensable. El condensado se mantiene en un tanque T8, una parte del condensado se devuelve a la etapa de separación de alcano (etapa de destilación) (14) para su reflujo y la parte residual del condensado se recicla al reactor (1). El gas no condensable se mezcla, a través de una línea 113, con el gas no condensable del decantador S2 de la etapa de separación en líquido-líquido (10) y la mezcla se enfría y se condensa en un condensador.

Por ejemplo, la composición del séptimo producto de cabeza (14A) (la línea 151) puede ser sustancialmente igual a (o similar a) la composición de la fase orgánica 39 en el decantador S2.

Por ejemplo, la corriente inferior (14B) (la línea 152) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 49]

Tabla 49

Peso molecular promedio 119,79	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm

Peso molecular promedio 119,79	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,05 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 2 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 2 % (por ejemplo, del 0,01 al 2 %)	del 0,05 al 1 %	del 0,08 al 0,5 %
MeOH	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,3 %
MeI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 5 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
Alcano (C ₄ a C ₂₀)	del 1 al 99 %	del 10 al 80 %	del 20 al 70 %
MA	del 1 al 40 %	del 4 al 30 %	del 7 al 20 %
H ₂ O	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 3 %
AcOH	del 0,1 al 30 %	del 0,3 al 20 %	del 0,5 al 15 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 500 ppm	de 1 a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 100 ppm	de 3 a 30 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 100 ppm al 0,1 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,5 %)	de 10 ppm al 0,2 %	de 50 ppm al 0,1 %
Li	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm
Rh	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 0,1 ppm)	de 0,1 ppt a 0,01 ppm	de 1 ppt a 0,001 ppm

Como columna de destilación de la octava etapa de destilación o etapa de separación de alcano (14), se puede usar una columna de placas, una columna empaquetada u otras columnas.

- 5 Entre las etapas (10) a (14) mencionadas anteriormente, la sección de separación (9) normalmente comprende al menos la etapa de separación en líquido-líquido (10), la primera etapa de separación de aldehído o la etapa de destilación (11), la etapa de extracción (12) y la primera etapa de separación de aldehído o la etapa de destilación (13).
- 10 (15) Sección de tratamiento de gases residuales (o grupo de etapas o grupo de unidades)
El gas residual producido a partir del proceso descrito anteriormente también contiene componentes útiles, tales como monóxido de carbono y yoduro de metilo. Por tanto, preferentemente, el gas residual se trata en la sección de tratamiento de gases residuales (15) para dar los componentes útiles que, a continuación, se recogen. La sección de tratamiento de gases residuales (15) puede comprender, por ejemplo, las etapas de: (16) absorber el gas residual con el disolvente de absorción a alta presión (una etapa de absorción a alta presión), (17) absorber el gas residual con el disolvente de absorción a baja presión (una etapa de absorción a baja presión) y (18) difundir un componente gaseoso absorbido en las etapas de absorción (16) y (17) (una etapa de difusión).

20 Los ejemplos del disolvente de absorción a usar pueden incluir un disolvente basado en ácido acético y un disolvente basado en metanol. Por ejemplo, el disolvente basado en ácido acético puede tener la siguiente

composición.

[Tabla 50]

5

Tabla 50

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MeI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
H ₂ O	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 2 %	del 0,1 al 1 %
AcOH	del 80 al 100 %	del 90 al 99,99 %	del 98 al 99,9 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 a 300 ppm)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 200 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
AcA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, el disolvente basado en metanol puede tener la siguiente composición.

[Tabla 51]

Tabla 51

	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MeOH	del 95 al 100 %	del 98 al 99,999 %	del 99 al 99,99 %
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt al 0,01 %	de 100 ppt al 0,001 %
MA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 10 ppm al 0,05 %	de 100 ppm al 0,01 %
AcOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 a 300 ppm)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 200 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
AcA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 30 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 50 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb
Fe	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,5 ppm	de 100 ppt a 0,1 ppm

- 5 Por otra parte, el yoduro de metilo Mel, el acetato de metilo MA, el ácido acético AcOH, el yoduro de hidrógeno HI, el ácido fórmico FrOH, el ácido propiónico PrOH, el anhídrido acético AcA, el litio Li y el radio Rh normalmente no se detectan a partir del disolvente basado en metanol.

(16) Etapa de absorción a alta presión

- 10 En la sección de tratamiento de gases residuales (15), el gas no condensable (el gas residual rico en monóxido de carbono y yoduro de metilo) 11 del reactor (1) se pone en contacto con un ácido acético 197 como disolvente de absorción en la columna de absorción a alta presión (16) de la etapa de absorción a alta presión o primera etapa de absorción (16) y la mezcla se limpia para formar una corriente de cabeza 171 y una corriente de ácido acético de

fondo o inferior 174; la corriente de cabeza 171 es rica en monóxido de carbono y la corriente de ácido acético de fondo o inferior 174 es rica en yoduro de metilo, acetato de metilo y agua. Una parte 172 de la corriente de cabeza (o corriente de gas) 171 se alimenta al vaporizador instantáneo (columna de separación de catalizador) (2) y la parte residual 173 de la corriente de cabeza 171 se alimenta a un hervidor y se usa como fuente de calor para el proceso o se descarga a la atmósfera a partir de una chimenea de gas residual o una chimenea de ventilación. La parte residual 173 de la corriente de cabeza 171 se puede incinerar o recoger. La corriente de ácido acético de fondo o inferior 174 se alimenta a la columna de difusión (18).

5

Por ejemplo, la corriente de cabeza 171 puede tener la siguiente composición.

10

[Tabla 52]

Tabla 52

Peso molecular promedio 26,22	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 2,5 %)	del 0,01 al 2 %	del 0,1 al 1 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 90 %	del 10 al 85 %
CO ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,01 al 5 %)	del 0,1 al 3 %	del 0,2 al 2 %
CH ₄	del 0,01 al 15 %	del 0,1 al 10 %	del 1 al 6 %
N ₂	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 15 %	del 1 al 10 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, del 0,001 al 1 %)	del 0,01 al 0,5 %	del 0,02 al 0,2 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 0 al 90 % (por ejemplo, del 1 al 90 %)	del 5 al 80 % (por ejemplo, del 10 al 70 %)	del 20 al 50 %
MA	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 2 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
AcOH	del 0 al 10 % (por ejemplo, del 0,001 al 10 %)	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,5 %)	de 1 ppm al 0,2 %	de 10 ppm al 0,1 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm

15 Por ejemplo, la corriente de ácido acético de fondo 174 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 53]

Tabla 53

Peso molecular promedio 59,64	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
Mel	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %
MA	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %
H ₂ O	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %
AcOH	del 80 al 99,9 %	del 90 al 99,5 %	del 97 al 99 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 200 ppm	de 10 a 100 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 300 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 20 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb

5 (17) Etapa de absorción a baja presión

El gas no condensable (el gas no licuado en el decantador S2) 37, que no se condensa en el condensador de la primera etapa de destilación (3), y el gas no condensable (el gas residual rico en ácido acético, yoduro de metilo y acetato de metilo) 30 del vaporizador instantáneo (columna de separación de catalizador) (2) se mezclan entre sí para dar una mezcla (o gas mixto) 176. La mezcla 176 se pone en contacto y se limpia con un ácido acético 196 como disolvente de absorción en la columna de absorción a baja presión (17) de la etapa de absorción a baja presión o la segunda etapa de absorción (17), formando de ese modo una corriente de cabeza 181 y una corriente de ácido acético de fondo 182; la corriente de cabeza 181 es rica en monóxido de carbono, dióxido de carbono y nitrógeno y la corriente de ácido acético de fondo 182 es rica en ácido acético, yoduro de metilo y acetato de metilo. La corriente de cabeza 181 se mezcla con la corriente de cabeza 171 de la columna de absorción a alta presión (16) y el gas mixto resultante 173 se alimenta a una hervidor y se usa como fuente de calor para el proceso. Una parte 184 de la corriente de ácido acético de fondo 182 se mezcla con una parte de la corriente de ácido acético de fondo o inferior 174 de la columna de absorción a alta presión (16) y las mezclas resultantes se alimentan al vaporizador instantáneo (columna de separación de catalizador) (2). La parte residual 183 de la corriente de ácido acético de fondo o inferior 182 se mezcla con la corriente de ácido acético de fondo 175 de la columna de absorción a alta

ES 2 792 108 T3

presión (16) y la corriente de ácido acético mixto 185 resultante se alimenta a la columna de difusión (18).

Por ejemplo, la mezcla (o gas mixto) 176 puede tener la siguiente composición.

5 [Tabla 54]

Tabla 54

Peso molecular promedio 41,94	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0,01 al 5 %	del 0,05 al 2 %	del 0,1 al 1 %
CO	del 1 al 99 %	del 5 al 80 %	del 10 al 70 %
CO ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 15 %
CH ₄	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
AD	del 0 al 10 % (por ejemplo, del 0,001 al 7 %)	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 3 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 20 al 80 %
MA	del 0,01 al 40 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0 al 20 % (por ejemplo, del 0,01 al 20 %)	del 0,02 al 10 %	del 0,05 al 1 %
AcOH	del 0 al 10 % (por ejemplo, del 0,001 al 10 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,03 al 0,5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 100 ppt al 0,01 %	de 10 ppb a 1 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 10 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppb a 100 ppm)	de 0,1 ppb a 10 ppm	de 1 ppb a 1 ppm

Por ejemplo, la corriente de cabeza (la línea 181) puede tener la siguiente composición.

10

[Tabla 55]

Tabla 55

Peso molecular promedio 26,57	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 26,57	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
H ₂	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %	del 0,2 al 2 %
CO	del 10 al 90 %	del 20 al 80 %	del 40 al 75 %
CO ₂	del 0,1 al 40 %	del 1 al 30 %	del 5 al 20 %
CH ₄	del 0,1 al 20 %	del 0,5 al 15 %	del 1 al 10 %
N ₂	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %	del 2 al 10 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 1 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 a 100 ppm
MA	del 0 al 5 % (por ejemplo, del 0,001 al 5 %)	del 0,01 al 1 %	del 0,05 al 0,5 %
H ₂ O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
AcOH	del 0 al 30 % (por ejemplo, del 0,001 al 30 %)	del 0,01 al 10 %	del 0,1 al 5 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb al 0,01 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 10 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm

Por ejemplo, la corriente de ácido acético de fondo (la línea 182) puede tener la siguiente composición.

[Tabla 56]

5

Tabla 56

Peso molecular promedio 63,17	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 3 %)	de 10 ppm al 1 %	de 50 ppm al 0,5 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
Mel	de 100 ppm al 30 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 15 %
MA	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 63,17	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
H ₂ O	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 1 %
AcOH	del 70 al 99 %	del 80 al 98 %	del 85 al 95 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,5 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 300 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 20 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb

(18) Etapa de difusión

- En la columna de difusión (columna de agotamiento) de la etapa de difusión (18), la corriente de ácido acético mixto 185 se destila y se separa para formar una corriente de cabeza 191 y una corriente de ácido acético de fondo 194; la corriente de cabeza 191 es rica en yoduro de metilo y ácido acético (y también contiene acetato de metilo, acetaldehído u otros compuestos) y la corriente de ácido acético de fondo 194 es rica en ácido acético, acetato de metilo y agua. Una primera parte de la corriente de ácido acético de fondo 194 se calienta mediante una unidad de calentamiento y se devuelve a una parte inferior de la columna de difusión (18). Una segunda parte (o parte residual) de la corriente de ácido acético de fondo 194 se mezcla con una parte 65 del condensado (una parte del condensado que es rica en ácido acético y se mantiene en el tanque de mantenimiento T3) del tercer producto de cabeza 61 de la tercera columna de destilación (6), formando una mezcla 195. Una parte 197 de la mezcla resultante 195 se recicla a una parte superior de la columna de absorción a alta presión (16) y la parte residual 196 de la mezcla 195 se recicla a una parte superior de la columna de absorción a baja presión (17).
- La corriente de cabeza 191 se enfría y se condensa en un condensador para formar un gas no condensable 192 y un condensado 193. El gas no condensable 192 (una corriente rica en yoduro de metilo y monóxido de carbono y que también contiene dióxido de carbono, metano, acetato de etilo, acetaldehído u otros compuestos) se mezcla con el gas no condensable del decantador 52 de la etapa de separación en líquido-líquido (10) y la mezcla se enfría y se condensa en un condensador. El condensado (una corriente rica en yoduro de metilo, ácido acético y acetato de metilo y que también contiene agua, acetaldehído u otros compuestos) 193 de la corriente de cabeza 191 se alimenta al tanque de mantenimiento T1 para el mantenimiento de los condensados 26, 28 de la fase volátil 24 del vaporizador instantáneo (columna de separación de catalizador) (2). El condensado 193 se recicla al reactor (1) a través del tanque de mantenimiento T1. El condensado 193 se puede reciclar directamente al reactor (1).
- Por ejemplo, la corriente de ácido acético mixto 185 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 57]

Tabla 57

Peso molecular promedio 62,31	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,2 %

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 62,31	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
Mel	de 100 ppm al 30 %	del 0,1 % al 20 %	del 1 al 15 %
MA	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %
H ₂ O	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 1 %
AcOH	del 70 al 99 %	del 80 al 98 %	del 85 al 95 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,5 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 0,1 %)	de 5 a 100 ppm	de 10 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 300 ppm	de 10 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb

Por ejemplo, la corriente de cabeza 191 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 58]

5

Tabla 58

Peso molecular promedio 95,18	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 2 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
CO	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
CO ₂	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
CH ₄	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 1 ppm al 5 %)	de 10 ppm al 2 %	de 100 ppm al 1 %
N ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 2 %)	de 1 ppm al 1 %	de 10 ppm al 0,1 %
AD	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 2 %	del 0,1 al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
Mel	del 5 al 99 %	del 10 al 90 %	del 30 al 80 %
MA	del 0,01 al 30 %	del 0,1 al 20 %	del 1 al 10 %
H ₂ O	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
AcOH	del 0,1 al 50 %	del 1 al 40 %	del 5 al 30 %

Peso molecular promedio 95,18	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb al 0,01 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt al 0,1 %)	de 10 ppt a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm

Por ejemplo, la corriente de ácido acético de fondo 194 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 59]

5

Tabla 59

Peso molecular promedio 59,59	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,5 %	de 100 ppb al 0,3 %
CO ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,5 %	de 100 ppb al 0,3 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
AD	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
Mel	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
MA	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,5 %	de 100 ppb al 0,1 %
H ₂ O	del 0 al 5 % (por ejemplo, de 10 ppm al 5 %)	de 100 ppm al 2 %	del 0,1 al 1 %
AcOH	del 80 al 100 %	del 90 al 99,99 %	del 98 al 99,9 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 0,5 %)	de 1 ppb al 0,1 %	de 10 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 a 100 ppm)	de 5 a 1.000 ppm	de 10 a 300 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 0,1 %)	de 1 a 1.000 ppm	de 10 a 200 ppm

ES 2 792 108 T3

Peso molecular promedio 59,59	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb a 100 ppm)	de 10 ppb a 10 ppm	de 100 ppb a 5 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,01 ppt a 100 ppb)	de 1 ppt a 10 ppb	de 10 ppt a 1 ppb

Por ejemplo, la composición de las partes 197, 196 de la mezcla 195 puede ser sustancialmente igual a la composición de la corriente de ácido acético de fondo 194.

- 5 Por ejemplo, el gas no condensable 192 de la corriente de cabeza 191 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 60]

Tabla 60

Peso molecular promedio 73,51	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 10 ppb al 10 %), por ejemplo, de 10 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 20 ppb al 2 %) o menos del 7 % (por ejemplo, de 1 ppt al 5 %), por ejemplo, menos del 3,6 % (por ejemplo, de 0,1 ppb al 2 %), por ejemplo, de 1 ppb al 1 % (por ejemplo, de 10 ppb al 0,5 %)	de 30 ppb al 1 % (por ejemplo, de 100 ppb al 0,1 %) o de 20 ppb al 0,3 %	de 500 ppb a 500 ppm (por ejemplo, de 1 a 100 ppm) o de 50 ppb al 0,1 % (por ejemplo, de 100 ppb a 200 ppm)
H ₂	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,2 %
CO	del 0,1 al 90 %	del 1 al 60 %	del 5 al 30 %
CO ₂	del 0,1 al 90 %	del 1 al 60 %	del 5 al 30 %
CH ₄	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
N ₂	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,3 al 3 %
AD	de 100 ppm al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 5 ppm al 0,5 %	de 10 ppm al 0,1 %
MeI	del 1 al 95 %	del 10 al 90 %	del 40 al 80 %
MA	del 0,01 al 20 %	del 0,1 al 10 %	del 0,5 al 5 %
H ₂ O	de 10 ppm al 5 %	de 100 ppm al 2 %	de 500 ppm al 1 %
AcOH	de 10 ppm al 10 %	de 100 ppm al 5 %	del 0,1 al 2 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 1 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb al 0,01 %
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,5 %)	de 0,1 ppm al 0,1 %	de 1 ppm al 0,01 %
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb al 0,01 %	de 100 ppb al 0,001 %
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,1 ppm al 1 %)	de 1 ppm al 0,1 %	de 5 ppm al 0,05 %
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppt a 10 ppm

Peso molecular promedio 73,51	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1 ppm)	de 10 ppt a 0,1 ppm	de 100 ppt a 0,01 ppm

Por ejemplo, el condensado 193 de la corriente de cabeza 191 puede tener la siguiente composición.

[Tabla 61]

5

Tabla 61

Peso molecular promedio 97,27	Intervalo	Intervalo preferido	Intervalo más preferido
O ₂	el 10 % o menos (por ejemplo, de 0,1 ppb al 10 %), por ejemplo, de 0,2 ppb al 3,6 % (por ejemplo, de 1 ppb al 2 %)	menos del 1 % (por ejemplo, de 1 ppt a 1.000 ppm), por ejemplo, menos de 700 ppm (por ejemplo, de 1 ppt a 500 ppm)	de 10 ppt a 300 ppm, por ejemplo, de 100 ppt a 100 ppm
H ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
CO	del 0 al 2 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1 %	de 100 ppm al 0,5 %
CO ₂	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 1 %	de 50 ppm al 0,5 %
CH ₄	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
N ₂	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
AD	del 0 al 3 % (por ejemplo, de 1 ppm al 2 %)	de 10 ppm al 1,5 %	de 100 ppm al 1 %
MeOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppm al 1 %)	de 10 ppm al 0,5 %	de 50 ppm al 0,1 %
Mel	del 10 al 95 %	del 30 al 90 %	del 50 al 80 %
MA	del 0,1 al 30 %	del 1 al 20 %	del 3 al 10 %
H ₂ O	del 0,001 al 10 %	del 0,01 al 5 %	del 0,1 al 2 %
AcOH	del 1 al 70 %	del 5 al 50 %	del 10 al 35 %
HI	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,5 %)	de 10 ppb al 0,1 %	de 100 ppb a 100 ppm
FrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 100 ppm	de 1 a 50 ppm
PrOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 0,01 ppm al 0,1 %)	de 0,1 a 300 ppm	de 1 a 100 ppm
DME	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 20 ppm
(CH ₃) ₂ C=O	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EtOH	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
EA	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Etl	del 0 al 1 % (por ejemplo, de 1 ppb al 0,1 %)	de 10 ppb a 100 ppm	de 100 ppb a 50 ppm
Li	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb
Rh	del 0 al 0,1 % (por ejemplo, de 0,1 ppt a 1.000 ppb)	de 1 ppt a 100 ppb	de 10 ppt a 10 ppb

La sección de tratamiento de gases residuales (15) normalmente comprende al menos una etapa de absorción seleccionada de la etapa de absorción a alta presión (16) y la etapa de absorción a baja presión (17) entre estas etapas (16) a (18).

10

Ejemplos

Los siguientes ejemplos pretenden describir la presente invención con más detalle y, de ningún modo, se deben interpretar como una definición del alcance de la invención.

5

En los ensayos de corrosión, se usaron las siguientes piezas de ensayo.

[Pieza de ensayo]

Zr: circonio, fabricado por ATI Japan

10 HB2: HASTELLOY B2 (aleación basada en níquel), fabricada por Oda Koki Co., Ltd.

HC276: HASTELLOY C (aleación basada en níquel), fabricada por Oda Koki Co., Ltd.

SUS316: acero inoxidable, fabricado por Oda Koki Co., Ltd.

Se evaluaron los siguientes elementos de ensayo para determinar la corrosión.

15

[Velocidad de corrosión de la pieza de ensayo]

El peso de cada pieza de ensayo después del ensayo de corrosión se midió para determinar la velocidad de corrosión. De manera específica, la disminución en cuanto al peso de la pieza de ensayo por la corrosión se midió para determinar la velocidad de corrosión de la pieza de ensayo al año y la velocidad de corrosión se convirtió en la disminución en cuanto al espesor (mm) de la pieza de ensayo al año (unidad: "mm/año"), evaluando, por tanto, la cantidad de corrosión (velocidad de corrosión).

20

[Presencia de corrosión parcial]

Se observó visualmente la presencia de corrosión parcial de cada pieza de ensayo. Por otra parte, la "corrosión parcial" incluye la corrosión por gotas, corrosión por picadura y corrosión por puntos.

25

[Grado de coloración]

El APHA (número de color Hazen) de una mezcla se midió de acuerdo con las normas industriales japonesas (JIS en inglés). Un valor de APHA mayor significa un mayor grado de coloración.

30

[Composiciones (relaciones de componentes) de fase líquida y fase gaseosa]

En las composiciones (relaciones de componentes) mostradas en los Ejemplos comparativos y en los Ejemplos y las Tablas, las concentraciones de materia orgánica y agua se midieron mediante cromatografía de gases y la concentración de yoduro de litio (LiI) se midió mediante análisis de absorción atómica. La concentración de yoduro de hidrógeno (HI) se calculó restando la concentración de un ion yoduro derivado de un ion yoduro de la concentración total de ion yoduro (I⁻). La cantidad total de componentes en cada una de las fases líquida y gaseosa, incluyendo impurezas y componentes secundarios (o trazas), es del 100 %. A este respecto, el total de los componentes que se muestran en las Tablas puede ser irregular con el 100 % en algunos casos debido a un error de análisis y al redondeo hacia arriba o hacia abajo de cifras significativas (o de un número de dígitos predeterminado).

35

40

Por otra parte, en cuanto a cada uno de los componentes gaseosos no condensables (hidrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono, metano, nitrógeno, oxígeno) distintos del yoduro de metilo, cuando un componente tenía una concentración de menos del 1 % en peso y menos del 1 % en volumen, la concentración del componente se redondeaba a dos dígitos significativos; cuando un componente tenía una concentración del 1 % en peso o más y del 1 % en volumen o más, la concentración del componente se redondeaba al número entero más cercano.

45

Ejemplos comparativos 1 a 14 y Ejemplos 1 a 22

Ejemplo comparativo 1

50 En un autoclave (capacidad: 500 ml) preparado de circonio Zr, se cargaron 39 g de MeI, 6,3 g de agua, 0,003 g de HI, 8,4 g de MA, 207 g de ácido acético, 0,03 g de PA y 46 g de LiI y una pieza de ensayo (tamaño: 36 mm x 25 mm x 2,5 mm) se ajustó en el autoclave y el autoclave se cerró con una tapa. El oxígeno disuelto en el líquido en el autoclave se reemplazó mediante el burbujeo de gas de nitrógeno N₂ y, a continuación, se alimentaron al autoclave 0,003 g de DME y 0,06 g de AD. El aumento de la presión del autoclave de la presión atmosférica a 1 MPa con gas de nitrógeno N₂ y, a continuación, la liberación de la presión a la presión atmosférica se realizaron tres veces; asimismo, el aumento de la presión del autoclave a 1 MPa con un gas mixto (93 % en volumen de CO, 7 % en volumen de O₂) y, a continuación, la liberación de la presión a la presión atmosférica se realizaron tres veces; y un gas mixto (93 % en volumen de CO, 7 % en volumen de O₂) se inyectó hasta que la presión del autoclave fue de 4 MPa. Después de la inyección del gas mixto, la presión se liberó gradualmente y la concentración de oxígeno en el gas liberado se midió mediante un analizador de oxígeno [un analizador de oxígeno galvánico ("Modelo 1000RS" fabricado por TEKHNE Corporation)] para determinar que la concentración de oxígeno alcanzaba el 7 % en volumen. Posteriormente, la presión del autoclave se liberó a 1 MPa y, a continuación, el autoclave se calentó a 190 °C en un baño de aceite. La presión después del calentamiento se mantuvo a 2,8 MPa. Después de 100 horas en condiciones estables, el autoclave se enfrió a temperatura ambiente y la mezcla de reacción se muestreó de una boquilla del autoclave. La muestra se sometió a análisis de composición para determinar el grado de coloración (APHA). Además, la atmósfera en el autoclave se reemplazó con N₂ y se abrió el autoclave. La pieza de ensayo se extrajo y

60

65

se pesó para determinar la velocidad de corrosión.

La concentración de oxígeno en la fase gaseosa fue del 7 % en volumen. La concentración de oxígeno disuelto en la fase líquida a una presión total de 1 MPa se calculó que era de $7,0 \times 10^{-5}$ g/g mediante Aspen Plus (fabricado por Aspen Technology, Inc.).

Ejemplos comparativos 2 a 11

Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo comparativo 12

Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (93 % en volumen de N_2 , 7 % en volumen de O_2), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo comparativo 13

En el proceso para la producción continua de ácido acético, tal como se muestra en la Fig. 1, se dejó reaccionar metanol con monóxido de carbono (monóxido de carbono que tenía una concentración de oxígeno del 10 % en peso (9 % en volumen)) en un reactor de carbonilación, la mezcla de reacción se alimentó de manera continua, para su evaporación instantánea, del reactor al vaporizador instantáneo para formar una fase menos volátil (una fracción de fondo que contuviera al menos un catalizador de rodio, yoduro de litio, ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno) y una fase volátil (temperatura del líquido de la fracción gaseosa licuada: 140 °C) y la fase volátil se alimentó a una primera columna de destilación.

La fase volátil contenía el 26,8 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 4,5 % en peso de acetato de metilo (MA), el 2,0 % en peso de agua (H_2O), 500 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), 600 ppm en peso de acetaldehído (AD), el 62,8 % en peso de ácido acético, el 0,0070 % en peso (70 ppm en peso) de hidrógeno, el 2 % en peso de monóxido de carbono, el 0,060 % en peso (600 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de metano, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de nitrógeno y oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso).

En un caso donde el vapor y/o líquido de ácido acético entra en un sensor de presión de un medidor de nivel de tipo de presión diferencial para la medición del nivel de líquido del líquido de fondo de la primera columna de destilación, el medidor de nivel puede operar de manera incorrecta. Con el fin de evitar tal problema, se suministraron 9 partes en peso de aire de purga con respecto a 100 partes en peso de la fase volátil alimentada a la primera columna de destilación al lado de la fase gaseosa del medidor de nivel de tipo de presión diferencial.

La fase volátil (100 partes en peso) se alimentó a la primera columna de destilación (número real de placas: 20 placas, placa de alimentación: la 2ª placa desde el fondo) y se destiló en condiciones de una presión manométrica de 150 kPa, una temperatura de fondo de la columna de 143 °C, una temperatura de arriba de la columna de 115 °C y una relación de reflujo en fase ligera de 12. El producto de cabeza resultante se enfrió en un condensador para formar un condensado y un gas no condensable. El condensado (temperatura; 40 °C) se separó en líquido-líquido (o de manera bifásica) en un decantador para formar una fase acuosa (fase ligera) y una fase orgánica (fase pesada) y 1,3 partes en peso de la fase acuosa y 30 partes en peso de la fase orgánica se reciclaron al reactor. Del condensador, se extrajeron 13 partes en peso del gas no condensable (corriente de gas residual).

La composición de cabeza (parte de arriba de la columna) de la primera columna de destilación (la composición del producto de cabeza) fue la siguiente: el 43,2 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 7,5 % en peso de acetato de metilo (MA), el 21,1 % en peso de agua (H_2O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 5,9 % en peso de ácido acético, el 0,010 % en peso (100 ppm en peso) de hidrógeno, el 4 % en peso de monóxido de carbono, el 0,10 % en peso (1.000 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,11 % en peso (1.100 ppm en peso) de metano, el 12 % en peso de nitrógeno, el 6 % en peso (7 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso); y la composición del gas no condensable (corriente de gas residual) del condensador fue la siguiente: el 3,6 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 0,2 % en peso de acetato de metilo (MA), 200 ppm en peso de agua (H_2O), yoduro de hidrógeno (HI) (no medido), 200 ppm en peso de ácido acético, el 0,040 % en peso (400 ppm en peso) de hidrógeno, el 17 % en peso de monóxido de carbono, el 0,50 % en peso de dióxido de carbono, el 0,50 % en peso de metano, el 53 % en peso de nitrógeno, el 25 % en peso (23 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). La composición de la fase acuosa (fase ligera) del condensador fue la siguiente: el 3,3 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 6,6 % en peso de acetato de metilo (MA), el 73,0 % en peso de agua (H_2O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 17,0 % en peso de ácido acético, el 0,0080 % en peso (80 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso); y la composición de la fase orgánica (fase pesada) fue la siguiente: el 86 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 11,1 % en peso de acetato de metilo (MA), el 0,5 % en peso de agua (H_2O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 2,0 % en peso de ácido acético, el 0,0090 % en peso (90 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso).

Una corriente de corte lateral (62,8 partes en peso) de la primera columna de destilación se alimentó a una segunda columna de destilación para su deshidratación y purificación. La composición de la corriente de corte lateral anterior fue la siguiente: el 2,4 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 1,6 % en peso de acetato de metilo (MA), el 1,3 % en peso de agua (H₂O), 45 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 94,6 % en peso de ácido acético, el 0,0090 % en peso (90 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). El resto de la alimentación (fase volátil) se recicló como corriente de fondo al sistema de reacción. La expresión "partes en peso" de un fluido (por ejemplo, una fase volátil, una fase acuosa (fase ligera) y una fase orgánica (fase pesada), una corriente de gas residual, una corriente de corte lateral y una corriente de fondo) indica el caudal por unidad de hora (por hora) (se aplica lo mismo en lo sucesivo en el presente documento).

En tal proceso de reacción continuo, las piezas de ensayo mencionadas anteriormente se colocaron en la placa de alimentación de la primera columna de destilación (la 2ª placa desde el fondo, temperatura: 140 °C) y la parte superior de la columna (la 19ª placa desde el fondo). Después de que se operara el proceso durante 500 horas, cada pieza de ensayo se examinó en un ensayo de corrosión. Se midió el peso de cada pieza de ensayo antes y después del ensayo de corrosión para determinar la cantidad de corrosión.

Además, el ácido acético en bruto (corriente de corte lateral) de la primera columna de destilación se examinó para determinar el APHA.

20 Ejemplo comparativo 14

En el proceso para la producción continua de ácido acético, tal como se muestra en la Fig. 1, se dejó reaccionar metanol con monóxido de carbono (concentración de oxígeno: 10 ppm en peso) en un reactor de carbonilación. De la misma manera que en el Ejemplo comparativo 13, se destiló una fase volátil de un vaporizador instantáneo en una primera columna de destilación y se alimentaron 100 partes en peso de una corriente de corte lateral de la primera columna de destilación a una segunda columna de destilación para su deshidratación y purificación. En un caso donde el vapor y/o líquido de ácido acético entra en un sensor de presión de un medidor de nivel de tipo de presión diferencial para la medición del nivel de líquido del líquido de fondo de la segunda columna de destilación, el medidor de nivel puede operar de manera incorrecta. Con el fin de evitar tal problema, se suministraron 11 partes en peso de aire de purga con respecto a 100 partes en peso de la corriente de corte lateral alimentada al lado de la fase gaseosa del medidor de nivel de tipo de presión diferencial.

En la segunda columna de destilación (número real de placas: 50 placas, distancia o espacio de sitio entre una placa de alimentación y una placa de la que se extrae el vapor de la parte de arriba de una columna: 15 placas como placas reales), la destilación se llevó a cabo a una presión manométrica de arriba de la columna de 200 kPa, una temperatura de fondo de la columna de 161 °C, una temperatura de arriba de la columna de 150 °C y una relación de reflujo de 0,5 (cantidad de reflujo/cantidad de destilado).

De la parte de arriba de la segunda columna de destilación, se extrajeron 60 partes en peso de un producto de cabeza. El producto de cabeza tenía una composición que contenía el 6,3 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 4,1 % en peso de acetato de metilo (MA), el 3,3 % en peso de agua (H₂O), 10 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), 0 ppm en peso de hidrógeno, el 0,00010 % en peso (1,0 ppm en peso) de monóxido de carbono, 0 ppm en peso de dióxido de carbono, 0 ppm en peso de metano, el 14 % en peso de nitrógeno, el 4 % en peso (7 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios y el resto fue ácido acético.

El producto de cabeza de la segunda columna de destilación se enfrió en un condensador y el condensado resultante se mantuvo en un tanque de reflujo. Una parte (32 partes en peso) del condensado en el tanque se extrajo y se recicló al sistema de reacción. Una parte (16 partes en peso) del condensado se devolvió a la segunda columna de destilación para su reflujo a una relación de reflujo de 0,5, tal como se ha mencionado anteriormente. El condensado tenía una composición que contenía el 7,7 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 5,0 % en peso de acetato de metilo (MA), el 4,1 % en peso de agua (H₂O), 9 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 0,0070 % en peso (70 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios y el resto fue ácido acético. Del condensador, se extrajeron 11 partes en peso de un gas no condensable. El gas no condensable tenía una composición que tenía el 22 % en peso (20 % en volumen) de oxígeno y el 78 % en peso (70 % en volumen) de nitrógeno y cantidades insignificantes de otros componentes.

Un ácido acético en bruto obtenido mediante la deshidratación y purificación se extrajo como corriente de fondo de la segunda columna de destilación. La corriente de fondo (ácido acético en bruto) tenía una composición que contenía 6 ppb en peso de yoduro de metilo (MeI), el 0,05 % en peso de agua (H₂O), 4 ppb en peso de yoduro de hidrógeno (HI), 6 ppm en peso de acetato de metilo (MA) y otros componentes secundarios (que contenían oxígeno) y el resto fue ácido acético. La expresión "partes en peso" de un fluido (por ejemplo, un líquido de alimentación, un producto de cabeza (destilado), una corriente de gas residual y una corriente de fondo) indica el caudal por unidad de hora (por hora) (se aplica lo mismo en lo sucesivo en el presente documento).

En tal proceso de reacción continuo, las piezas de ensayo mencionadas anteriormente se colocaron en la 2ª placa desde el fondo (una placa por encima de una línea de purga de aire) de la segunda columna de destilación y la parte de arriba de la columna (la 50ª placa desde el fondo) de la segunda columna de destilación y se dejaron durante 500

horas y cada pieza de ensayo se examinó en una ensayo de corrosión. Se midió el peso de cada pieza de ensayo antes y después del ensayo de corrosión para determinar la cantidad de corrosión.

5 Además, el líquido de alimentación a la segunda columna de destilación (la corriente de corte lateral de la primera columna de destilación) y la corriente de fondo (ácido acético en bruto) de la segunda columna de destilación se examinaron para determinar el APHA.

Ejemplos 1 a 10

10 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,010 % en volumen y monóxido de carbono CO como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo 11

15 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (95 % en volumen de CO, 5 % en volumen de O₂), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron. La concentración de oxígeno en la fase gaseosa fue del 1 % en volumen. La concentración de oxígeno disuelto en la fase líquida a una presión total de 140 kPa se calculó que era de $4,0 \times 10^{-6}$ g/g mediante Aspen Plus (fabricado por Aspen Technology, Inc.).

Ejemplo 12

20 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (99 % en volumen de CO, 1 % en volumen de O₂), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo 13

25 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,00010 % en volumen (1,0 ppm en volumen) y monóxido de carbono CO como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron. Dado eso, hasta que la concentración de oxígeno en un gas liberado era de 1,0 ppm en volumen, se repitieron cuatro veces una presurización a 1 MPaG con un gas mixto (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,00010 % en volumen y monóxido de carbono CO como resto) y una liberación de presión a la presión atmosférica. Es decir, como resultado, la presurización a 1 MPaG y la liberación de presión a la presión atmosférica se repitieron siete veces en total y, posteriormente, la presión se aumentó a 4 MPa y, a continuación, se liberó. La concentración de oxígeno en el gas liberado se midió mediante un analizador de oxígeno para determinar que la concentración de oxígeno alcanzaba 1,0 ppm en volumen. A continuación, el ensayo de corrosión se realizó de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1.

Ejemplo 14

30 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,10 % en volumen y nitrógeno N₂ como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo 15

35 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,010 % en volumen y nitrógeno N₂ como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo 16

40 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,0010 % en volumen y nitrógeno N₂ como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron. Dado eso, hasta que la concentración de oxígeno en un gas liberado era del 0,0010 % en volumen, se repitieron tres veces una presurización a 1 MPaG con un gas mixto (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,0010 % en volumen y N₂ como resto) y una liberación de presión a la presión atmosférica. Es decir, como resultado, la liberación de presión a la presión atmosférica y la presurización a 1 MPaG se repitieron seis veces en total y, posteriormente, la presión se aumentó a 4 MPa y, a continuación, se liberó. La concentración de oxígeno en el gas liberado se midió mediante un analizador de oxígeno para determinar que la concentración de oxígeno alcanzaba el 0,0010 % en volumen. A continuación, el ensayo de corrosión se realizó de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1.

Ejemplo 17

45 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía el 2 % en volumen

de H₂, el 15 % en volumen de CO₂, el 7 % en volumen de CH₄, el 8 % en volumen de N₂, el 0,010 % en volumen de O₂ y monóxido de carbono CO como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron.

Ejemplo 18

5 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,00010 % en volumen (1,0 ppm en volumen) y monóxido de carbono CO como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron. Dado eso, hasta que la concentración de oxígeno en un gas liberado era de 1,0 ppm en volumen, se repitieron cuatro veces una presurización a 1 MPaG con un gas mixto (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,00010 % en volumen y monóxido de carbono CO como resto) y una liberación de presión a la presión atmosférica. Es decir, como resultado, la liberación de presión a la presión atmosférica y la presurización a 1 MPaG se repitieron siete veces en total y, posteriormente, la presión se aumentó a 4 MPa y, a continuación, se liberó. La concentración de oxígeno en el gas liberado se midió mediante un analizador de oxígeno para determinar que la concentración de oxígeno alcanzaba 1,0 ppm en volumen. A continuación, el ensayo de corrosión se realizó de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1.

Ejemplo 19

20 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, excepto que la composición de alimentación, la composición del gas de alimentación (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,000010 % en volumen (0,10 ppm en volumen) y monóxido de carbono CO como resto), la presión y la temperatura de calentamiento cambiaron. Dado eso, hasta que la concentración de oxígeno en un gas liberado era de 0,10 ppm en volumen, se repitieron cuatro veces una presurización a 1 MPaG con un gas mixto (un gas mixto que contenía oxígeno O₂ a una concentración del 0,000010 % en volumen y monóxido de carbono CO como resto) y una liberación de presión a la presión atmosférica. Es decir, como resultado, la liberación de presión a la presión atmosférica y la presurización a 1 MPaG se repitieron siete veces en total y, posteriormente, la presión se aumentó a 4 MPa y, a continuación, se liberó. La concentración de oxígeno en el gas liberado se midió mediante un analizador de oxígeno para determinar que la concentración de oxígeno alcanzaba 0,10 ppm en volumen. A continuación, el ensayo de corrosión se realizó de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1.

Ejemplo 20

30 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 13, excepto que la concentración de oxígeno en la fase volátil del vaporizador instantáneo cambió del 3 % en peso al 0,1 % en peso mediante la regulación de la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono alimentado al reactor de carbonilación. Mediante la reducción de la concentración de oxígeno en el monóxido de carbono se cambiaba la composición de la fase volátil alimentada a la primera columna de destilación. La fase volátil contenía el 27,6 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 4,6 % en peso de acetato de metilo (MA), el 2,0 % en peso de agua (H₂O), 450 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 64,6 % en peso de ácido acético, el 0,0070 % en peso (70 ppm en peso) de hidrógeno, el 0,60 % en peso (6000 ppm en peso) de monóxido de carbono, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de metano, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de nitrógeno, el 0,30 % en peso (0,60 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). Además, la composición de cabeza (parte de arriba de la columna) de la primera columna de destilación (la composición del producto de cabeza) fue la siguiente: el 54,2 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 9,4 % en peso de acetato de metilo (MA), el 26,5 % en peso de agua (H₂O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 7,3 % en peso de ácido acético, el 0,010 % en peso (100 ppm en peso) de hidrógeno, el 1 % en peso de monóxido de carbono, el 0,14 % en peso (1.400 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,15 % en peso (1.500 ppm en peso) de metano, el 0,15 % en peso (1.500 ppm en peso) de nitrógeno, el 0,20 % en peso (2.000 ppm en peso) (0,30 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). Del condensador, para el enfriamiento de la parte de arriba de la columna, se extrajeron 1,4 partes en peso de un gas no condensable (corriente de gas residual). La composición del gas no condensable fue la siguiente: el 35 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 2,0 % en peso de acetato de metilo (MA), 1.000 ppm en peso de agua (H₂O), yoduro de hidrógeno (HI) (no medido), 700 ppm en peso de ácido acético, el 0,50 % en peso (5.000 ppm en peso) de hidrógeno, el 41 % en peso de monóxido de carbono, el 5 % en peso de dióxido de carbono, el 5 % en peso de metano, el 5 % en peso de nitrógeno, el 6 % en peso (6 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). El condensado del producto de cabeza se separó en líquido-líquido en un decantador para formar una fase acuosa (fase ligera) y una fase orgánica (fase pesada) y se reciclaron 1,4 partes en peso de la fase acuosa y 30 partes en peso de la fase orgánica al reactor. La corriente de fondo (3 partes en peso) de la primera columna de destilación se recicló al reactor y el resto de la alimentación (fase volátil) se extrajo como corriente de corte lateral de la primera columna de destilación. Las composiciones de estas corrientes de proceso (la fase acuosa, la fase orgánica y la corriente de corte lateral) fueron sustancialmente iguales a aquellas del Ejemplo comparativo 13.

Ejemplo 21

65 Se realizó un ensayo de corrosión de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 14, excepto que se suministró 1 parte en peso de nitrógeno de purga que contenía el 6 % en peso de oxígeno con respecto a 100 partes en peso de la cantidad de alimentación de la corriente de corte lateral de la primera columna de destilación al lado de la fase gaseosa del medidor de nivel de tipo de presión diferencial para la medición del nivel de líquido del líquido

de fondo de la segunda columna de destilación.

- De la parte de arriba de la segunda columna de destilación, se extrajeron 50 partes en peso de un producto de cabeza. El producto de cabeza tenía una composición que contenía el 7,5 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 4,9 % en peso de acetato de metilo (MA), el 4,0 % en peso de agua (H₂O), 10 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), 0 ppm en peso de hidrógeno, el 0,00010 % en peso (1,0 ppm en peso) de monóxido de carbono, 0 ppm en peso de dióxido de carbono, 0 ppm en peso de metano, el 2 % en peso de nitrógeno, el 0,40 % en peso (0,90 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios y el resto fue ácido acético.
- El producto de cabeza de la segunda columna de destilación se enfrió en un condensador y el condensado resultante se mantuvo en un tanque de reflujo. Una parte (32 partes en peso) del condensado en el tanque se extrajo y se recicló al sistema de reacción. Una parte (16 partes en peso) del condensado se devolvió a la segunda columna de destilación para su reflujo a una relación de reflujo de 0,5. El condensado tenía una composición que contenía el 7,7 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 5,0 % en peso de acetato de metilo (MA), el 4,1 % en peso de agua (H₂O), 9 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 0,00020 % en peso (2,0 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios y el resto fue ácido acético. Del condensador, se extrajo 1 parte en peso de un gas no condensable. El gas no condensable tenía una composición que tenía el 7 % en peso (6 % en volumen) de oxígeno y el 93 % en peso (94 % en volumen) de nitrógeno y cantidades insignificantes de otros componentes. Una corriente de fondo (ácido acético en bruto) de la segunda columna de destilación tenía una composición que contenía 4 ppb en peso de yoduro de metilo (MeI), el 0,05 % en peso de agua (H₂O), 5 ppb en peso de yoduro de hidrógeno (HI), 5 ppm en peso de acetato de metilo (MA) y otros componentes secundarios (que contenían oxígeno) y el resto era ácido acético.

Ejemplo 22

- En el proceso para la producción continua de ácido acético, tal como se muestra en la Fig. 1, se dejó reaccionar metanol con monóxido de carbono (monóxido de carbono que tiene una concentración de oxígeno del 2 % en peso (2 % en volumen)) en un reactor de carbonilación, la mezcla de reacción se alimentó de manera continua del reactor a un vaporizador instantáneo para su evaporación instantánea para formar una fase menos volátil (una fracción de fondo que al menos contuviera un catalizador de rodio, yoduro de litio, ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno) y una fase volátil (temperatura del líquido de la fracción gaseosa licuada: 140 °C). La fase volátil contenía el 27,1 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 4,5 % en peso de acetato de metilo (MA), el 2,0 % en peso de agua (H₂O), 500 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 63,5 % en peso de ácido acético, el 0,0070 % en peso (70 ppm en peso) de hidrógeno, el 2 % en peso de monóxido de carbono, el 0,060 % en peso (600 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de metano, el 0,070 % en peso (700 ppm en peso) de nitrógeno, el 0,30 % en peso (0,70 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso).

- La fase volátil (100 partes en peso) se alimentó a la primera columna de destilación (número real de placas: 20, placa de alimentación: la 2ª placa desde el fondo) y se destiló a una presión manométrica de 150 kPa, una temperatura de fondo de la columna de 143 °C, una temperatura de arriba de la columna de 115 °C y una relación de reflujo en fase ligera de 12. El producto de cabeza resultante de la columna se enfrió en un condensador para formar un condensado y un gas no condensable. El condensado (temperatura: 40 °C) se separó en líquido-líquido en un decantador para formar una fase acuosa (fase ligera) y una fase orgánica (fase pesada) y 1,3 partes en peso de la fase acuosa (fase ligera) y 30 partes en peso de la fase orgánica (fase pesada) se reciclaron al reactor. Del condensador, se extrajeron 4,1 partes en peso del gas no condensable (corriente de gas residual). La composición de cabeza (parte de arriba de la columna) de la primera columna de destilación (la composición del producto de cabeza) fue la siguiente: el 52,4 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 9,1 % en peso de acetato de metilo (MA), el 25,6 % en peso de agua (H₂O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 7,1 % en peso de ácido acético, el 0,010 % en peso (100 ppm en peso) de hidrógeno, el 5 % en peso de monóxido de carbono, el 0,12 % en peso (1.200 ppm en peso) de dióxido de carbono, el 0,14 % en peso (1.400 ppm en peso) de metano, el 0,14 % en peso (1.400 ppm en peso) de nitrógeno, el 0,50 % en peso (0,70 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso); y la composición del gas no condensable (corriente de gas residual) del condensador fue la siguiente: el 15 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 1 % en peso de acetato de metilo (MA), 200 ppm en peso de agua (H₂O), yoduro de hidrógeno (HI) (no medido), 200 ppm en peso de ácido acético, el 0,20 % en peso (2.000 ppm en peso) de hidrógeno, el 71 % en peso de monóxido de carbono, el 2 % en peso de dióxido de carbono, el 2 % en peso de metano, el 2 % en peso de nitrógeno, el 6 % en peso (6 % en volumen) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). La composición de la fase acuosa (fase ligera) fue la siguiente: el 3,3 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 6,6 % en peso de acetato de metilo (MA), el 73,0 % en peso de agua (H₂O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 17,0 % en peso de ácido acético, el 0,0014 % en peso (14 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso); y la composición de la fase orgánica (fase pesada) fue la siguiente: el 86 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 11,4 % en peso de acetato de metilo (MA), el 0,6 % en peso de agua (H₂O), 100 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 1,9 % en peso de ácido acético, el 0,0016 % en peso (16 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso).

- Una corriente de corte lateral (62,8 partes en peso) de la primera columna de destilación se alimentó a una segunda

5 columna de destilación para su deshidratación y purificación. La composición de la corriente de corte lateral anterior fue la siguiente: el 2,4 % en peso de yoduro de metilo (MeI), el 1,6 % en peso de acetato de metilo (MA), el 1,3 % en peso de agua (H₂O), 48 ppm en peso de yoduro de hidrógeno (HI), el 94,6 % en peso de ácido acético, el 0,0010 % en peso (10 ppm en peso) de oxígeno y otros componentes secundarios (total: el 100 % en peso). El resto de la alimentación (fase volátil) se recicló como corriente de fondo al sistema de reacción.

10 En tal proceso de reacción continuo, las piezas de ensayo mencionadas anteriormente se colocaron en la placa de alimentación de la primera columna de destilación (la 2ª placa desde el fondo, temperatura: 140 °C) y la parte superior de la columna (la 19ª placa desde el fondo). Después de que se operara el proceso durante 500 horas, cada pieza de ensayo se examinó en un ensayo de corrosión. Se midió el peso de cada pieza de ensayo antes y después del ensayo de corrosión para determinar la cantidad de corrosión.

15 Además, el ácido acético en bruto (corriente de corte lateral) de la primera columna de destilación se examinó para determinar el APHA.

20 Las Tablas 62 a 66 muestran las composiciones (relaciones de componentes) y los resultados del ensayo de corrosión. Por otra parte, la Tabla 62 muestra las composiciones de las fases líquidas en los Ejemplos comparativos 1 a 12, la Tabla 63 muestra las composiciones de las fases líquidas en los Ejemplos 1 a 19, la Tabla 64 muestra las composiciones de las fases gaseosas en los Ejemplos comparativos 1 a 12 y los Ejemplos 1 a 19 y la Tabla 65 y la Tabla 66 muestran los resultados del ensayo de corrosión. En la Tabla 62 a la Tabla 64, "% en peso" representa porcentaje en peso, "% en volumen" indica porcentaje en volumen, "MeI" representa yoduro de metilo, "HI" indica yoduro de hidrógeno, "MA" representa acetato de metilo, "MeOH" indica metanol, "Ac" representa ácido acético, "AD" indica acetaldehído, "PA" representa ácido propiónico y "LiI" indica yoduro de litio.

25 En los Ejemplos comparativos y los Ejemplos realizados a una concentración de oxígeno del 1 al 7 % en volumen en una fase gaseosa, la concentración de oxígeno después del ensayo de corrosión se redujo entre aproximadamente el 0 y el 2 % en volumen. En los Ejemplos realizados a una concentración de oxígeno de menos del 1 % en una fase gaseosa, la concentración de oxígeno después del ensayo de corrosión se redujo entre aproximadamente el 2 y el 10 % en volumen.

30 Puesto que resulta difícil medir la concentración de DME, que tiene un punto de ebullición bajo, se determinó que la concentración de DME era la concentración de cálculo del DME alimentado.

35 En el reemplazo del oxígeno en el líquido con gas de nitrógeno mediante el burbujeo de gas de nitrógeno, después de la alimentación del líquido, una parte de los componentes en la mezcla se descargó al exterior del sistema en acompañamiento de la fase gaseosa de nitrógeno. Por tanto, existe una diferencia, en particular, en la concentración de yoduro de metilo, entre la composición de alimentación y la composición después del experimento.

40 Por otra parte, en todos los Ejemplos comparativos y Ejemplos, a excepción de los Ejemplos comparativos 8, 9 y los Ejemplos 8, 9, se observó un pico originado a partir del DME en el líquido mediante cromatografía de gases después de terminar el experimento. La concentración de DME calculada a partir del porcentaje de área fue de aproximadamente 10 a 1.000 ppm en peso.

45

[Tabla 62]

Tabla 62

	% en peso de Mel	% en peso de agua	% en peso de HI	% en peso de MA	% en peso de MeOH	% en peso de DME	% en peso de Ac	% en peso de AD	% en peso de PA	% en peso de Lil	Temperatura °C	Presión KPG
Ej. comp. 1	10,9	2,1	0,1	2,8	0,1	0,01	69	0,02	0,01	15,3	190	2.800
Ej. comp. 2	0,8	3,2	0,01	1,1	0,1	0,01	Resto	0,005	0,01	19,7	140	140
Ej. comp. 3	32,1	2,2	0,1	5,5	0,1	0,01	Resto	0,08	0,01	0,01	140	130
Ej. comp. 4	60,5	23,1	0,1	10,5	0,1	0,01	Resto	0,19	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	116	130
Ej. comp. 5	0,9	1,1	0,01	0,8	0	0,01	Resto	0	0,01	0,4	140	130
Ej. comp. 6	2,9	1,5	0,01	2,2	0,01	0,01	Resto	0,01	0,01	0,0003	136	140
Ej. comp. 7	8,4	4,9	0,01	6,5	0,1	0,01	Resto	0,0003	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	150	200
Ej. comp. 8	95 ppb	0,2	23 ppb	18 ppm	0	0	Resto	0	0	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	137	80
Ej. comp. 9	6 ppb	0,05	4 ppb	5 ppm	0	0	Resto	0	0,01	0,0002	160	230
Ej. comp. 10	Resto	1,1	0,01	9,7	0,01	0,01	2,1	0,05	0	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	80	250
Ej. comp. 11	1 ppb	0,05	0,7 ppb	9 ppm	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	Resto	0,8 ppm	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	138	80
Ej. comp. 12	3	1,5	0,01	2	0,01	0,01	Resto	0,01	0,01	0,0003	136	140

[Tabla 63]

Tabla 63

	% en peso de MeI	% en peso de agua	% en peso de HI	% en peso de IMA	% en peso de MeOH	% en peso de DME	% en peso de Ac	% en peso de AD	% en peso de PA	% en peso de Lil	Temperatur a °C	Presión KPG
Ej. 1	10,5	2,2	0,1	3	0,1	0,01	Resto	0,02	0,01	14,9	190	2.800
Ej. 2	0,9	3	0,01	1,2	0,1	0,01	Resto	0,004	0,01	20,1	140	140
Ej. 3	32,8	1,9	0,1	6,1	0,1	0,01	Resto	0,09	0,01	0,01	140	130
Ej. 4	59,9	228	0,1	11	0,1	0,01	Resto	0,2	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	116	130
Ej. 5	1,1	0,9	0,01	1,1	0	0,01	Resto	0	0,01	0,4	140	130
Ej. 6	32	1,8	0,01	2	0,01	0,01	Resto	0,008	0,01	0,0003	136	140
Ej. 7	7,9	4,7	0,01	6	0,1	0,01	Resto	0,0003	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	150	200
Ej. 8	102 ppb	0,18	19 ppb	23 ppm	0	0	Resto	0	0	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	137	80
Ej. 9	5 ppb	0,04	6 ppb	5 ppm	0	0	Resto	0	0,01	0,0002	160	230
Ej. 10	Resto	0,8	0,01	10,1	0,008	0,01	1,9	0,08	0	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	80	250
Ej. 11	2,9	1,3	0,01	1,8	0,011	0,01	Resto	0,009	0,01	0,0003	136	140
Ej. 12	32	1,6	0,01	1,9	0,008	0,01	Resto	0,01	0,01	0,0003	136	140
Ej. 13	3,1	1,4	0,01	2,1	0,012	0,01	Resto	0,011	0,01	0,0003	136	140
Ej. 14	2,8	1,5	0,01	2	0,01	0,01	Resto	0,008	0,01	0,0003	136	140
Ej. 15	3,3	1,6	0,01	2	0,007	0,01	Resto	0,011	0,01	0,0003	136	140
Ej. 16	3	1,2	0,01	2,1	0,09	0,01	Resto	0,008	0,01	0,0003	136	140
Ej. 17	3,3	1,5	0,01	1,9	0,012	0,01	Resto	0,012	0,01	0,0003	136	140
Ej. 18	0,9 ppb	0,05	0,8 ppb	8 ppm	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	Resto	1 ppm	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	138	80
Ej. 19	1,1 ppb	0,05	0,9 ppb	7 ppm	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	menos del límite de detección (menos de 1 ppm)	Resto	1,1 ppm	0,01	menos del límite de detección (menos de 1 ppb)	138	80

[Tabla 64]

Tabla 64

	% en volumen de H ₂	% en volumen de CO	% en volumen de CO ₂	% en volumen de CH ₄	% en volumen de N ₂	% en volumen de O ₂	kPa de H ₂	kPa de CO	kPa de CO ₂	kPa de CH ₄	kPa de N ₂	kPa de O ₂
Ej. comp. 1	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 2	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 3	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 4	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 5	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 6	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 7	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 8	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 9	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 10	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 11	0	93	0	0	0	7	0	94	0	0	0	7,09
Ej. comp. 12	0	0	0	0	93	7	0	0	0	0	94	7,09

Tabla 64 (continuación)

	% en volumen de H ₂	% en volumen de CO	% en volumen de CO ₂	% en volumen de CH ₄	% en volumen de N ₂	% en volumen de O ₂	kPa de H ₂	kPa de CO	kPa de CO ₂	kPa de CH ₄	kPa de N ₂	kPa de O ₂
Ej. 1	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 2	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 3	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 4	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 5	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 6	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 7	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 8	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 9	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 10	0	Resto	0	0	0	0,010	0	101	0	0	0	0,01
Ej. 11	0	95	0	0	0	5	0	96	0	0	0	5,07
Ej. 12	0	99	0	0	0	1	0	100	0	0	0	1,01
Ej. 13	0	Resto	0	0	0	0,00010	0	101	0	0	0	0,00
Ej. 14	0	0	0	0	Resto	0,10	0	0	0	0	101	0,10
Ej. 15	0	0	0	0	Resto	0,010	0	0	0	0	101	0,01
Ej. 16	0	0	0	0	Resto	0,0010	0	0	0	0	101	0,001
Ej. 17	2	Resto	15	7	8	0,010	2	69	15	7	8	0,00
Ej. 18	0	Resto	0	0	0	0,00010	0	101	0	0	0	0,00
Ej. 19	0	Resto	0	0	0	0,000010	0	101	0	0	0	0,00

ES 2 792 108 T3

[Tabla 65]

Tabla 65

		Resultados del ensayo de corrosión								APHA
		Zr		HB2		HC276		SUS316		
		mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	
Ej. comp. 1		0,000	ninguna	0,1	presente	-	-	-	-	500<
Ej. comp. 2		0,000	ninguna	0,1	presente	-	-	-	-	500<
Ej. comp. 3		0,000	ninguna	0,05	presente	0,02	presente	0,06	ninguna	500<
Ej. comp. 4		0,000	ninguna	0,08	presente	0,027	presente	0,09	ninguna	500<
Ej. comp. 5		0,000	ninguna	0,12	presente	0,02	presente	0,11	ninguna	500<
Ej. comp. 6		0,000	ninguna	0,15	presente	0,12	presente	-	-	500<
Ej. comp. 7		0,000	ninguna	0,19	presente	0,28	presente	-	-	500<
Ej. comp. 8		0,000	ninguna	0,05	presente	0,03	ninguna	0,19	ninguna	80
Ej. comp. 9		0,000	ninguna	0,09	presente	0,02	presente	0,08	presente	90
Ej. comp. 10		0,000	ninguna	0,04	presente	0,03	presente	0,01	presente	500<
Ej. comp. 11		0,000	ninguna	0,08	presente	0,03	presente	0,02	-	70
Ej. comp. 12		0,000	ninguna	0,29	presente	0,3	presente	-	-	500<
Ej. comp. 13	Placa de alimentación	0,000	ninguna	0,05	presente	0,02	presente	0,09	ninguna	500<
	Parte superior de la columna	0,000	ninguna	0,06	presente	0,01	presente	0,06	ninguna	
Ej. comp. 14	2ª placa desde el fondo	0,000	ninguna	0,17	presente	0,21	presente	-	-	500<
	Parte superior de la columna	0,000	ninguna	0,09	presente	0,2	presente	-	-	

[Tabla 66]

Tabla 66

		Resultados del ensayo de corrosión								APHA
		Zr		HB2		HC276		SUS316		
		mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	
Ej. 1		0,000	ninguna	0,01	ninguna	-	-	-	-	60
Ej. 2		0,000	ninguna	0,001	ninguna	-	-	-	-	50
Ej. 3		0,000	ninguna	0,005	ninguna	0,01	ninguna	0,06	ninguna	50
Ej. 4		0,000	ninguna	0,015	ninguna	0,025	ninguna	0,10	ninguna	25
Ej. 5		0,000	ninguna	0,01	ninguna	0,02	ninguna	0,10	ninguna	25
Ej. 6		0,000	ninguna	0,03	ninguna	0,09	ninguna	-	-	25
Ej. 7		0,000	ninguna	0,07	ninguna	0,25	ninguna	-	-	35
Ej. 8		0,000	ninguna	0,001	ninguna	0,01	ninguna	0,05	ninguna	10
Ej. 9		0,000	ninguna	0,000	ninguna	0,005	ninguna	0,03	ninguna	10
Ej. 10		0,000	ninguna	0,001	ninguna	0,02	ninguna	0,13	ninguna	40
Ej. 11		0,000	ninguna	0,08	ninguna	0,19	ninguna	-	-	50
Ej. 12		0,000	ninguna	0,05	ninguna	0,11	ninguna	-	-	40
Ej. 13		0,000	ninguna	0,03	ninguna	0,09	ninguna	-	-	20
Ej. 14		0,000	ninguna	0,06	ninguna	0,1	ninguna	-	-	40
Ej. 15		0,000	ninguna	0,04	ninguna	0,09	ninguna	-	-	30
Ej. 16		0,000	ninguna	0,03	ninguna	0,10	ninguna	-	-	25
Ej. 17		0,000	ninguna	0,03	ninguna	0,11	ninguna	-	-	35
Ej. 18		0,000	ninguna	0,000	ninguna	0,000	ninguna	0,05	-	5
Ej. 19		0,000	ninguna	0,000	ninguna	0,000	ninguna	0,04	-	5
Ej. 20	Placa de alimentación	0,000	ninguna	0,005	ninguna	0,02	ninguna	-	-	40
	Parte superior de la	0,000	ninguna	0,002	ninguna	0,01	ninguna	-	-	

		Resultados del ensayo de corrosión								APHA
		Zr		HB2		HC276		SUS316		
		mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	mm/año	Corrosión parcial	
	columna									
Ej. 21	2ª placa desde el fondo	0,000	ninguna	0,01	ninguna	0,19	ninguna	-	-	10
	Parte superior de la columna	0,000	ninguna	0,009	ninguna	0,18	ninguna	-	-	
Ej. 22	2ª placa desde el fondo	0,000	ninguna	0,02	ninguna	0,02	ninguna	0,07	-	80
	Parte superior de la columna	0,000	ninguna	0,03	ninguna	0,01	ninguna	0,06	-	

A partir de los resultados mostrados en las Tablas 62 a 66, se observa lo siguiente.

El monóxido de carbono CO reduce la concentración de oxígeno mediante la reacción de reducción: $CO + 1/2O_2 \rightarrow CO_2$ para formar lo que se denomina una atmósfera de reducción. Sin embargo, una alta concentración de oxígeno puede no formar una atmósfera de reducción en algunos casos. A partir de la comparación de los Ejemplos comparativos 1 a 11 con los Ejemplos 1 a 11, diferentes en cuanto a la composición de líquido, en la condición de la concentración de oxígeno del 7 % en volumen en los Ejemplos comparativos, la pieza de ensayo HB2, libre de Cr y débil en una atmósfera oxidante, tuvo una velocidad de corrosión aumentada. En cuanto al material SUS316, la velocidad de corrosión en el Ejemplo comparativo 11 tendió a disminuir ligeramente en comparación con la de cada uno de los Ejemplos 18 y 19. Tal tendencia parece ser una de las características generales del SUS y la velocidad de corrosión puede tender a aumentar negativamente en una atmósfera de reducción excesivamente alta. Por tanto, se halló que, de acuerdo con la condición, la presencia de algo de oxígeno en el proceso a veces reduce la corrosión.

Además, en la pieza de ensayo HB2 u otros materiales en los Ejemplos comparativos, a menudo se observó una corrosión por picadura o corrosión por puntos, lo que parece ser la influencia del yodo I_2 producido mediante la reacción: $2HI + 1/2O_2 \rightarrow I_2 + H_2O$ u otras reacciones. En las piezas de ensayo SUS316 y HC276 que contenían Cr, en una condición de concentración de oxígeno no muy alta, se observó algo de aumento en la velocidad de corrosión, aunque tal aumento no condujo a las piezas de ensayo a una corrosión excesiva.

Además, la solución después del ensayo de corrosión tenía un valor de APHA aparentemente grande en comparación con la solución antes del ensayo de corrosión que cambia del color oscuro al marrón rojizo propio yodo. Esta coloración es causada por la producción de yodo I_2 . El valor de APHA que se muestra en las Tablas es de hasta 500. En este sentido, en los ejemplos experimentales en los que la concentración de oxígeno era alta y el yodo I_2 se producía a una concentración alta, la solución tenía poca o ninguna transparencia y estaba coloreada en un grado no expresado mediante el APHA. Este hecho muestra que el yodo I_2 fluye a la etapa sucesiva en un proceso que tenga una alta concentración de oxígeno, lo que da como resultado la aceleración de la corrosión en la etapa sucesiva y la coloración o el aumento de la concentración total de yodo debido a la contaminación con yodo en un producto.

El Ejemplo comparativo 12 es un experimento llevado a cabo en una atmósfera de nitrógeno que no tiene ninguna reacción que reduzca la concentración de oxígeno O_2 , diferente de un monóxido de carbono CO. Por tanto, las piezas de ensayo (en particular, la pieza de ensayo HB2) tuvieron una velocidad de corrosión significativamente aumentada en comparación con el Ejemplo 6.

En el Ejemplo 11, la concentración de oxígeno se redujo a la mitad (1 % en volumen) de la del Ejemplo comparativo 11. Aunque todavía hay una influencia adversa del oxígeno en el ensayo de corrosión y la coloración, estas influencias son considerablemente pequeñas en comparación con el Ejemplo comparativo. Por tanto, la concentración de oxígeno anterior no es una concentración inaceptable.

En el Ejemplo 12, la concentración de oxígeno se redujo a 1/4 (0,5 % en volumen) de la del Ejemplo comparativo 11. Aunque todavía hay una influencia adversa del oxígeno en el ensayo de corrosión y la coloración, estas influencias son considerablemente pequeñas en comparación con el Ejemplo comparativo. Por tanto, la concentración de oxígeno anterior tampoco es una concentración inaceptable.

En el Ejemplo 13, la concentración de oxígeno O_2 se redujo lo más bajo posible, siempre que la concentración se pudiera medir. Los resultados del Ejemplo 13 son sustancialmente equivalentes a aquellos del Ejemplo 6, en el que

la concentración de oxígeno fue del 0,01 % en volumen. Los resultados muestran que la concentración de oxígeno reducida en algún grado o extensión tiene poca o ninguna influencia adversa y muestran un comportamiento sustancialmente equivalente entre los mismos.

5 Por otra parte, en los Ejemplos 18 y 19, la velocidad de corrosión de la pieza de ensayo SUS316 fue ligeramente alta en comparación con la del Ejemplo comparativo 11. La razón es la siguiente: El SUS316 a veces tiende a aumentar la velocidad de corrosión en una atmósfera de reducción alta y, por tanto, con menos o ningún oxígeno, tal como la condición de los Ejemplos 18 y 19, la corrosión se acelera. Dado que esta tendencia parece observarse notablemente en una concentración de oxígeno inferior, no resulta aconsejable, en particular, en cuanto al material basado en acero inoxidable (SUS), reducir la concentración de oxígeno a un nivel suficientemente cercano a cero (por ejemplo, 1 ppt en volumen, 1 ppb en volumen) en una condición de reducción en presencia de monóxido de carbono CO. Sin embargo, tal grado de corrosión no era un nivel inaceptable en absoluto. Por otra parte, en tal condición, las impurezas tienen poco o ningún contenido de yodo y la concentración de oxígeno es extremadamente baja y, por tanto, se obtiene un producto de ácido acético con menos color o sin colorear.

15 En el Ejemplo 14, la concentración de oxígeno se redujo al 0,1 % en volumen en una atmósfera de gas de nitrógeno N₂. De acuerdo con el Ejemplo 14, aunque la pieza de ensayo HB2 está ligeramente corroída, lo que da como resultado una ligera coloración, la pieza de ensayo HB2 tiene una corrosión reducida en comparación con el Ejemplo 11 y la concentración de oxígeno no es una concentración inaceptable.

20 En los Ejemplos 15 y 16, la concentración de oxígeno se redujo adicionalmente en una atmósfera de gas de nitrógeno N₂. En los Ejemplos 15 y 16, incluyendo el Ejemplo 13, el grado de corrosión no es muy diferente del grado de corrosión en una atmósfera de monóxido de carbono CO. En una concentración de oxígeno inferior, la velocidad de corrosión y la coloración eran sustancialmente del mismo nivel que aquellas en una atmósfera de monóxido de carbono CO.

25 El Ejemplo 17 es un experimento que usa un gas de alimentación diferente. En comparación con el Ejemplo 6, se halla que diferentes gases de alimentación, teniendo cada uno suficiente gas de monóxido de carbono CO y la misma concentración de oxígeno, proporcionan sustancialmente la misma velocidad de corrosión y APHA.

30 A partir de la comparación del Ejemplo Comparativo 13 con el Ejemplo 20, cuando el monóxido de carbono alimentado al reactor tiene una alta concentración de oxígeno, la pieza de ensayo, en particular, la pieza de ensayo HB2 débil en cuanto a oxígeno, está corroída y el líquido de corte lateral tiene un alto grado de coloración (gran valor de APHA). Además, en el Ejemplo comparativo 13, debido a una concentración considerablemente alta de oxígeno en la parte superior de la columna, la pieza de ensayo HB2 dispuesta en la parte superior de la primera columna de destilación tiene una gran velocidad de corrosión, a pesar de la baja temperatura de la misma, en comparación con la pieza de ensayo HB2 dispuesta en la placa de alimentación. La pieza de ensayo HB2 normalmente muestra una alta resistencia a la corrosión en una concentración de oxígeno baja. Por tanto, la velocidad de corrosión de la pieza de ensayo HB2 en una condición de baja concentración de oxígeno como en el Ejemplo 20 es pequeña en comparación con la de en una concentración de oxígeno alta global, al tiempo que la velocidad de corrosión de la pieza de ensayo HB2 en la placa de alimentación que tiene una temperatura superior es mayor que la de en la parte superior de la columna que tiene una temperatura inferior.

45 El Ejemplo comparativo 14 y el Ejemplo 21 tenían la misma tendencia que el Ejemplo comparativo 13 y el Ejemplo 20, aunque la composición de alimentación era diferente.

En general, el precio del material es bajo en este orden de Zr > HB2 > HC > SUS.

50 Teniendo en cuenta el precio, el material se puede seleccionar basándose en la velocidad de corrosión, tal como las siguientes normas, aunque influyen el espesor del material, la frecuencia de renovación u otros factores.

Velocidad de corrosión de 0,05 mm/año o menos: adecuado para su uso
 de 0,05 a 0,1 mm/año: nivel que se puede usar
 de 0,1 mm/año a 0,2 mm/año: se puede usar, dependiendo de las condiciones
 55 de 0,2 mm/año o más: no se puede usar

Aplicabilidad industrial

60 La presente invención previene de manera eficaz la corrosión de la unidad y/o línea de proceso y es significativamente útil como proceso para la producción de manera estable de ácido acético de alta calidad.

LISTA DE NÚMEROS DE REFERENCIA

- 65 (1) ••• Reactor
 (2) ••• Evaporador
 (3) ••• Primera columna de destilación

- (5) ••• Segunda columna de destilación (columna de deshidratación)
- (6) ••• Tercera columna de destilación (columna de fracción pesada)
- (7) ••• Cuarta columna de destilación (columna de purificación)
- (8) ••• Tanque de intercambio iónico
- 5 (10) ••• Decantador
- (11) ••• Quinta columna de destilación (primera columna de retirada de aldehído)
- (12) ••• Sexta columna de destilación (columna de destilación extractora de agua)
- (13) ••• Séptima columna de destilación (segunda columna de retirada de aldehído)
- (14) ••• Octava columna de destilación (columna de retirada de alcano)
- 10 (16) ••• Columna de absorción a alta presión
- (17) ••• Columna de absorción a baja presión
- (18) ••• Columna de difusión

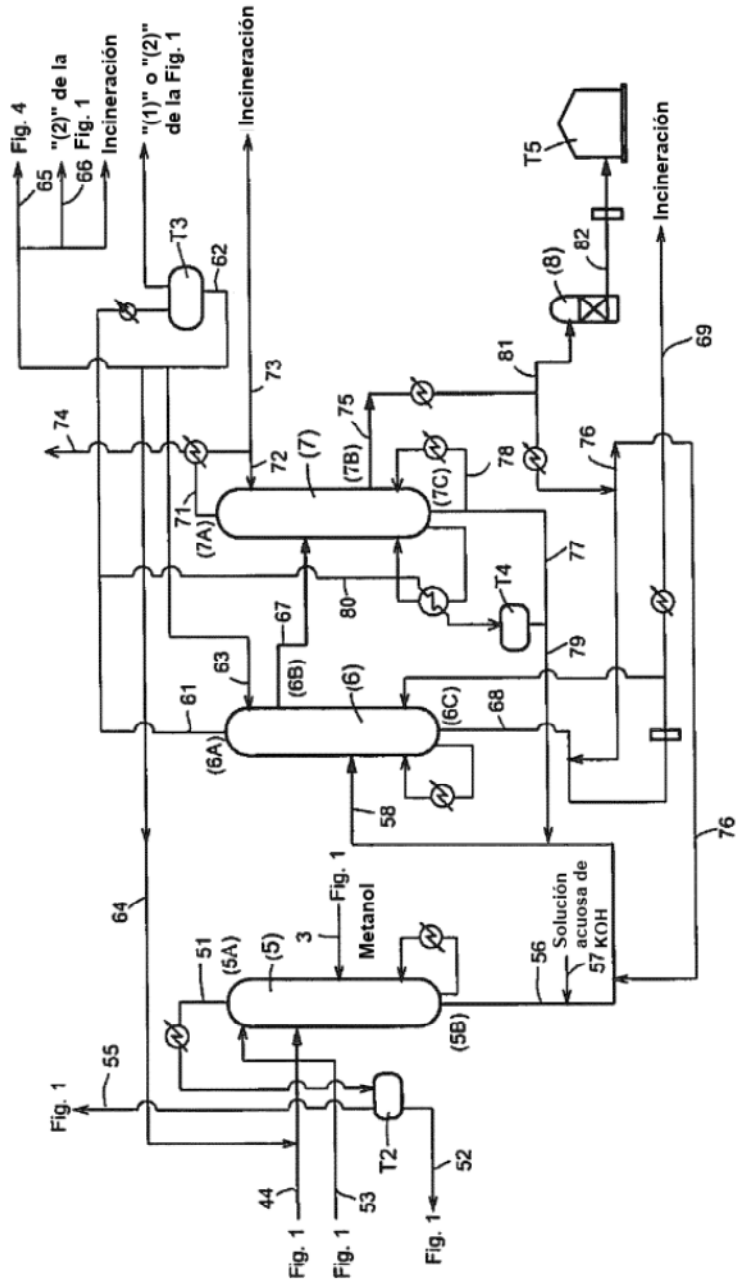
REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la producción de ácido acético, que comprende:

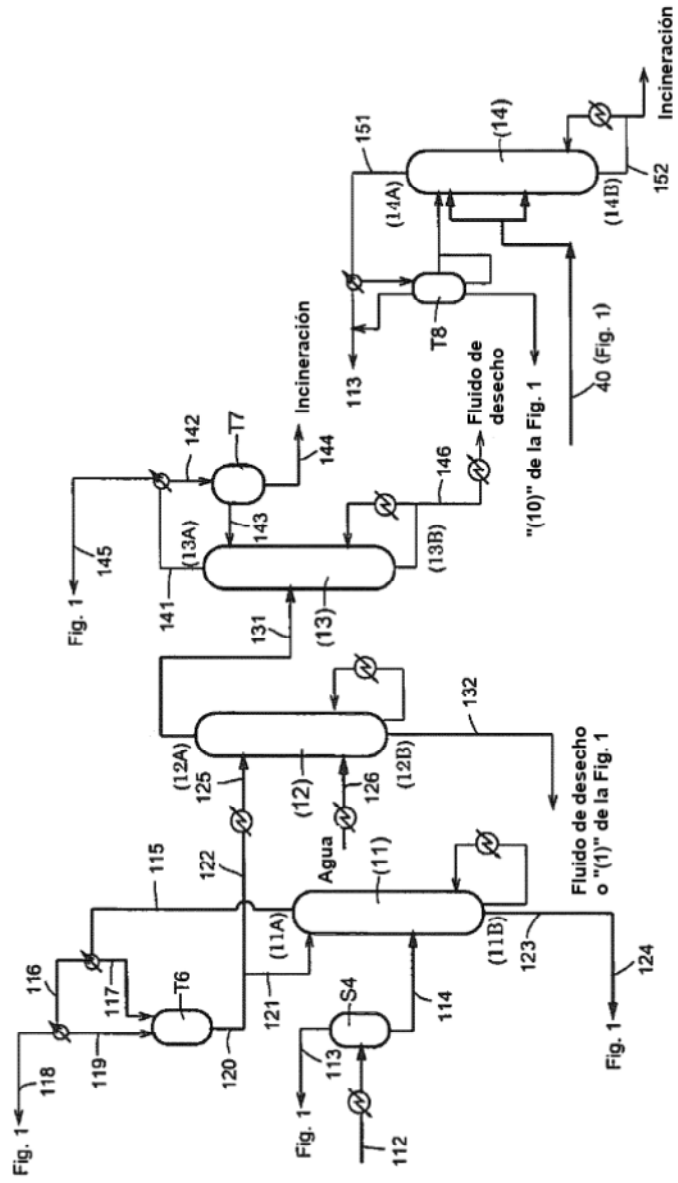
- 5 (1) dejar que el metanol reaccione con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador, ácido acético, acetato de metilo y agua, donde el sistema de catalizador comprende un catalizador de metal, un yoduro de metal iónico y yoduro de metilo;
- 10 (2) separar la mezcla de reacción en una fase volátil y una fase menos volátil;
- (3) destilar la fase volátil para formar un primer producto de cabeza y una corriente de ácido acético, donde el primer producto de cabeza es rico en al menos un componente de ebullición inferior seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y acetaldehído y la corriente de ácido acético es rica en ácido acético; y
- 15 al menos una sección seleccionada del grupo que consiste en las siguientes secciones (4), (9) y (15):
- (4) una sección de purificación para la obtención de ácido acético purificado de la corriente de ácido acético;
- 20 (9) una sección de separación para la separación de al menos el acetaldehído del primer producto de cabeza; y
- (15) una sección de tratamiento de gases residuales para el tratamiento por absorción de un gas residual del proceso con un disolvente de absorción y la formación de una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético;
- 25 donde la concentración de oxígeno se controla en al menos una seleccionada del grupo que consiste en las siguientes (a) y (b):
- (a) la concentración de oxígeno en una fase gaseosa del proceso se controla hasta menos del 7 % en volumen,
- 30 (b) la concentración de oxígeno en una fase líquida del proceso se controla hasta menos de 7×10^{-5} g/g.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la concentración de oxígeno se controla en al menos una seleccionada del grupo que consiste en las siguientes (a) y (b):
- 35 (a) la concentración de oxígeno en una fase gaseosa del proceso se controla hasta menos del 5 % en volumen,
- (b) la concentración de oxígeno en una fase líquida del proceso se controla hasta 2×10^{-5} g/g o menos.
- 40 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde la fase gaseosa del proceso contiene al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno.
4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la fase gaseosa del proceso contiene, además, al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, acetato de metilo, metanol, agua, acetaldehído, un subproducto derivado de acetaldehído y un éter de dialquilo; el subproducto
- 45 contiene al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en un yoduro de alquilo con 2 o más átomos de carbono, un alcanal con 4 o más átomos de carbono, un ácido alcanocarboxílico con 3 o más átomos de carbono, un alcano y una cetona; y el éter de dialquilo contiene al menos éter de dimetilo.
5. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde, en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la concentración de oxígeno se controla en al menos una seleccionada del grupo que consiste en las siguientes (a-1) y (b-1):
- 50 (a-1) la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se controla hasta el 5 % en volumen o menos,
- 55 (b-1) la concentración de oxígeno en la fase líquida se controla hasta 2×10^{-5} g/g o menos.
6. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde, en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la relación del oxígeno con respecto al monóxido de carbono en cada una de la fase gaseosa y la fase líquida es del 2 % en volumen o menos.
- 60 7. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde, en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la relación del oxígeno con respecto al monóxido de carbono en cada una de la fase gaseosa y la fase líquida es del 1 % en volumen o menos.
- 65

8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde al menos un componente seleccionado del grupo que consiste en un gas que contiene oxígeno, un compuesto que contiene oxígeno y un generador de oxígeno se introduce en el proceso; y en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en una corriente de una unidad de proceso y una corriente de una línea de proceso, la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se controla hasta 1 ppt en volumen o más y/o la concentración de oxígeno en la fase líquida se controla hasta $0,1 \times 10^{-9}$ g/g o más.
9. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se controla hasta 1 ppb en volumen o más.
10. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde la concentración de oxígeno en al menos una corriente de proceso seleccionada del grupo que consiste en la fase gaseosa y la fase líquida se controla hasta 0,25 mol o menos con respecto a 1 mol de la cantidad total de yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo.
11. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde la sección de purificación (4) comprende al menos (5) una etapa de deshidratación entre las siguientes etapas (5) a (8):
- (5) deshidratar la corriente de ácido acético;
 - (6) retirar un componente de ebullición superior de la corriente de ácido acético;
 - (7) destilar por purificación adicional una corriente de ácido acético de la etapa (6); y
 - (8) separar por intercambio iónico un compuesto de yodo de una corriente de ácido acético de la etapa (7).
12. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, donde la sección de separación (9) comprende al menos las etapas (10) a (13) entre las siguientes etapas (10) a (14):
- (10) condensar el primer producto de cabeza para formar dos fases líquidas con una fase superior y una fase inferior;
 - (11) formar un quinto producto de cabeza a partir de la fase superior, la fase inferior o ambas, donde el quinto producto de cabeza es rico en acetaldehído y yoduro de metilo;
 - (12) extraer el acetaldehído del quinto producto de cabeza para formar un extracto y un refinado, donde el extracto es rico en acetaldehído y el refinado es rico en yoduro de metilo;
 - (13) separar un aldehído del extracto, el refinado o ambos; y
 - (14) separar un alcano de la fase superior, la fase inferior o ambas.
13. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, donde la sección de tratamiento de gases residuales (15) comprende al menos una etapa de absorción seleccionada del grupo que consiste en las etapas (16) y (17) entre las siguientes etapas (16) a (18):
- (16) absorber el gas residual con un disolvente de absorción a alta presión;
 - (17) absorber el gas residual con un disolvente de absorción a baja presión; y
 - (18) difundir un componente gaseoso absorbido en las etapas de absorción (16) y (17).
14. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, donde la fase gaseosa del proceso comprende un gas residual del proceso.
15. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, donde el ácido acético purificado como producto de ácido acético tiene una concentración de yodo de 10 ppb en peso o menos.

[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]

