



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 793 962

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01) C07C 53/08 (2006.01) C07C 51/44 (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 02.10.2015 PCT/US2015/053682

(87) Fecha y número de publicación internacional: 19.05.2016 WO16076968

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 02.10.2015 E 15784195 (8)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 26.02.2020 EP 3218348

(54) Título: Reducción del contenido de yoduro de hidrógeno en procesos de carbonilación

(30) Prioridad:

14.11.2014 US 201462079961 P 23.04.2015 US 201514694883

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 17.11.2020

(73) Titular/es:

CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION (100.0%)
222 W. Las Colinas Blvd., Suite 900N Irving, TX 75039, US

(72) Inventor/es:

SHAVER, RONALD D.; LIU, YAW-HWA y SCATES, MARK O.

(74) Agente/Representante:

VIDAL GONZÁLEZ, Maria Ester

#### **DESCRIPCIÓN**

Reducción del contenido de yoduro de hidrógeno en procesos de carbonilación

#### 5 Campo de la invención

Esta invención se refiere a procesos para producir ácido acético y, en particular, a procesos mejorados para producir ácido acético que reducen eficazmente el contenido de yoduro de hidrógeno en diversas corrientes de proceso.

#### 10 Antecedentes de la invención

15

20

25

50

Un proceso comercial ampliamente usado y exitoso para sintetizar ácido acético implica la carbonilación catalizada de metanol, por ejemplo, una composición de metanol (alimentación), con monóxido de carbono. El catalizador puede contener rodio y/o iridio y un promotor halógeno, típicamente yoduro de metilo. La reacción se realiza mediante burbujeo continuo de monóxido de carbono a través de un medio de reacción líquido en el que se disuelve el catalizador. El medio de reacción comprende ácido acético, acetato de metilo, agua, yoduro de metilo y el catalizador. El metanol y el monóxido de carbono entran en contacto en el medio de reacción y reaccionan entre sí para formar ácido acético crudo. Los procesos comerciales convencionales para la carbonilación de metanol incluyen los descritos en las patentes de los Estados Unidos núms. 3,769,329, 5,001,259, 5,026,908, y 5,144,068. Otro proceso convencional de carbonilación de metanol incluye el proceso Cativa™, que se discute en Jones, J.H. (2002), "The Cativa™ Process for the Manufacture of Acetic Acid," Platinum Metals Review, 44 (3): 94-105.

La reacción de carbonilación forma subproductos de reacción tales como agua, yoduro de metilo (residual) e impurezas de carbonilo, por ejemplo, acetaldehído. Estos subproductos típicamente se separan y/o reciclan dentro del sistema. El yoduro de hidrógeno es otro componente indeseable que puede estar presente en el medio de reacción. La presencia de yoduro de hidrógeno en el sistema de reacción es particularmente problemática porque actúa como un agente de corrosión que puede causar problemas metalúrgicos en las zonas de reacción y separación. Por lo tanto, existe la necesidad de reducir la formación de yoduro de hidrógeno en los procesos de carbonilación.

- La Publicación de Solicitud de Patente de los Estados Unidos núm. 2013/0116470 describe un proceso de producción de ácido acético que comprende una etapa de reacción para permitir continuamente que al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en metanol, dimetiléter y acetato de metilo reaccione con monóxido de carbono en un sistema catalítico que comprende un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo en presencia de ácido acético y agua en una planta que compromete un reactor; un evaporador; y una columna de destilación; en donde parte de la corriente vaporizada se introduce en un intercambiador de calor. El proceso logra una producción de ácido acético con una alta pureza en un equipo que ahorra recursos y energía al eliminar eficientemente un calor de reacción incluso en una planta de gran tamaño.
- La Patente de los Estados Unidos núm. 8,318,977 describe un sistema de carbonilación de metanol que incluye una torre de absorción adaptada para recibir una corriente de gas de ventilación y eliminar el yoduro de metilo de la misma con un disolvente de depuración, la torre de absorción está acoplada a la primera y a la segunda fuente de extractantes, las cuales son capaces de suministrar el primer extractante y el segundo extractante diferentes. Un sistema de conmutación que incluye válvulas proporciona alternativamente y retorna el disolvente usado y el material absorbido al sistema de carbonilación para acomodar diferentes modos de operación. Esta referencia no menciona el yoduro de hidrógeno.

Si bien los procesos descritos anteriormente proporcionan procesos generales para purificar un producto crudo de ácido acético, estos procesos fallan al explicar específicamente la separación del yoduro de hidrógeno del producto crudo. Existe la necesidad de procesos mejorados para producir ácido acético que proporcionen la separación y eliminación del yoduro de hidrógeno de un producto crudo de ácido acético.

#### Resumen de la invención

Esta invención se refiere a procesos que producen ácido acético, los procesos comprenden las etapas de someter a 55 carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro y opcionalmente, ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético y descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno. Los procesos comprenden, además, las etapas de evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor 60 que comprende ácido acético y yoduro de metilo (y opcionalmente yoduro de hidrógeno) y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro y opcionalmente condensar al menos una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno. El proceso comprende, además, la etapa de separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de 65 vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos. La segunda corriente de vapor puede decantarse para formar una corriente de ventilación del decantador que comprende yoduro de hidrógeno y al menos una porción de la segunda corriente de vapor puede comprender la corriente de ventilación del decantador. La separación adicional puede comprender, además, condensar al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar una corriente de ventilación de las fracciones ligeras que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de ventilación de fracciones ligeras a una torre de absorción. Los procesos comprenden, además, las etapas de alimentar a la torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente que comprende ácido acético para absorber yoduro de metilo y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido; transportar el primer extracto a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado; y terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción. Los procesos comprenden, además, las etapas de poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido; y transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor, en donde el proceso comprende condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de retorno del reactor y una corriente de vapor de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del reactor a la torre de absorción. El proceso puede comprender, además, la etapa de enfriar el primer absorbente y/o el segundo absorbente antes del contacto respectivo. El proceso puede comprender, además, la etapa de mezclar la segunda corriente de retorno del absorbedor con metanol o un derivado reactivo del mismo antes del transporte. En una modalidad, la alimentación de la torre de absorción comprende acetato de metilo y el primer y el segundo absorbente absorben acetato de metilo de la alimentación de la torre de absorción. En una modalidad, el proceso no emplea una columna de separación para tratar el primer absorbente y/o el segundo absorbente. La carbonilación puede llevarse a cabo mientras se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de 2 a 25 % en peso de sal de yoduro, 1 a 20 % en peso de yoduro de metilo, 0,1 a 30 % en peso de acetato de metilo y 0,1 a 10 % en peso de agua. La segunda corriente de retorno del absorbedor puede no retornar al tren de separación. El contacto de la alimentación de la torre de absorción con el metanol o acetato de metilo en el segundo absorbente puede formar yoduro de metilo. El transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor puede comprender las etapas de transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor durante un período de transición; después del período de transición, continuando la alimentación de la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor, y transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor después de la terminación del suministro del primer absorbente. La segunda corriente de vapor comprende, además, componentes volátiles.

Breve descripción de los dibuios

35 La presente invención se entenderá mejor a la vista de las figuras adjuntas, no limitantes, en donde:

La Figura 1 muestra un esquema de un proceso de producción de ácido acético de acuerdo con la presente invención.

La Figura 2 muestra un esquema de una unidad de torre de absorción y los componentes acompañantes de acuerdo con la presente invención.

La Figura 3 muestra un esquema de un proceso de producción de ácido acético de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Introducción

10

15

20

25

30

40

45

50

60

65

Al principio, debe tenerse en cuenta que, en el desarrollo de cualquier modalidad real, se deben tomar numerosas decisiones específicas de implementación para lograr los objetivos específicos del desarrollador, como el cumplimiento de las restricciones relacionadas con el sistema y las relacionadas con el negocio, que variarán de una implementación a otra. Además, los procesos descritos en la presente descripción pueden comprender componentes distintos de los citados o específicamente mencionados, como es evidente para alguien que tenga una habilidad media o razonable en la técnica.

55 En el resumen y en esta descripción detallada, cada valor numérico debe leerse una vez modificado por el término "aproximadamente" (a menos que ya esté expresamente modificado), y luego leer nuevamente como no modificado a menos que se indique de otra manera en su contexto. Además, en el resumen y en esta descripción detallada, debe entenderse que un intervalo de concentración enumerado o descrito como útil, adecuado o similar, pretende que cualquier concentración dentro del intervalo, incluidos los puntos extremos, se considere como se ha declarado. Por ejemplo, un intervalo "de 1 a 10" debe leerse como que indica todos y cada uno de los números posibles a lo largo del continuo entre aproximadamente 1 y aproximadamente 10. Así, incluso si los puntos de datos específicos dentro del intervalo, o incluso si no hay puntos de datos dentro del intervalo, se identifican explícitamente o se refieren solo a unos pocos puntos de datos específicos, debe entenderse que los inventores aprecian y entienden que cualquiera y todos los puntos de datos dentro del intervalo deben considerarse especificados, y que los inventores tenían conocimiento del intervalo completo y de todos los puntos dentro del intervalo.

## ES 2 793 962 T3

A lo largo de toda la descripción, incluidas las reivindicaciones, los siguientes términos tienen los significados indicados a menos que se especifique de otra manera.

Como se usa en la descripción y las reivindicaciones, "cerca" incluye "en". El término "y/o" se refiere tanto al caso inclusivo como al caso "y", como al exclusivo "o", y se usa en la presente descripción por brevedad. Por ejemplo, una mezcla que comprende ácido acético y/o acetato de metilo puede comprender ácido acético solo, acetato de metilo solo, o tanto ácido acético como acetato de metilo.

Todos los porcentajes se expresan como porcentaje en peso (% en peso), basado en el peso total de la corriente particular o composición presente, a menos que se indique de otra manera. La temperatura ambiente es de 25 °C y la presión atmosférica es de 101,325 kPa a menos que se indique de otra manera.

Para los propósitos de la presente descripción:

5

10

35

40

65

- ácido acético puede abreviarse como "AcOH";
   acetaldehído puede abreviarse como "AcH";
   acetato de metilo puede abreviarse "MeAc";
   metanol puede abreviarse "MeOH";
   yoduro de metilo puede abreviarse como "Mel";
   yoduro de hidrógeno puede abreviarse como "HI";
   monóxido de carbono puede abreviarse "CO"; y
   dimetiléter puede abreviarse "DME".
- HI se refiere al yoduro de hidrógeno molecular o al ácido yodhídrico disociado cuando se ioniza al menos parcialmente en un medio polar, típicamente un medio que comprende al menos algo de agua. A menos que se especifique de otra manera, los dos se mencionan indistintamente. A menos que se especifique de otra manera, la concentración de HI se determina mediante la titulación ácido-base mediante el uso de un criterio de valoración principal potenciométrico. En particular, la concentración de HI se determina mediante titulación con una solución estándar de acetato de litio hasta un criterio de valoración principal potenciométrico. Debe entenderse que, para los fines de la presente descripción, la concentración de HI no se determina por sustracción de una concentración de yoduro que se supone asociada con una medición de metales de corrosión u otros cationes no H+ del yoduro iónico total presente en una muestra.

Debe entenderse que la concentración de HI no se refiere a la concentración de iones yoduro. La concentración de HI se refiere específicamente a la concentración de HI determinada mediante titulación potenciométrica.

- Este método de sustracción es un método poco confiable e impreciso para determinar concentraciones de HI relativamente más bajas (es decir, menos de aproximadamente 5 por ciento en peso) debido al hecho de que asume todos los cationes no H+ (como los cationes de Fe, Ni, Cr, Mo) están asociados con el anión yoduro exclusivamente. En realidad, una porción significativa de los cationes metálicos en este proceso puede estar asociada con el anión acetato. Además, muchos de estos cationes metálicos tienen múltiples estados de valencia, lo que agrega aún más falta de confiabilidad a la suposición sobre la cantidad de anión yoduro que podría asociarse con estos metales. Finalmente, este método da lugar a una determinación no confiable de la concentración real de HI, especialmente en vista de la capacidad de realizar una titulación simple directamente representativa de la concentración de HI.
- Para los fines de la presente descripción, un "destilado de cabeza" o "destilado" de una columna de destilación se refiere al menos a una de las fracciones condensables de ebullición inferior que sale en o cerca de la parte superior (por ejemplo, próxima a la parte superior) de la columna de destilación, y/o la forma condensada de esa corriente o composición. Obviamente, todas las fracciones son finalmente condensables, sin embargo, para los fines de la presente descripción, una fracción condensable es condensable en las condiciones presentes en el proceso, tal como lo entiende fácilmente un experto en la técnica. Los ejemplos de fracciones no condensables pueden incluir nitrógeno, hidrógeno y similares. Del mismo modo, una corriente de destilado de cabeza puede tomarse justo debajo de la salida más alta de una columna de destilación, por ejemplo, en donde la fracción de ebullición más baja es una corriente no condensable o representa una corriente de mínimos, como se entendería fácilmente por una persona de habilidad en la técnica.
- Los "fondos" o "residuos" de una columna de destilación se refieren a una o más de las fracciones de ebullición más alta que salen en o cerca del fondo de la columna de destilación, a las que también se hace referencia en la presente descripción como que fluyen desde el sumidero inferior de la columna. Debe entenderse que puede tomarse un residuo justo por encima de la salida del fondo de una columna de destilación, por ejemplo, en donde la fracción del fondo producida por la columna es una sal, un alquitrán inutilizable, un producto de desecho sólido o una corriente de mínimo como entendería fácilmente un experto en la técnica.
  - Para los fines de la presente descripción, las columnas de destilación comprenden una zona de destilación y una zona de sumidero del fondo. La zona de destilación incluye todo por encima de la zona del sumidero del fondo, es decir, entre la zona del sumidero del fondo y la parte superior de la columna. Para los fines de esta descripción, la zona del sumidero del fondo se refiere a la porción inferior de la columna de destilación en la que está presente un depósito de líquido de los componentes de más alta ebullición (por ejemplo, el fondo de una columna de destilación) desde el cual

fluye la corriente de fondos o de residuo al salir de la columna. La zona del sumidero del fondo puede incluir calderas, equipos de control y similares.

Debe entenderse que el término "pasajes", "vías de flujo", "conductos de flujo" y similares en relación con los componentes internos de una columna de destilación se usan indistintamente para referirse a agujeros, tubos, canales, rendijas, desagües, y similares, que están dispuestos a través y/o que proporcionan un camino para que el líquido y/o el vapor se muevan desde un lado del componente interno al otro lado del componente interno. Los ejemplos de pasajes dispuestos a través de una estructura como un distribuidor de líquido de una columna de destilación incluyen agujeros de drenaje, tubos de drenaje, hendiduras de drenaje y similares, que permiten que un líquido fluya a través de la estructura de un lado a otro.

El tiempo de residencia promedio se define como la suma total de todo el volumen de líquido retenido para una fase dada dentro de una zona de destilación dividido por el promedio de la velocidad de flujo a través de la zona de destilación. El volumen de retención para una fase dada puede incluir el volumen de líquido contenido en los diversos componentes internos de la columna, incluidos los colectores, distribuidores y similares, así como el líquido contenido en bandejas, dentro de tubos de bajada y/o en secciones de lechos estructurados empaquetados aleatoriamente.

#### Tratamiento de corrientes que contienen voduro de hidrógeno

5

10

15

30

35

55

60

65

Se ha encontrado que algunas mezclas de reacción de carbonilación convencionales contienen yoduro de hidrógeno, que se disocia en presencia de agua y causa corrosión dentro de la zona de reacción y la zona de separación. El yoduro de hidrógeno también crea preocupaciones ambientales, así como también preocupaciones relacionadas con los costos. La presencia de yoduro de hidrógeno se ha reconocido en algunas corrientes de proceso, por ejemplo, corrientes de ventilación del reactor o corrientes de ventilación del evaporador. Aunque algunos trenes de separación convencionales usan torres absorbentes, por ejemplo, para tratar el yoduro de metilo, el uso de estas torres para tratar el yoduro de hidrógeno en estas corrientes, por ejemplo, la recuperación o eliminación, no se ha abordado.

Ahora se ha descubierto que el yoduro de hidrógeno en muchas de estas corrientes puede tratarse mediante el uso de un absorbente (o múltiples absorbentes). El uso del absorbente elimina eficazmente el yoduro de hidrógeno de varias corrientes de proceso, por ejemplo, conductos de ventilación del reactor, conductos de ventilación del evaporador, conductos de ventilación de la columna de fracciones ligeras y conductos de ventilación del sistema de eliminación de PRC. La absorción mediante el uso de absorbentes apropiados sorprendentemente e inesperadamente separa el yoduro de hidrógeno y permite el tratamiento adecuado y/o el reciclaje del mismo. En casos particulares, los inventores han descubierto que el uso de un único absorbente es ventajoso para tratar el yoduro de hidrógeno. Preferentemente, el absorbente comprende ácido acético. El uso de un único absorbente permite que la corriente de extracto resultante se purifique al transportar directamente la corriente del extractante de nuevo a la zona de separación. En algunos casos, el uso de un único absorbente elimina la necesidad de tratar más el extracto resultante antes de retornarlo a la zona de separación.

Además, los sistemas y la literatura convencionales no han abordado la presencia de yoduro de hidrógeno en las corrientes de destilado de cabeza, las corrientes de fondo y/o los recipientes acompañantes de un sistema de eliminación de PRC. Los inventores ahora han descubierto que, en algunos casos, el yoduro de hidrógeno en estas corrientes de destilado de cabeza es significativo. Sin estar atado a la teoría, se postula que el proceso de eliminación de PRC realmente produce yoduro de hidrógeno a través de la hidrólisis del yoduro de metilo. Así, la cantidad de yoduro de hidrógeno en las corrientes de destilado de cabeza y corrientes de fondo de un sistema de eliminación de PRC se enriquece en yoduro de hidrógeno. Los niveles más altos de yoduro de hidrógeno crean y exacerban los problemas ambientales, de corrosión y los relacionados con los costos mencionados anteriormente. Los inventores han descubierto que el tratamiento de estas corrientes mediante el uso de un absorbente (o múltiples absorbentes) de manera sorprendente y efectiva proporciona una eliminación efectiva del yoduro de hidrógeno de estas corrientes. Por razones medioambientales, así como también de costos.

Además, ahora se ha descubierto que el uso de una torre de absorción que emplea el uso (alternativo) de múltiples disolventes de depuración puede usarse para separar eficazmente el yoduro de hidrógeno de cualquiera de varias corrientes del proceso de producción de ácido acético. Las corrientes de proceso ilustrativas que pueden usarse como alimentación de la torre de absorción incluyen una corriente de ventilación del reactor, una corriente de ventilación del evaporador, un destilado de fracciones ligeras, un destilado de cabeza del sistema de eliminación de PRC (o una corriente ventilación de un recipiente acompañante) y derivados de estas corrientes de proceso. La combinación específica de disolventes de depuración, como se describe en la presente descripción, elimina eficazmente el yoduro de hidrógeno de la corriente de proceso respectiva y disminuye ventajosamente los efectos corrosivos del mismo. Como resultado, se minimizan los problemas metalúrgicos en todas las zonas de reacción y separación. Además, se ha encontrado sorprendentemente que el uso de los disolventes específicos de la presente invención puede conducir de manera beneficiosa a la formación de yoduro de metilo adicional, que luego puede usarse para aumentar la estabilidad del catalizador en la zona de reacción (o en cualquier otro lugar). Sin estar limitado por la teoría, cuando el metanol y/o el acetato de metilo se usan como disolventes de depuración, por ejemplo, como un segundo disolvente de depuración, el metanol y/o el acetato de metilo pueden reaccionar con el yoduro de hidrógeno en las diversas corrientes del proceso de producción de ácido acético para formar el yoduro de metilo adicional. Los procesos de la presente invención

mejoran la purificación del producto crudo de ácido acético porque mejoran la eliminación de yoduro de hidrógeno, aumentan la formación de yoduro de metilo y mejoran beneficiosamente la estabilidad general del catalizador.

5

10

15

20

25

30

35

40

La presente invención se refiere a procesos para producir ácido acético que comprenden la etapa de someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y agua, para formar un producto crudo de ácido acético. El producto crudo de ácido acético comprende ácido acético. Durante la reacción de carbonilación, se descarga una corriente de ventilación desde el reactor. La corriente de ventilación del reactor puede comprender yoduro de hidrógeno, monóxido de carbono, nitrógeno y otros componentes volátiles. El producto crudo de ácido acético se evapora, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor y una primera corriente de residuos líquidos. La primera corriente de vapor comprende ácido acético, yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo. La primera corriente de residuos líquidos comprende catalizador metálico y sal de haluro y puede reciclarse al reactor. La corriente de vapor instantánea (o una porción de la misma) se separa en una columna de fracciones ligeras para formar una segunda corriente de vapor, una descarga lateral y un segundo residuo líquido. La segunda corriente de vapor comprende yoduro de hidrógeno y opcionalmente yoduro de metilo y acetaldehído. La segunda corriente de vapor puede comprender, además, componentes volátiles, por ejemplo, ácido acético vaporoso, agua y/o acetato de metilo. La descarga lateral comprende un producto de ácido acético purificado, que puede someterse a etapas de purificación adicionales. La segunda corriente de residuos comprende ácido acético, agua y catalizador y puede reciclarse al reactor. La separación en la columna de fracciones ligeras puede comprender, además, condensar al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar una corriente de ventilación de fracciones ligeras que comprende yoduro de hidrógeno.

Los procesos comprenden, además, la etapa de alimentar a la torre de absorción al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor, al menos una porción de la corriente de ventilación del evaporador y/o al menos una porción de la segunda corriente de vapor.

Al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor puede alimentarse a la columna de absorción. Una porción de la corriente de ventilación del reactor puede separarse de la corriente de ventilación del reactor y alimentar al absorbedor. Toda la corriente de ventilación del reactor puede alimentarse al absorbedor. En una modalidad, la porción de la corriente de ventilación del reactor que se alimenta al absorbedor se forma al dirigir la corriente de ventilación del reactor a un intercambiador de calor, por ejemplo, condensando al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor, que produce una corriente de vapor de ventilación del reactor y una corriente condensada de retorno del reactor. La corriente de vapor de ventilación del reactor puede comprender yoduro de hidrógeno y puede alimentarse a la torre de absorción. La corriente condensada de retorno del reactor puede reciclarse al reactor.

En una modalidad, al menos una porción de la primera corriente de vapor puede alimentarse a la columna de absorción. Una porción de la primera corriente de vapor puede separarse de la primera corriente de vapor y alimentarse al absorbedor. Toda la primera corriente de vapor puede alimentarse al absorbedor. En una modalidad, la porción de la primera corriente de vapor que se alimenta al absorbedor se forma al dirigir la primera corriente de vapor a un intercambiador de calor, por ejemplo, condensando al menos una porción de la primera corriente de vapor, que produce una corriente de vapor de ventilación del evaporador y una corriente condensada de retorno del evaporador. La corriente de vapor de ventilación del evaporador puede comprender yoduro de hidrógeno y puede alimentarse a la torre de absorción. La corriente condensada de retorno del evaporador puede reciclarse al evaporador o al reactor.

En una modalidad, al menos una porción de la segunda corriente de vapor puede alimentarse a la columna de absorción. Una porción de la segunda corriente de vapor se separa de la segunda corriente de vapor y se alimenta al absorbedor. Toda la segunda corriente de vapor se alimenta al absorbedor. En una modalidad, la porción de la segunda corriente de vapor que se alimenta al absorbedor se forma al dirigir la segunda corriente de vapor a un intercambiador de calor, por ejemplo, condensando al menos una porción de la segunda corriente de vapor, que produce una corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras y una corriente condensada de retorno de fracciones ligeras. La corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras puede comprender yoduro de hidrógeno y puede alimentarse a la torre de absorción. La corriente condensada de retorno de fracciones ligeras, al evaporador o al reactor.

En una modalidad, al menos una porción de la segunda corriente de vapor puede decantarse para formar una corriente de ventilación del decantador. La corriente de ventilación del decantador puede comprender yoduro de hidrógeno y puede alimentarse a la torre de absorción.

En una modalidad al menos una porción de al menos dos de la corriente de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador, la segunda corriente de vapor y una corriente de ventilación del sistema de eliminación de PRC se combinan para formar la alimentación de la torre de absorción. Por ejemplo, la corriente de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor pueden combinarse en una corriente de ventilación combinada y alimentarse al absorbedor. Como otro ejemplo, la corriente de ventilación del evaporador, la segunda corriente de vapor y corriente de ventilación del sistema de eliminación de PRC pueden combinarse en una corriente de ventilación combinada y alimentarse al absorbedor. Así, la alimentación de la torre de absorción puede, en algunas modalidades, comprender la corriente de ventilación combinada.

Independientemente de qué corriente (corrientes) se envía(n) a la columna de absorción, los procesos comprenden, además, la etapa de poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente. El primer absorbente preferentemente absorbe yoduro de metilo de la alimentación de la torre de absorción para formar un primer extracto, que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido. El primer absorbente puede absorber, además, preferentemente yoduro de hidrógeno de la alimentación de la torre de absorción para formar el primer extracto, que comprende el primer absorbente y el yoduro de hidrógeno absorbido. El primer absorbente puede comprender ácido acético, agua o combinaciones de los mismos.

5

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- El proceso comprende, además, las etapas de transportar todo o una porción del primer extracto a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado y terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción. Por ejemplo, el flujo del primer absorbente a la columna de absorción puede detenerse mediante el uso de un sistema de válvulas, como se discute a continuación.
- 15 Como se usa en la presente descripción, el término "terminación" incluye una reducción o disminución del suministro de un absorbente.

El proceso de la presente invención comprende, además, la etapa de poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente. El segundo absorbente puede absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar así un segundo extracto, que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido. El segundo absorbente comprende metanol y/o acetato de metilo. En una modalidad, el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol. El proceso comprende, además, la etapa de transportar todo o una porción del segundo extracto al reactor. El transporte del segundo extracto al reactor puede realizarse después de la terminación del suministro del primer absorbente. El contacto de la alimentación de la torre de absorción con el metanol o acetato de metilo en el segundo absorbente forma beneficiosamente yoduro de metilo, que puede usarse para aumentar la estabilidad del catalizador en el reactor. En una modalidad, el segundo extracto se mezcla con metanol o un derivado reactivo del mismo antes de transportarse al reactor. El segundo extracto es retornado al reactor y no retorna al tren de separación para su procesamiento posterior. Al enviar la corriente de absorción al reactor, no hay necesidad de una columna de separación o procesamiento en fracciones ligeras o columna de secado que consuma una capacidad considerable. Como tal, la carga sobre la zona de separación se reduce beneficiosamente.

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, voduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno; condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de ventilación del reactor; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente condensada de ventilación del reactor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos; transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado; disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido; transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor. Así, se emplean dos etapas absorbentes en esta modalidad.

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del evaporador (o la corriente condensada de ventilación del evaporador); poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos; transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado; disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido; transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor. Se emplean dos etapas absorbentes en esta modalidad.

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro; separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos; opcionalmente condensar la segunda corriente de vapor, alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de vapor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos; transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado; disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber voduro de metilo y voduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido; transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor. Se emplean dos etapas absorbentes en esta modalidad.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de aqua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos; decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno; separar al menos una porción de la fase ligera y/o la fase pesada a un sistema de eliminación de PRC para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; opcionalmente recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza; opcionalmente descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos; disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido. Se emplean dos etapas absorbentes en esta modalidad.

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno; separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos; decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno; separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC que comprende una primera columna y una segunda columna para obtener un segundo destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno de la segunda columna de eliminación de PRC; opcionalmente, recoger el segundo destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una segunda corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el segundo destilado de cabeza del PRS; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende yoduro de hidrógeno absorbido; y poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido.

5

10

15

20

25

El proceso de la presente solicitud también puede describir las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno; separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea (o la primera corriente de vapor condensada) para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos; decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno; separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; opcionalmente, recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y opcionalmente descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o de destilado de cabeza del PRS; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el yoduro de hidrógeno absorbido; y opcionalmente transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

30 En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético: evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético. con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una 35 porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno; separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una 40 segunda corriente de residuos líquidos; decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno; separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC que comprende una sola columna para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; opcionalmente recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado 45 de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de 50 hidrógeno para formar un primer extracto que comprende yoduro de hidrógeno absorbido; y poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el voduro de metilo absorbido.

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del evaporador (o la corriente condensada de ventilación del evaporador); poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo,

preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente, yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo.

5

10

15

25

30

35

40

45

50

55

60

65

En una modalidad, el proceso comprende las etapas de: someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético; evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro; separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea (o la corriente condensada de ventilación del evaporador) para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos; alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de vapor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo, preferentemente ácido acético, para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente, yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo. No se ha demostrado en la literatura que estos absorbentes sean disolventes efectivos para la eliminación del yoduro de hidrógeno.

Al tratar las corrientes que contienen yoduro de hidrógeno con los absorbentes como se discutió anteriormente, el yoduro de hidrógeno se separa ventajosamente de la corriente respectiva. Una vez eliminado, el hidrógeno puede usarse de manera beneficiosa o eliminarse en consecuencia.

Los procesos pueden comprender, además, la etapa de enfriar el primer absorbente y/o el segundo absorbente antes de poner en contacto el segundo absorbente con la alimentación de la torre de absorción.

En una modalidad en la que se emplean múltiples absorbentes, la alimentación de la torre de absorción comprende acetato de metilo y el primer y el segundo absorbente absorben acetato de metilo de la alimentación de la torre de absorción. El acetato de metilo en la alimentación de la torre de absorción puede proporcionarse por una o más de la corriente de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor.

Los inventores han descubierto, además, que, ventajosamente, el uso de dos disolventes de depuración, como se describió en la presente descripción, elimina la necesidad de tratamiento del primer absorbente y/o del segundo absorbente. En cambio, estas corrientes pueden dirigirse a componentes existentes del proceso, por ejemplo, el reactor, la columna de fracciones ligeras o la columna de secado.

En los casos en los que se toma una corriente de ventilación del reactor, la corriente resultante puede dirigirse al evaporador para estabilizar el catalizador. Preferentemente, la corriente de ventilación del reactor se dirige al fondo del evaporador para estabilizar el catalizador presente en la corriente que sale del fondo del evaporador.

En una modalidad en la que se emplean múltiples absorbentes, la torre de absorción alterna entre usar el primer absorbente y el segundo absorbente. En algunos casos, existe un período de transición entre la terminación del uso del primer absorbente y el comienzo del uso del segundo absorbente y viceversa. En algunos casos, el período de transición puede ser inferior a 20 minutos, por ejemplo, inferior a 15 minutos, inferior a 10 minutos, inferior a 5 minutos o inferior a 3 minutos. En una modalidad, el ácido acético se usa como un absorbente durante el arranque de la unidad porque el ácido acético puede dirigirse al sistema de purificación que ha estado funcionando antes de que se iniciara el reactor. Sin estar atado a la teoría, se cree que, si se usa metanol antes de que el reactor esté en funcionamiento, no habría lugar para el procesamiento posterior del metanol. El período de arranque con ácido acético dura varias horas, por ejemplo, menos de 15 horas, menos de 10 horas o menos de 5 horas. En una modalidad, el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende la etapa de transportar el segundo extracto al reactor durante un período de transición; y después del período de transición, continuando la alimentación a la segundo absorbente, por ejemplo, metanol, la corriente absorbedora continúa la alimentación al reactor donde el metanol se consume como reactivo y el Mel es retornado al reactor.

En algunos casos, los procesos se relacionan con un proceso para el arranque del sistema de reacción. Por ejemplo, la alimentación a la torre de absorción puede iniciar un período de arranque, y durante el período de arranque la alimentación de la torre de absorción se pone en contacto con un primer absorbente y el primer extracto se transporta a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado, como se discute en la presente descripción. Puede iniciarse una transición a partir del arranque hasta la operación estable (durante un período de cambio) al finalizar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción. El segundo absorbente puede proporcionarse a la torre de absorción. Durante al menos una parte del período de cambio, puede proporcionarse ácido acético, metanol y yoduro de metilo a la torre de absorción, para formar así, una corriente combinada de retorno del absorbedor que comprende ácido acético, metanol y yoduro de metilo. La corriente combinada de retorno del absorbedor puede transportarse desde la torre del absorbedor al reactor. La operación en estado estable puede iniciarse después del período de cambio. Durante la operación en estado estable, la segunda corriente de vapor puede ponerse en contacto con un segundo absorbente,

como se discutió en la presente descripción. Durante la operación en estado estable, la segunda corriente de retorno del absorbedor puede mezclarse con metanol o un derivado reactivo del mismo para formar una corriente mixta, y la corriente mixta puede transportarse al reactor. En una modalidad, la terminación del suministro del primer absorbente a la torre de absorción y proporcionar el segundo absorbente a la torre de absorción se produce de manera sustancialmente simultánea, por ejemplo, dentro de menos de 1 minuto, dentro de menos de 5 minutos o dentro de menos de 20 minutos.

#### Sistemas de producción de ácido acético

5

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

A continuación, se describe un proceso ilustrativo de producción de ácido acético. En aras de la claridad, no todas las características de una implementación real se describen en esta descripción. La descripción del proceso es meramente ilustrativa y no pretende limitar el alcance de la invención.

La reacción de carbonilación de metanol a un producto de ácido acético puede llevarse a cabo al poner en contacto la alimentación de metanol con monóxido de carbono gaseoso burbujeado a través de un medio de reacción con disolvente de ácido acético que contiene el catalizador metálico, por ejemplo, catalizador de rodio, un promotor catalítico que contiene halógeno, por ejemplo, yoduro de metilo, sal de haluro soluble adicional, por ejemplo, sal de yoduro tal como yoduro de litio, y opcionalmente acetato de metilo y/o agua, en condiciones de temperatura y presión adecuadas para formar el producto de carbonilación.

El catalizador puede ser un catalizador metálico del Grupo VIII, tal como rodio, y un promotor catalítico que contiene halógeno. Un proceso particularmente útil es la carbonilación de metanol a ácido acético catalizada por rodio con bajo contenido de agua como se ilustra en la patente de los Estados Unidos núm. 5,001,259. Además, se contemplan otros catalizadores metálicos, por ejemplo, catalizadores basados en iridio. Generalmente, se cree que el componente metálico, por ejemplo, el componente de rodio, del sistema catalítico está presente en forma de un compuesto de coordinación de rodio con un componente de halógeno que proporciona al menos uno de los ligandos de dicho compuesto de coordinación. Además de la coordinación de rodio y halógeno, se cree que el monóxido de carbono se coordinará con el rodio. El componente de rodio del sistema catalítico puede proporcionarse al introducir rodio en la zona de reacción en forma de rodio metálico, sales de rodio tales como los óxidos, acetatos, yoduros, carbonatos, hidróxidos, cloruros, etc., u otros compuestos que resultan en la formación de un compuesto de coordinación de rodio en el entorno de reacción. El catalizador metálico, por ejemplo, catalizador de rodio, está presente, en algunas modalidades, en cantidades de 200 a 2000 partes por millón en peso (ppm en peso).

El promotor catalítico que contiene halógeno del sistema catalítico consiste en un compuesto de halógeno que comprende un haluro orgánico. Así, pueden usarse alquilo, arilo y haluros de alquilo o arilo sustituidos. Preferentemente, el promotor catalítico que contiene halógeno está presente en forma de un haluro de alquilo. Incluso con mayor preferencia, el promotor catalítico que contiene halógeno está presente en forma de un haluro de alquilo en el cual el radical alquilo corresponde al radical alquilo del alcohol de alimentación, que está en proceso de carbonilación. Así, en la carbonilación de metanol a ácido acético, el promotor de haluro incluirá haluro de metilo, y con mayor preferencia yoduro de metilo.

Se reconocerá generalmente que lo importante es la concentración de iones yoduro en el sistema catalítico y no el catión asociado con el yoduro, y que, a una concentración molar dada de yoduro, la naturaleza del catión no es tan significativa como el efecto de la concentración de yoduro. Cualquier sal de yoduro metálico, o cualquier sal de yoduro de cualquier catión orgánico, u otros cationes tales como los basados en compuestos de amina o fosfina (opcionalmente, cationes ternarios o cuaternarios), pueden mantenerse en el medio de reacción siempre que la sal sea suficientemente soluble en el medio de reacción para proporcionar el nivel deseado de yoduro. Cuando el yoduro es una sal de metal, preferentemente es una sal de yoduro de un miembro del grupo que consiste en los metales del Grupo IA y el Grupo IIA de la tabla periódica como se establece en el " Handbook of Chemistry and Physics" publicado por CRC Press, Cleveland, Ohio, 2002-03 (83ra edición). En particular, los yoduros de metales alcalinos son útiles, y el yoduro de litio es particularmente adecuado. En el proceso de carbonilación con bajo contenido de agua, el ion yoduro adicional por encima del ion yoduro presente como yoduro de hidrógeno generalmente está presente en la solución del catalizador en cantidades tales que la concentración total de iones yoduro es del 2 al 20 % en peso y el acetato de metilo está generalmente presente en cantidades de 0,5 a 30 % en peso, y el yoduro de metilo generalmente está presente en cantidades de 5 a 20 % en peso.

En algunas modalidades, las velocidades de reacción deseadas se obtienen incluso a bajas concentraciones de agua al mantener en el medio de reacción un éster del ácido carboxílico deseado y un alcohol, preferentemente el alcohol usado en la carbonilación, y un ion yoduro adicional que está por encima del ion yoduro que está presente como yoduro de hidrógeno. Un éster deseado es el acetato de metilo. Se ha encontrado, como se describe en la patente de los Estados Unidos núm. 5,001,259, que, con bajas concentraciones de agua, el acetato de metilo y el yoduro de litio actúan como promotores de la velocidad solo cuando están presentes concentraciones relativamente altas de cada uno de estos componentes y que la promoción es mayor cuando ambos componentes están presentes simultáneamente. La concentración absoluta del contenido de iones yoduro se proporciona meramente como un ejemplo y no debe interpretarse como limitante.

En modalidades, el proceso para producir ácido acético incluye, además, introducir un compuesto de litio en el reactor para mantener la concentración de acetato de litio en una cantidad de 0,3 a 0,7 % en peso en el medio de reacción. En modalidades, se introduce una cantidad del compuesto de litio en el reactor para mantener la concentración de yoduro de hidrógeno en una cantidad de 0,1 a 1,3 % en peso en el medio de reacción. En modalidades, la concentración del catalizador de rodio se mantiene en una cantidad de 200 a 3000 ppm en peso en el medio de reacción, la concentración de agua se mantiene en una cantidad de 0,1 a 4,1 % en peso en el medio de reacción y la concentración de acetato de metilo se mantiene de 0,6 a 4,1 % en peso en el medio de reacción, basado en el peso total del medio de reacción presente dentro del reactor de carbonilación.

- En modalidades, el compuesto de litio introducido en el reactor se selecciona del grupo que consiste en acetato de litio, carboxilatos de litio, carbonatos de litio, hidróxido de litio, otras sales orgánicas de litio y mezclas de los mismos. En modalidades, el compuesto de litio es soluble en el medio de reacción. En una modalidad, puede usarse acetato de litio dihidratado como la fuente del compuesto de litio.
- 15 El acetato de litio reacciona con el yoduro de hidrógeno de acuerdo con la siguiente reacción de equilibrio (I) para formar yoduro de litio y ácido acético:

- 20 Se cree que el acetato de litio proporciona un control mejorado de la concentración de yoduro de hidrógeno en relación con otros acetatos, como el acetato de metilo, presente en el medio de reacción. Sin estar atados a la teoría, el acetato de litio es una base conjugada de ácido acético y, por lo tanto, es reactivo frente al yoduro de hidrógeno mediante una reacción ácido-base. Se cree que esta propiedad da como resultado un equilibrio de la reacción (I) que favorece los productos de reacción por encima de los producidos por el equilibrio correspondiente de acetato de metilo y yoduro de hidrógeno. Este equilibrio mejorado se ve favorecido por concentraciones de agua de menos del 4,1 % en peso en el 25 medio de reacción. Además, la volatilidad relativamente baja del acetato de litio en comparación con el acetato de metilo permite que el acetato de litio permanezca en el medio de reacción, excepto por las pérdidas de volatilidad y pequeñas cantidades de arrastre en el producto crudo de vapor. En contraste, la volatilidad relativamente alta del acetato de metilo permite que el material se destile en el tren de purificación, lo que hace que el acetato de metilo sea más difícil de 30 controlar. El acetato de litio es mucho más fácil de mantener y controlar en el proceso a bajas concentraciones consistentes de yoduro de hidrógeno. Por consiguiente, puede emplearse una cantidad relativamente pequeña de acetato de litio en relación con la cantidad de acetato de metilo necesaria para controlar las concentraciones de yoduro de hidrógeno en el medio de reacción. Se ha descubierto, además, que el acetato de litio es al menos tres veces más efectivo que el acetato de metilo para promover la adición oxidativa de yoduro de metilo al complejo de rodio [I].
- En modalidades, la concentración de acetato de litio en el medio de reacción se mantiene mayor o igual a 0,3 % en peso, o mayor o igual a 0,35 % en peso, o mayor o igual a 0,4 % en peso, o mayor o igual a 0,45 % en peso, o mayor o igual a 0,5 % en peso, y/o en modalidades, la concentración de acetato de litio en el medio de reacción se mantiene menor o igual a 0,7 % en peso, o menor o igual a 0,65 % en peso, o menor o igual a 0,6 % en peso, o menor o igual a 0,55 % en peso.

35

45

50

55

Se ha descubierto que un exceso de acetato de litio en el medio de reacción puede afectar negativamente a los otros compuestos en el medio de reacción, lo que conduce a una disminución de la productividad. Por el contrario, se ha descubierto que una concentración de acetato de litio en el medio de reacción por debajo de aproximadamente 0,3 % en peso es incapaz de mantener las concentraciones deseadas de yoduro de hidrógeno en el medio de reacción por debajo de 1,3 % en peso.

En modalidades, el compuesto de litio puede introducirse de forma continua o intermitente en el medio de reacción. En modalidades, el compuesto de litio se introduce durante el arranque del reactor. En modalidades, el compuesto de litio se introduce intermitentemente para reemplazar las pérdidas por arrastre.

- El medio de reacción también puede contener impurezas que deben controlarse para evitar la formación de subproductos. Una impureza en el medio de reacción puede ser yoduro de etilo, que es difícil de separar del ácido acético. El solicitante ha descubierto, además, que la formación de yoduro de etilo puede verse afectada por numerosas variables, incluida la concentración de acetaldehído, acetato de etilo, acetato de metilo y yoduro de metilo en el medio de reacción. Además, se ha descubierto que el contenido de etanol en la fuente de metanol, la presión parcial de hidrógeno y el contenido de hidrógeno en la fuente de monóxido de carbono afecta la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción y, en consecuencia, la concentración de ácido propiónico en el producto final de ácido acético.
- 60 En modalidades, la concentración de ácido propiónico en el producto de ácido acético puede mantenerse adicionalmente por debajo de 250 ppm en peso si se mantiene la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción menor o igual a 750 ppm en peso sin eliminar el ácido propiónico del producto de ácido acético.
- En modalidades, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción y el ácido propiónico en el producto de ácido acético pueden estar presentes en una relación en peso de 3:1 a 1:2. En modalidades, la concentración de acetaldehído: yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene en una relación en peso de 2:1 a 20:1.

En modalidades, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción puede mantenerse si se controla al menos una de las presiones parciales de hidrógeno, la concentración de acetato de metilo, la concentración de yoduro de metilo y/o la concentración de acetaldehído en el medio de reacción.

5

10

En modalidades, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene/controla para que sea menor o igual a 750 ppm en peso, o por ejemplo, menor o igual a 650 ppm en peso, o menor o igual a 550 ppm en peso, o menor o igual a 350 ppm en peso. En modalidades, la concentración de yoduro de etilo en el medio de reacción se mantiene/controla a mayor o igual a 1 ppm en peso o, por ejemplo, 5 ppm en peso, o 10 ppm en peso, o 20 ppm en peso, o 25 ppm en peso, y menor o igual a 650 ppm en peso, o por ejemplo, 550 ppm en peso, o 450 ppm en peso, o 350 ppm en peso.

15

En modalidades, la relación en peso de yoduro de etilo en el medio de reacción a ácido propiónico en el producto de ácido acético puede variar de 3:1 a 1:2, o por ejemplo, de 5:2 a 1:2, o de 2:1 a 1:2, o de 3:2 a 1:2.

•

En modalidades, la relación en peso de acetaldehído a yoduro de etilo en el medio de reacción puede variar de 20:1 a 2:1, o, por ejemplo, de 15:1 a 2:1 o de 9:1 a 2:1.

20

En una modalidad, la corriente de purga gaseosa 106 contiene cantidades bajas de yoduro de hidrógeno menor o igual a 1 % en peso, por ejemplo, menor o igual a 0,9 % en peso, menor o igual a 0,8 % en peso, menor o igual a 0,7 % en peso, menor o igual a 0,5 % en peso. El yoduro de hidrógeno en exceso de estas cantidades puede aumentar la carga sobre el depurador para evitar que se purgue el yoduro de hidrógeno.

25

En una modalidad, una prueba adecuada de permanganato de potasio es JIS K1351 (2007).

۷,

El medio de reacción líquido empleado puede incluir cualquier disolvente compatible con el sistema catalítico y puede incluir alcoholes puros o mezclas de la materia prima de alcohol y/o el ácido carboxílico y/o los ésteres deseados de estos dos compuestos. Un disolvente preferido y un medio de reacción líquido para el proceso de carbonilación con bajo contenido de agua contiene el producto de ácido carboxílico deseado. Así, en la carbonilación de metanol a ácido acético, un sistema disolvente preferido contiene ácido acético.

30

El agua está contenida en el medio de reacción, pero deseablemente a bajas concentraciones para lograr velocidades de reacción suficientes. Se ha enseñado previamente, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos núm. 3,769,329, que en las reacciones de carbonilación catalizadas con rodio, la adición de agua ejerce un efecto beneficioso sobre la velocidad de reacción. Así, algunas operaciones comerciales se realizan comúnmente a concentraciones de agua superiores al 14 % en peso. Sin embargo, en algunas modalidades, pueden usarse concentraciones de agua menores o iguales a 14 % en peso, por ejemplo, menor o igual a 10 % en peso, menor o igual a 1 % en peso o menor o igual a 0,1 % en peso. En términos de intervalos, el medio de reacción puede comprender de 0,1 % en peso a 14 % en peso de agua, por ejemplo, de 0,2 % en peso a 10 % en peso o de 0,25 % en peso a 5 % en peso, basado en el peso total del medio de reacción.

40

35

En una modalidad, la carbonilación se lleva a cabo mientras se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de 2 a 25 % en peso de sal de yoduro, 1 a 20 % en peso de yoduro de metilo, 0,1 a 30 % en peso de acetato de metilo y 0,1 a 10 % en peso de agua.

45

Las temperaturas de reacción típicas para la carbonilación serán de 150 a 250 °C, con el intervalo de temperatura de 180 a 225 °C como intervalo preferido. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede variar ampliamente, pero típicamente es de 2 a 30 atmósferas, por ejemplo, de 3 a 10 atmósferas. Debido a la presión parcial de los subproductos y la presión de vapor de los líquidos contenidos, la presión total del reactor oscilará entre 15 y 40 atmósferas.

50

La reacción ilustrativa y el sistema de recuperación de ácido acético 100 se muestran en la Figura 1. Como se muestra, la corriente de alimentación que contiene metanol 101 y la corriente de alimentación que contiene monóxido de carbono 102 se dirigen al reactor de carbonilación en fase líquida 104, en donde se produce la reacción de carbonilación.

55

El reactor de carbonilación 104 es preferentemente un recipiente agitado o un recipiente de tipo columna de burbuja, con o sin un agitador, dentro del cual los contenidos de líquido o de suspensión reaccionantes se mantienen, preferentemente automáticamente, a un nivel predeterminado, que preferentemente permanece sustancialmente constante durante el funcionamiento normal. En el reactor de carbonilación 104, se introducen continuamente metanol fresco, monóxido de carbono y agua suficiente según sea necesario para mantener concentraciones adecuadas en el medio de reacción.

60

65

En un proceso de carbonilación típico, el monóxido de carbono se introduce continuamente en el reactor de carbonilación, deseablemente a través de un plato de distribución por debajo del agitador, que puede usarse para agitar los contenidos. La alimentación gaseosa preferentemente se dispersa completamente a través del líquido de reacción por este medio de agitación. Deseablemente, la corriente de purga gaseosa 106 se descarga del reactor 104 para evitar

la acumulación de subproductos gaseosos y para mantener una presión parcial establecida de monóxido de carbono a una presión total dada del reactor. La temperatura del reactor puede controlarse y la alimentación de monóxido de carbono se introduce a una velocidad suficiente para mantener la presión total deseada del reactor. La corriente 113 que comprende el medio de reacción líquido sale del reactor 104. Al menos una porción de la corriente de purga gaseosa 106 se dirige al intercambiador de calor 103 donde al menos una porción de la corriente de purga gaseosa 106 se condensa para formar la corriente condensada de retorno del reactor 105 y la corriente de vapor de ventilación del reactor 107. Al menos una porción de la corriente de purga gaseosa 106, por ejemplo, la corriente de vapor de ventilación del reactor 107, se dirige a la torre de absorción 109. La corriente condensada de retorno del reactor 105 se recicla al reactor 104.

10

El producto crudo de ácido acético puede purificarse en la zona de separación 108 para recuperar el ácido acético y reciclar la solución del catalizador, yoduro de metilo, acetato de metilo y otros componentes del sistema dentro del proceso. Así, una solución de catalizador reciclado, tal como la corriente 110 del evaporador 112, y una o más de las corrientes de reciclaje 114, 116, 118 y 120, se introducen, además, en el reactor 104. Por supuesto, una o más de las corrientes de reciclaje pueden combinarse antes de introducirse en el reactor. El sistema de separación controla preferentemente, además, el contenido de agua y ácido acético en el reactor de carbonilación, así como también en todo el sistema, y facilita la eliminación de PRC.

20

15

El medio de reacción se extrae del reactor de carbonilación 104 a una velocidad suficiente para mantener un nivel constante en el mismo y se proporciona al evaporador 112 a través de la corriente 113. En el evaporador 112, el producto crudo se separa en una etapa de separación instantánea para obtener una corriente de vapor de producto 122 que comprende ácido acético y una corriente menos volátil 110 que comprende una solución que contiene catalizador (predominantemente ácido acético que contiene el rodio y la sal de yoduro junto con cantidades menores de acetato de metilo, yoduro de metilo y aqua), que preferentemente se recicla al reactor, como se discutió anteriormente.

25

La corriente de vapor de producto 122 también comprende yoduro de metilo, acetato de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, PRC. Los gases disueltos que salen del reactor y entran en el evaporador comprenden una porción del monóxido de carbono y pueden contener, además, subproductos gaseosos tales como metano, hidrógeno y dióxido de carbono. Tales gases disueltos salen del evaporador como parte de la corriente de destilado de cabeza. Al menos una porción de la corriente de vapor de producto 122 se dirige al intercambiador de calor 121, a través de la línea 122', donde el contenido de la línea 122' se condensa para formar la corriente condensada de retorno del evaporador 123 y la corriente de vapor de ventilación del evaporador 125. Al menos una porción de la corriente de vapor de producto 122, por ejemplo, la corriente de vapor de ventilación del evaporador 125, se dirige a la torre de absorción 109. La corriente condensada de retorno del evaporador 123 se recicla al reactor 104.

35

40

45

50

30

En una modalidad, la corriente de vapor de producto comprende ácido acético, yoduro de metilo, acetato de metilo, aqua, acetaldehído y voduro de hidrógeno. En una modalidad, la corriente de vapor de producto comprende ácido acético en una cantidad de 45 a 75 % en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 20 a 50 % en peso, acetato de metilo en una cantidad menor o igual a 9 % en peso, y agua en una cantidad menor o igual a 15 % en peso, basado en el peso total de la corriente de vapor de producto. En otra modalidad, la corriente de vapor de producto comprende ácido acético en una cantidad de 45 a 75 % en peso, yoduro de metilo en una cantidad de 24 a menos de 36 % en peso, acetato de metilo en una cantidad menor o igual a 9 % en peso, y agua en una cantidad menor o igual a 15 % en peso, basado en el peso total de la corriente de vapor de producto. Con mayor preferencia, la corriente de vapor de producto comprende ácido acético en una cantidad del 55 al 75 % en peso, yoduro de metilo en una cantidad del 24 al 35 % en peso, acetato de metilo en una cantidad del 0,5 al 8 % en peso y agua en una cantidad de 0,5 a 14 % en peso. En otra modalidad preferida adicional, la corriente de vapor de producto comprende ácido acético en una cantidad del 60 al 70% en peso, yoduro de metilo en una cantidad del 25 al 35 % en peso, acetato de metilo en una cantidad del 0,5 al 6,5 % en peso, y agua en una cantidad de 1 a 8 % en peso. La concentración de acetaldehído en la corriente de vapor de producto puede estar en una cantidad de 0,005 a 1 % en peso, basado en el peso total de la corriente de vapor de producto, por ejemplo, de 0,01 a 0,8 % en peso, o de 0,01 a 0,7 % en peso. En algunas modalidades, el acetaldehído puede estar presente en cantidades menores o iguales a 0,01 % en peso. La corriente de vapor de producto puede comprender yoduro de hidrógeno en una cantidad menor o igual a 1 % en peso, basado en el peso total de la corriente de vapor de producto, por ejemplo, menor o igual a 0,5 % en peso, o menor o igual a 0,1 % en peso. El voduro de hidrógeno está presente preferentemente en la corriente de vapor de producto. La corriente de vapor de producto está preferentemente sustancialmente libre de ácido propiónico, es decir, contiene menos que o igual a 0,0001 % en peso, basado en el peso total de la corriente de vapor de producto.

55

60

65

La corriente de reciclaje líquido comprende ácido acético, el catalizador metálico, metales de corrosión, así como también otros diversos compuestos. En una modalidad, la corriente de reciclaje líquido comprende ácido acético en una cantidad del 60 al 90 % en peso, catalizador metálico en una cantidad del 0,01 al 0,5 % en peso; metales de corrosión (por ejemplo, níquel, hierro y cromo) en una cantidad total de 10 a 2500 ppm en peso; yoduro de litio en una cantidad de 5 a 20 % en peso; yoduro de metilo en una cantidad de 0,5 a 5 % en peso; acetato de metilo en una cantidad de 0,1 a 5 % en peso; agua en una cantidad de 0,1 a 8 % en peso; acetaldehído en una cantidad menor o igual a 1 % en peso (por ejemplo, de 0,0001 a 1 % en peso de acetaldehído); y yoduro de hidrógeno en una cantidad menor o igual a 0,5 % en peso (por ejemplo, de 0,0001 a 0,5 % en peso de yoduro de hidrógeno).

La corriente de destilado de cabeza del evaporador 112 se dirige a la columna de fracciones ligeras 124 como corriente de vapor de producto 122, donde la destilación produce una corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126, un producto de ácido acético purificado que preferentemente se elimina a través de una corriente lateral 128, y una corriente residual de alto punto de ebullición 116. El ácido acético eliminado mediante la corriente lateral 128 se somete preferentemente a una purificación adicional, tal como en la columna de secado 130 para la separación selectiva del ácido acético del agua. Al menos una porción de la corriente de vapor del destilado de cabeza 126 se dirige al intercambiador de calor 127, a través de la línea 126, donde los contenidos de la línea 126 se condensan para formar la corriente condensada de retorno de fracciones ligeras 129 y la corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras 137. Al menos una porción de la corriente de vapor del destilado de cabeza 126, por ejemplo, la corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras 137, se dirige a la torre de absorción 109. La corriente condensada de retorno de fracciones ligeras 129 se recicla al reactor 104 u opcionalmente retorna a la columna de fracciones ligeras 124 (no mostrada).

Una torre de absorción ilustrativa y los componentes acompañantes se muestran en la Figura 2.

10

15

20

25

30

50

55

60

65

Una o más de las corrientes 107, 125, 136 y 137 están dirigidas al sistema de absorción 200. El sistema de absorción 200 incluye el sistema de conmutación 202 que tiene una pluralidad de válvulas y bombas con el fin de acoplar selectivamente el sistema de absorción 200 a las fuentes de disolvente de depuración y retornar los extractos usados al punto deseado en el sistema de carbonilación como se describe más adelante. Tenga en cuenta, además, que el reactor 104 puede descargarse directamente al sistema de absorción 200 si es necesario.

El sistema de absorción 200 comprende la torre de absorción 209 que se alimenta con gas de ventilación a través de la línea 204 y con disolvente de depuración a través de la línea 206. La línea 204 representa una o más corriente de ventilación, como se muestra en la Figura 1. Preferentemente, el disolvente de depuración se enfría con un enfriador 208 antes de ser alimentado a la torre de absorción 209 en donde el disolvente fluye a contracorriente con respecto al gas de ventilación y absorbe yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno y componentes relativos adicionales antes de salir de la torre por la línea de retorno 210 y retornar a la unidad de carbonilación. El gas de ventilación depurado sale de la torre a través de la línea 212 y puede procesarse adicionalmente. Alternativamente, si se desea, se podría proporcionar una segunda etapa de depuración del agua en la torre de absorción 209. Preferentemente, más del 90 % del yoduro de metilo se elimina del gas de ventilación. El fluido depurador generalmente se enfría a una temperatura de 5 °C a 25 °C antes de su uso en la torre, con la condición de que cuando se usa ácido acético como disolvente del depurador, la temperatura del disolvente se mantiene preferentemente a 17 °C o más para evitar el congelamiento.

El sistema de conmutación 202 incluye una pluralidad de válvulas tales como las válvulas 214, 216, 218, 220, 222 y una o más bombas 224, 226 para aumentar la presión en las líneas de retorno 228, 230, 232, 234 si es necesario. Las válvulas de alimentación 220, 222 se usan para seleccionar el disolvente del depurador que puede ser metanol de un tanque de alimentación o ácido acético del producto, en dependencia del modo de funcionamiento de la torre de absorción 209.

En el funcionamiento estable del sistema de carbonilación de la Figura 1, la válvula 222 se cierra y el metanol se alimenta desde el tanque de alimentación a través de la válvula abierta 220 a través de la línea 236 al enfriador 208, en donde el metanol se enfría. Desde el enfriador, el metanol se alimenta a la torre de absorción 209, donde fluye a contracorriente con el gas de ventilación y absorbe yoduro de metilo y otros componentes volátiles de allí antes de salir de la columna por la línea 210. El disolvente usado con yoduro de metilo absorbido se bombea de vuelta al reactor o al tanque de alimentación con las bombas 224, 226 a través de la línea 230. En este modo de operación, las válvulas 216, 218 están cerradas y la válvula 214 está abierta.

Durante el arranque o apagado del sistema, puede desearse operar la torre de absorción 209 mediante el uso de ácido acético como disolvente depurador. En este modo de operación, la válvula 222 está abierta y la válvula 220 está cerrada. El ácido puede obtenerse del producto ácido o de un tanque si así se desea. El ácido fluye a través de la línea 236 hasta el enfriador 208, donde se enfría y alimenta a la torre de absorción 209 a través de la línea 206 y depura el gas de ventilación suministrado a través de la línea 204 como se indicó anteriormente. El ácido sale de la torre de absorción 209 a través de la línea 210 y se bombea nuevamente al sistema de carbonilación por medio de las bombas 224, 226 a través de las líneas 228, 232. En este modo de funcionamiento de la torre de absorción 209, las válvulas 214, 218 están cerradas y la válvula 216 está abierta de modo que el ácido acético usado es retornado a la columna de fracciones ligeras, la columna de secado o a cualquier otra parte del sistema de purificación para la separación.

Durante el cambio de un disolvente a otro, como por ejemplo de metanol a ácido acético, generalmente no es deseable retornar el fluido de depuración al sistema de alimentación de metanol o a la columna de fracciones ligeras, ya que se producen ineficiencias. Para ello, puede realizarse un cambio en aproximadamente 5 a aproximadamente 20 minutos, tiempo durante el cual el disolvente de depuración usado se alimenta a un depósito de catalizador. En el modo de cambio, las válvulas 214, 216 están cerradas y la válvula 218 está abierta. Así, el sistema se opera generalmente mediante (a) la alimentación de gas de ventilación desde la unidad de carbonilación a la torre de absorción, el gas de ventilación incluye yoduro de metilo y, opcionalmente, componentes volátiles adicionales; (b) suministrar un primer absorbente a la torre de absorción, el primer absorbente consiste esencialmente en ácido acético; (c) poner en contacto el gas de ventilación con el primer absorbente, para eliminar así el yoduro de metilo y, opcionalmente, componentes

volátiles adicionales del gas y absorber yoduro de metilo y, opcionalmente, componentes volátiles adicionales en el primer absorbente; (d) alimentar una corriente de retorno del absorbedor que incluye el primer yoduro de metilo absorbente y absorbido y, opcionalmente, componentes volátiles absorbidos adicionales a la columna de fracciones ligeras, la columna de secado u otra parte del sistema de purificación; (e) terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción; (f) suministrar un segundo absorbente a la torre de absorción, el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol; (g) poner en contacto el gas de ventilación con el segundo absorbente, para así eliminar el yoduro de metilo y, opcionalmente, componentes volátiles adicionales del gas y absorber yoduro de metilo y, opcionalmente, componentes volátiles adicionales en el segundo absorbente; (h) alimentar una corriente de absorción de retorno que incluye primer absorbente, segundo absorbente, yoduro de metilo absorbido y, opcionalmente, componentes volátiles absorbidos adicionales desde la torre de absorción al reactor; y (i) después del período de transición, continuar la alimentación de una corriente de absorción de retorno que incluye un segundo absorbente y yoduro de metilo absorbido y, opcionalmente, componentes volátiles adicionales absorbidos al reactor. La alimentación a la torre de absorción se selecciona mediante la operación de las válvulas 220, 222.

10

15

20

25

30

35

40

65

Volviendo a las operaciones del decantador, se ha revelado en las patentes de los Estados Unidos núms. 6,143,930 y 6,339,171 que generalmente hay una concentración más alta de los PRC, y en particular el contenido de acetaldehído, en la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición que sale de la columna de fracciones ligeras que en la corriente de residuo de alto punto de ebullición que sale de la columna. Así, en algunos casos, la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126, que contiene PRC, se somete a un procesamiento adicional en el sistema de eliminación de PRC 132 para reducir y/o eliminar la cantidad de PRC presente. Como se muestra, la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126, por lo tanto, se condensa y se dirige a una unidad de separación de fase del destilado de cabeza, como se muestra por el recipiente de decantación de destilado de cabeza 134. Además de los PRC, la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126 puede contener típicamente yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético y agua.

Las condiciones se mantienen deseablemente en el proceso de tal manera que la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126, una vez en el decantador 134, pueda separarse para formar una fase ligera y una fase pesada. Generalmente, la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126 se enfría hasta una temperatura suficiente para condensar y separar el yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído y otros componentes de carbonilo, y agua condensable para formar dos fases separadas. Una porción de la corriente 126 puede incluir gases no condensables tales como monóxido de carbono, dióxido de carbono, yoduro de hidrógeno, hidrógeno y similares que pueden dirigirse a la torre de absorción 109.

La fase ligera condensada en el decantador generalmente puede comprender agua, ácido acético y los PRC, así como también cantidades de yoduro de metilo y acetato de metilo. El yoduro de hidrógeno puede estar presente también en la fase ligera. La fase pesada condensada en el decantador 134 generalmente puede comprender yoduro de metilo, acetato de metilo y los PRC. El yoduro de hidrógeno puede estar presente también en la fase pesada. La fase líquida pesada condensada en el decantador 134 puede recircularse convenientemente, directa o indirectamente, al reactor 104 a través de la corriente 118. Por ejemplo, una porción de esta fase líquida pesada condensada puede recircularse al reactor, con una corriente retrógrada (no mostrada), generalmente una pequeña cantidad, por ejemplo, de 5 a 40 % en volumen, o de 5 a 20 vol. %, de la fase líquida pesada dirigida a un PRS. Esta corriente retrógrada de la fase líquida pesada puede tratarse individualmente o puede combinarse con la corriente condensada de fase líquida ligera 138 para la destilación y extracción adicional de impurezas de carbonilo.

Aunque las composiciones específicas de la corriente de fase ligera pueden variar ampliamente, se proporcionan algunas composiciones preferidas a continuación en la Tabla 1. En una modalidad, el yoduro de hidrógeno está presente en el destilado de cabeza de fracciones ligeras, preferentemente en una cantidad que varía de 0,01 % en peso a 1 % en peso, por ejemplo, de 0,02 % en peso a 1 % en peso, o de 0,04 % en peso a 0,07 % en peso.

50					
50	TABLA 1				
	Fase líquida lige	era ilustrativa del des conc. (% en peso)	stilado de cabeza de conc. (% en peso)		
55	Agua	40-80	50-75	70-75	
	Acetato de metilo	1-50	1-25	1-15	
	Ácido acético	1-40	1-25	5-15	
60	PRC	<5	<3	<1	
	Yoduro de metilo	<10	<5	<3	
	HI	<1	<0,5	<0,1	

En una modalidad, el decantador del destilado de cabeza está dispuesto y construido para mantener un nivel de interfaz bajo para evitar un exceso de retención de yoduro de metilo. Aunque las composiciones específicas de la fase líquida pesada pueden variar ampliamente, a continuación, se proporcionan algunas composiciones ilustrativas en la Tabla 2. En una modalidad, el yoduro de hidrógeno está presente en la fase pesada, además de los componentes enumerados a continuación.

5	TABLA 2 Fase líquida pesada ilustrativa del destilado de cabeza de fracciones ligeras				
		conc. (% en peso)	conc. (% en peso)	conc. (% en peso)	
	Agua	0,01-2	0,05-1	0,1-0,9	
10	Acetato de metilo	0,1-25	0,5-20	0,7-15	
	Ácido acético	0,1-10	0,2-8	0,5-6	
	PRC	<5	<3	<1	
	Yoduro de metilo	40-98	50-95	60-85	

15

20

40

45

50

55

60

65

La densidad de la lase liquida pesada 134 puede sel de 1,5 a 2, por ejemplo, de 1,5 a 1,0, de 1,5 a 1,7 5 o de 1,55 a 1,7. Como se describe en la patente de los Estados Unidos núm. 6,677,480, la densidad medida en la fase líquida pesada 134 se correlaciona con la concentración de acetato de metilo en el medio de reacción. A medida que disminuye la densidad, aumenta la concentración de acetato de metilo en el medio de reacción. En una modalidad de la presente invención, la fase líquida pesada 134 se recicla al reactor y la fase líquida ligera 133 se controla para que se recicle a través de la misma bomba. Puede que se desee reciclar una porción de la fase líquida ligera 133 que no interrumpa la bomba y mantenga una densidad de la fase líquida ligera combinada 133 y la fase líquida pesada mayor o igual a 1,3, por ejemplo, mayor o igual a 1,4, mayor o igual a 1,5, o mayor o igual a 1,7. Como se describe en la presente descripción, una porción de la fase líquida pesada 134 puede tratarse para eliminar impurezas tales como acetaldehído.

Como se muestra en la Figura 1, la fase ligera sale del decantador 134 por la corriente 131. Una primera porción, por ejemplo, una porción alícuota, de la corriente de fase ligera 131 se recicla a la parte superior de la columna de fracciones ligeras 124 como corriente de reflujo 140. Una segunda porción, por ejemplo, una porción alícuota, de la corriente de fase ligera 131 se dirige al PRS 132, como se discute a continuación y como se muestra en la corriente 142. Una tercera porción, por ejemplo, una porción alícuota, de la corriente de fase ligera 131 opcionalmente puede reciclarse al reactor 104 como se muestra por la corriente de reciclaje 114, cuando se desea o se necesita agua adicional en el reactor 104. En aspectos preferidos, el nivel de agua se mantiene en el reactor a un nivel deseado sin reciclar la corriente 114 al reactor 104, ya que reciclar la corriente 114 al reactor indeseablemente puede dar como resultado el reciclaje de ácido acético y aumentar innecesariamente la carga en el reactor 104. Así, un reciclaje del decantador 134 al reactor 104 es a través de la corriente de fase pesada 118.

La columna de fracciones ligeras 124 forma preferentemente, además, una corriente de residuo o de fondos 116, que comprende principalmente ácido acético y agua. Dado que la corriente de fondos de las fracciones ligeras 116 típicamente puede comprender algún catalizador residual, puede ser beneficioso reciclar todo o una porción de la corriente de fondo de las fracciones ligeras 116 al reactor 104. Opcionalmente, la corriente de fondos 116 de las fracciones ligeras puede combinarse con la fase de catalizador 110 desde el evaporador 112 y volver a unirse al reactor 104, como se muestra en la Figura 1.

Como se indicó anteriormente, además de la fase de destilado de cabeza, la columna de fracciones ligeras 124 forma, además, una corriente lateral de ácido acético 128, que preferentemente comprende principalmente ácido acético y agua. Con el fin de mantener una separación eficiente del producto, es importante que la composición de la corriente lateral 128 no varíe o fluctúe significativamente durante el funcionamiento normal.

Opcionalmente, una porción de la corriente lateral 128 puede recircularse a la columna de fracciones ligeras, preferentemente a un punto por debajo del cual la corriente lateral 128 se retiró de la columna de fracciones ligeras, con el fin de mejorar la separación.

Dado que la corriente lateral 128 contiene agua además del ácido acético, la corriente lateral 128 de la columna de fracciones ligeras 124 se dirige preferentemente a la columna de secado 130, en la cual el ácido acético y el agua se separan entre sí. Como se muestra, la columna de secado 130 separa la corriente lateral 128 de ácido acético para formar la corriente de destilado de cabeza 144 compuesta principalmente por agua y la corriente de fondos 146 compuesta principalmente por ácido acético. La corriente de destilado de cabeza 144 preferentemente se enfría y se condensa en una unidad de separación de fases, por ejemplo, el decantador 148, para formar una fase ligera y una fase pesada. Como se muestra, una porción de la fase ligera refluye, como se muestra por las corrientes 150 y 152 y el resto de la fase ligera es retornado al reactor 104, como se muestra por la corriente 120. La fase pesada, que típicamente es una emulsión que comprende agua y yoduro de metilo, preferentemente se retorna en su totalidad al reactor 104, como se muestra por la corriente 122, opcionalmente después de combinarse con la corriente 120. Las composiciones ilustrativas para la fase ligera de los destilados de cabeza de la columna de secado se proporcionan a continuación en la Tabla 3. En una modalidad, el yoduro de hidrógeno está presente en el destilado de cabeza de la columna de secado en una cantidad que varía de 0,01 % en peso a 1 % en peso, por ejemplo, de 0,05 % en peso a 1 % en peso, o de 0,01 % en peso a 0,5 % en peso.

TABLA 3
Composiciones ligeras ilustrativas del destilado de cabeza de la columna de secado

conc. (% en peso) conc. (% en peso) conc. (% en peso)

HOAc	1-20	1-15	1-10
Agua	50-90	60-90	70-90
Mel	<10	<5	<3
MeAc	1-20	1-15	1-10
HI	<1	<0,5	<0,2

La corriente de fondos de la columna de secado 146 preferentemente comprende o consiste esencialmente en ácido acético. En modalidades preferidas, la corriente de fondos de la columna de secado 146 comprende ácido acético en una cantidad mayor que 90 % en peso, por ejemplo, mayor que 95 % en peso o mayor que 98 % en peso. Opcionalmente, la corriente de fondos de la columna de secado 146 puede procesarse adicionalmente, por ejemplo, al pasar a través de una resina de intercambio iónico, antes de almacenarse o transportarse para uso comercial.

#### Eliminación de PRC

5

10

25

30

35

40

45

55

60

65

En algunos casos, puede ser ventajoso eliminar los PRC, principalmente aldehídos como el acetaldehído, de una corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición de una columna de destilación de fracciones ligeras, con mayor preferencia de la fase ligera condensada de una corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126 desde la columna de destilación de fracciones ligeras 124. Una o más de las corrientes del sistema de eliminación de PRC 132 pueden retornarse al sistema, por ejemplo, reciclarse, ya sea directa o indirectamente. En algunos casos, no se dirigen corrientes de retorno del sistema de eliminación de PRC 132 al reactor 104 o a las líneas de reciclaje al reactor 104. El sistema de eliminación de PRC incluye preferentemente al menos una columna de destilación y al menos una columna de extracción para reducir y/o eliminar los PRC. La publicación de la patente de los Estados Unidos núm. 2011/0288333 describe varias modalidades del sistema de eliminación de PRC que pueden emplearse con el presente proceso.

El sistema de eliminación de PRC que se muestra en la Figura 1 puede contener una sola etapa de extracción o puede incluir múltiples etapas de extracción, como se describe, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos núm. 7,223,886 y opcionalmente incluye la extracción de múltiples etapas a contracorriente. De acuerdo con diversas modalidades, una o más corrientes derivadas de una o ambas (i) la columna de destilación del sistema de eliminación de PRC y/o (ii) la etapa de extracción del sistema de eliminación de PRC (mostrada colectivamente como la corriente 154), por ejemplo, pueden retornarse al sistema, por ejemplo, uno o ambos (i) la columna de eliminación de las fracciones ligeras y/o (ii) la columna de secado del sistema de separación para el sistema de producción de ácido acético. Por ejemplo, una primera porción, por ejemplo, una porción alícuota, de una corriente de fondos de una columna de un sistema de eliminación de PRC puede dirigirse a la columna de fracciones ligeras 124 para procesamiento posterior, o una segunda porción, por ejemplo, una porción alícuota, de una corriente de fondos de una columna de un sistema de eliminación de PRC puede dirigirse a la columna de secado 130, preferentemente a la porción superior de la columna de secado 130, para su procesamiento posterior. Como otro ejemplo, un refinado de una unidad de extracción del PRS, que notablemente contiene yoduro de metilo, puede retornarse al sistema, por ejemplo, a una columna de fracciones ligeras o columna de secado o el refinado puede agregarse directamente al decantador 134 y/o puede retornarse al reactor 104.

#### 50 Sistema de eliminación de PRC

En algunas modalidades, una porción de fase líquida ligera y/o de fase líquida pesada puede separarse y dirigirse al PRS para recuperar yoduro de metilo y acetato de metilo durante la eliminación del acetaldehído. Como se muestra en las Tablas 1 y 2 anteriores, la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada contienen PRC y el proceso puede incluir la eliminación de impurezas de carbonilo, como el acetaldehído, que deterioran la calidad del producto de ácido acético y pueden eliminarse en columnas de eliminación de impurezas y absorbedores adecuados como se describe en las patentes de los Estados Unidos núms. 6,143,930; 6,339,171; 7,223,883; 7,223,886; 7,855,306; 7,884,237; 8,889,904; y la publicación de Estados Unidos núm. 2006/0011462. Las impurezas de carbonilo, como el acetaldehído, pueden reaccionar con los promotores catalíticos de yoduro para formar yoduros de alquilo, por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo, yoduro de hexilo, etc. Además, debido a que muchas impurezas se originan con acetaldehído, es deseable eliminar las impurezas de carbonilo de la fase líquida ligera.

La porción de la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada alimentada al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede variar del 1 % al 99 % del flujo de masa de la fase líquida ligera 133 y/o de la fase líquida pesada 134, por ejemplo, de 1 a 50 %, de 2 a 45 %, de 5 a 40 %, de 5 a 30 % o de 5 a 20 %. Además, en algunas modalidades, una porción de la fase líquida ligera 133 y de la fase líquida pesada 134 puede alimentarse al sistema de eliminación de

acetaldehído o PRC. La porción de la fase líquida ligera 133 que no se alimenta al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede refluir a la primera columna o reciclarse al reactor, como se describe en la presente descripción. La porción de la fase líquida pesada 134 que no se alimenta al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede reciclarse al reactor. Aunque una porción de la fase líquida pesada 134 puede refluir a la primera columna, es más deseable retornar al reactor la fase líquida pesada 134 enriquecida con yoduro de metilo.

5

10

15

20

25

35

40

45

50

55

60

65

En una modalidad, al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada se transporta al sistema de eliminación de PRC para la separación para formar un destilado de cabeza que comprende yoduro de hidrógeno. En una modalidad, el sistema de eliminación de PRC es un sistema de una columna. En tales casos, los inventores ahora han descubierto que el destilado de cabeza que sale de la columna puede contener yoduro de hidrógeno, por ejemplo, una cantidad aumentada de yoduro de hidrógeno debido a la reacción que ocurre en el sistema de eliminación de PRC a través de la hidrólisis del yoduro de metilo (y/o a través de la reacción del yoduro de metilo y el ácido acético para producir yoduro de hidrógeno y acetato de metilo). Esta corriente puede enviarse a la torre de absorción para el tratamiento del yoduro de hidrógeno.

Como se muestra en la Figura 3, al menos una porción de la fase ligera en la línea 142 y/o de la fase pesada en la línea 118' puede dirigirse al sistema de eliminación de PRC 132, que comprende la columna 160. La columna 10 forma destilados de cabeza de vapor 162 y la corriente de proceso del fondo 164 que comprende agua, acetato de metilo y/o metanol. El destilado de cabeza de vapor 162 comprende yoduro de hidrógeno, por ejemplo, yoduro de hidrógeno formado mediante reacciones que tienen lugar en la columna 160. El destilado de cabeza de vapor 162 puede pasarse a través de un intercambiador de calor/condensador (no mostrado) y recogerse en el recipiente 166. La corriente de ventilación del recipiente 168 comprende algo del yoduro de hidrógeno en el destilado de cabeza de vapor 162 y se extrae del recipiente 166 y se transporta al absorbedor 109. Una porción del destilado de cabeza de vapor 162 puede combinarse con la corriente de ventilación del recipiente 18 y dirigirse al absorbedor 109 a través de la línea 162'. Opcionalmente, la línea 162' puede transportarse directamente al absorbedor 109 sin combinarse con la línea 168. Una porción de la corriente condensada de destilado de cabeza de vapor puede retornarse a la columna 160 y otra porción puede dirigirse a un procesamiento posterior.

En otras modalidades, el sistema PRS es un sistema de dos columnas. Los inventores ahora han descubierto que el destilado de cabeza que sale de cualquiera de las columnas puede contener yoduro de hidrógeno, por ejemplo, una cantidad aumentada de yoduro de hidrógeno.

En una modalidad, una porción de la fase líquida ligera 133 y/o de la fase líquida pesada 134 se alimenta a una columna de destilación que enriquece el destilado de cabeza con acetaldehído y voduro de metilo. Además, el destilado de cabeza también puede enriquecerse en yoduro de hidrógeno. En dependencia de la configuración, puede haber dos columnas de destilación separadas, y el destilado de cabeza de la segunda columna puede enriquecerse en acetaldehído y yoduro de metilo. El destilado de cabeza del segundo puede enriquecerse además en yoduro de hidrógeno. El dimetiléter, que puede formarse in situ, puede estar presente también en el destilado de cabeza. El destilado de cabeza puede estar sujeto a una o más etapas de extracción para eliminar un refinado enriquecido en yoduro de metilo y un extractante. En algunos casos, el o los destilados de cabeza del sistema de eliminación de PRC pueden tratarse para eliminar el monóxido de carbono. Como un ejemplo, puede emplearse un absorbedor de oscilación de presión. Una porción del refinado puede retornarse a la columna de destilación, primera columna, decantador del destilado de cabeza y/o reactor. Por ejemplo, cuando la fase líquida pesada se trata en el sistema de eliminación de PRC, puede desearse retornar una porción del refinado a la columna de destilación o al reactor. Además, por ejemplo, cuando se trata la fase líquida ligera 133 en el sistema de eliminación de PRC, puede desearse retornar una porción del refinado a la primera columna, al decantador del destilado de cabeza o al reactor. En algunas modalidades, el extracto puede destilarse adicionalmente para eliminar el agua, que retorna a una o más etapas de extracción. Los fondos de columna, que contienen más acetato de metilo y yoduro de metilo que la fase líquida ligera 133, pueden reciclarse también al reactor 105 y/o refluirse a la primera columna 120.

El destilado de cabeza de una unidad de eliminación de PRC de una columna puede contener yoduro de hidrógeno. El destilado de cabeza se puede recoger en un recipiente y se puede extraer una corriente de ventilación del recipiente.

En una modalidad, el proceso de la presente invención comprende las etapas de: alimentar a la torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS (desde la primera y única columna); y poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el yoduro de hidrógeno absorbido.

En una modalidad en donde se emplea un sistema de dos columnas, el proceso de la presente invención comprende las etapas de: alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS (de la segunda columna); poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el yoduro de hidrógeno absorbido.

En las modalidades en las que la corriente de ventilación del destilado de cabeza o del recipiente del sistema de eliminación de PRC se pone en contacto con un absorbente, los inventores han descubierto que el tratamiento con absorbente elimina eficazmente el yoduro de hidrógeno que puede formarse en el sistema de eliminación de PRC.

Para los fines de la presente descripción y reivindicaciones, las corrientes de destilados de cabeza y los decantadores del destilado de cabeza de la columna de eliminación de fracciones ligeras y de la columna de secado se consideran parte de la columna de eliminación de fracciones ligeras y de la columna de secado.

10 Como se indicó anteriormente, cualquiera de las fases de la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126 puede procesarse posteriormente para eliminar los PRC.

5

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Las columnas de destilación de la presente invención pueden ser una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de plato, una columna de relleno y otras. Las columnas de platos pueden incluir una columna de plato perforado, una columna de burbujeo, una columna de bandeja de Kittel, una bandeja uniflux o una columna de bandeja ondulada. Para una columna de platos, el número teórico de platos no está particularmente limitado y, en dependencia de la especie del componente a separar, puede incluir hasta 80 platos, por ejemplo, de 2 a 80, de 5 a 60, de 5 a 50, o con mayor preferencia de 7 a 35. La columna de destilación puede incluir una combinación de diferentes aparatos de destilación. Por ejemplo, puede usarse una combinación de columna de burbujeo y columna de plato perforado, así como también una combinación de columna de plato perforado y una columna de relleno.

La temperatura y la presión de destilación en el sistema de destilación pueden seleccionarse adecuadamente en dependencia de la condición tal como la especie del ácido carboxílico objetivo y las especies de la columna de destilación, o el objetivo de eliminación seleccionado de la impureza de punto de ebullición inferior y la impureza de punto de ebullición más alto de acuerdo con la composición de la corriente de alimentación. Por ejemplo, en un caso en el que la columna de destilación lleva a cabo la purificación del ácido acético, la presión interna de la columna de destilación (generalmente, la presión de la parte superior de la columna) puede ser de 0,01 a 1 MPa, por ejemplo, de 0,02 a 0, 7 MPa, y con mayor preferencia de 0,05 a 0,5 MPa en términos de presión manométrica. Además, la temperatura de destilación de la columna de destilación, es decir, la temperatura interna de la columna a la temperatura de la parte superior de la columna puede controlarse al ajustar la presión interna de la columna y, por ejemplo, puede ser de 20 a 200 °C, por ejemplo, de 50 a 180 °C, y con mayor preferencia de aproximadamente 100 a 160 °C.

El material de cada miembro o unidad asociado con el sistema de destilación, incluidas las columnas, válvulas, condensadores, recipientes, bombas, calderas y componentes internos, y varias líneas, cada una de las cuales se comunica con el sistema de destilación pueden ser de un material adecuado, tales como vidrio, metal, cerámica, o combinaciones de los mismos, y no está particularmente limitada a uno específico. De acuerdo con la presente invención, el material del sistema de destilación anterior y de varias líneas es un metal de transición o una aleación a base de metal de transición tal como una aleación de hierro, por ejemplo, una aleación de acero inoxidable, níquel o aleación de níquel, circonio o aleación de circonio, titanio o aleación de titanio, o aleación de aluminio. Las aleaciones a base de hierro adecuadas incluyen cualquier aleación que contenga hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable que comprenda, además, cromo, níquel, molibdeno y otros. Una aleación a base de níquel adecuada incluye contener níquel como componente principal y uno o más de cromo, hierro, cobalto, molibdeno, tungsteno, manganeso y otros, por ejemplo, HASTELLOY™ e INCONEL™. Los metales resistentes a la corrosión pueden ser particularmente adecuados como materiales para el sistema de destilación y de varias líneas.

Para los fines de la presente descripción, debe entenderse que el término "porción alícuota" se refiere a ambos: (i) una porción de una corriente principal que tiene la misma composición que la corriente principal de la cual se deriva, y (ii) una corriente que comprende una porción de una corriente principal que tiene la misma composición que la corriente principal de la que se deriva y una o más corrientes adicionales que se han combinado con la misma. Así, dirigir una corriente de retorno que comprende una porción alícuota de una corriente de destilación de fondos del PRS a la columna de fracciones ligeras abarca la transferencia directa de una porción de la corriente de destilación de fondos del PRS a la columna de fracciones ligeras así como también la transferencia de una corriente derivada que comprende (i) una porción de la corriente de destilación de fondos del PRS y (ii) una o más corrientes adicionales que se combinan con la misma antes de la introducción en la columna de fracciones ligeras. Una "porción alícuota" no incluiría, por ejemplo, corrientes formadas en una etapa de destilación o una etapa de separación de fases, que no serían iguales en composición a la corriente principal de la que se derivan ni derivadas de dicha corriente.

Un experto en la técnica que tenga el beneficio de esta descripción puede diseñar y operar una columna de destilación del PRS para lograr los resultados deseados. En consecuencia, la práctica de este proceso no se limita necesariamente a las características específicas de una columna de destilación particular o a las características de operación de la misma, tales como el número total de etapas, el punto de alimentación, la relación de reflujo, la temperatura de alimentación, la temperatura de reflujo, el perfil de temperatura de la columna, y similares.

Como es evidente a partir de las figuras y el texto presentados anteriormente, se contempla una variedad de modalidades:

#### E1. Un proceso para producir ácido acético que comprende:

5

10

15

20

25

30

35

40

55

60

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno;

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de al menos una de las corrientes de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor;

poner en contacto la torre de absorción con un primer absorbente que comprende ácido acético para absorber yoduro de metilo y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado; terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor,

en el que la carbonilación comprende condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de retorno del reactor y una corriente de vapor de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del reactor a la torre de absorción.

- **E2.** El proceso de acuerdo con la modalidad E1, en el que el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol.
- E3. El proceso de acuerdo con la modalidad E1 o E2, que comprende, además, la etapa de enfriar el primer absorbente antes del contacto.
- **E4.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E3, que comprende, además, la etapa de enfriar el segundo absorbente antes del contacto.
- **E5.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E4, que comprende, además, mezclar la segunda corriente de retorno del absorbedor con metanol o un derivado reactivo del mismo antes del transporte.
- **E6.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E5, en el que la alimentación de la torre de absorción comprende acetato de metilo y el primer y el segundo absorbente absorben el acetato de metilo de la alimentación de la torre de absorción.
  - **E7.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E6, en el que el proceso no emplea una columna de separación para tratar el primer absorbente y/o el segundo absorbente.
- **E8.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E7, en el que la carbonilación se lleva a cabo mientras se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de 2 a 25 % en peso de sal de yoduro, 1 a 20 % en peso de yoduro de metilo, 0,1 a 30 % en peso de acetato de metilo y 0,1 a 10 % en peso de agua.
  - **E9.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E8, en el que la segunda corriente de retorno del absorbedor no es retornada a la zona de separación.
- **E10.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E9, en el que el contacto de la alimentación de la torre de absorción con metanol o acetato de metilo en el segundo absorbente forma yoduro de metilo.
  - **E11.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E10, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende: transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor durante un período de transición; y después del período de transición, continuar la alimentación de la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor.
  - **E12.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E11, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor después de la terminación del suministro del primer absorbente.
  - **E13.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E12, en el que la segunda corriente de vapor comprende, además, componentes volátiles.
    - **E14.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E13, en el que la evaporación rápida comprende condensar al menos una porción de la primera corriente de vapor para formar la corriente condensada de retorno del evaporador y la corriente de vapor de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del evaporador a la torre de absorción.

- **E15.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E14, en donde la segunda corriente de vapor se decanta para formar una corriente de ventilación del decantador que comprende yoduro de hidrógeno y al menos una porción de la segunda corriente de vapor comprende la corriente de ventilación del decantador.
- **E16.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E15, en el que la separación comprende, además, condensar al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno de fracciones ligeras y una corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras a la torre de absorción.

El sistema de eliminación de PRC que se muestra en la Figura 1 puede contener una sola etapa de extracción o puede incluir múltiples etapas de extracción, como se describe, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos núm. 7,223,886 y opcionalmente incluye la extracción de múltiples etapas a contracorriente. De acuerdo con diversas modalidades, una o más corrientes derivadas de una o ambas (i) la columna de destilación del sistema de eliminación de PRC y/o (ii) la etapa de extracción del sistema de eliminación de PRC (mostrada colectivamente como la corriente 154), por ejemplo, pueden retornarse al sistema, por ejemplo, uno o ambos (i) la columna de eliminación de las fracciones ligeras y/o (ii) la columna de secado del sistema de separación para el sistema de producción de ácido acético. Por ejemplo, una primera porción, por ejemplo, una porción alícuota, de una corriente de fondos de una columna de un sistema de eliminación de PRC puede dirigirse a la columna de fracciones ligeras 124 para procesamiento posterior, o una segunda porción, por ejemplo, una porción alícuota, de una corriente de fondos de una columna de un sistema de eliminación de PRC puede dirigirse a la columna de secado 130, preferentemente a la porción superior de la columna de secado 130, para su procesamiento posterior. Como otro ejemplo, un refinado de una unidad de extracción del PRS, que notablemente contiene yoduro de metilo, puede retornarse al sistema, por ejemplo, a una columna de fracciones ligeras o columna de secado o el refinado puede agregarse directamente al decantador 134 y/o puede retornarse al reactor 104.

#### Sistema de eliminación de PRC

5

10

15

20

25

30

35

60

65

En algunas modalidades, una porción de fase líquida ligera y/o de fase líquida pesada puede separarse y dirigirse al PRS para recuperar yoduro de metilo y acetato de metilo durante la eliminación del acetaldehído. Como se muestra en las Tablas 1 y 2 anteriores, la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada contienen PRC y el proceso puede incluir la eliminación de impurezas de carbonilo, como el acetaldehído, que deterioran la calidad del producto de ácido acético y pueden eliminarse en columnas de eliminación de impurezas y absorbedores adecuados como se describe en las patentes de los Estados Unidos núms. 6,143,930; 6,339,171; 7,223,883; 7,223,886; 7,855,306; 7,884,237; 8,889,904; y la publicación de Estados Unidos núm. 2006/0011462, que se incorporan en la presente descripción como referencia en su totalidad. Las impurezas de carbonilo, como el acetaldehído, pueden reaccionar con los promotores catalíticos de yoduro para formar yoduros de alquilo, por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo, yoduro de hexilo, etc. Además, debido a que muchas impurezas se originan con acetaldehído, es deseable eliminar las impurezas de carbonilo de la fase líquida ligera.

- La porción de la fase líquida ligera y/o la fase líquida pesada alimentada al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede variar del 1 % al 99 % del flujo de masa de la fase líquida ligera 133 y/o de la fase líquida pesada 134, por ejemplo, de 1 a 50 %, de 2 a 45 %, de 5 a 40 %, de 5 a 30 % o de 5 a 20 %. Además, en algunas modalidades, una porción de la fase líquida ligera 133 y de la fase líquida pesada 134 puede alimentarse al sistema de eliminación de acetaldehído o PRC. La porción de la fase líquida ligera 133 que no se alimenta al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede refluir a la primera columna o reciclarse al reactor, como se describe en la presente descripción. La porción de la fase líquida pesada 134 que no se alimenta al sistema de eliminación de PRC o acetaldehído puede reciclarse al reactor. Aunque una porción de la fase líquida pesada 134 puede refluir a la primera columna, es más deseable retornar al reactor la fase líquida pesada 134 enriquecida con yoduro de metilo.
- En una modalidad, al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada se transporta al sistema de eliminación de PRC para la separación para formar un destilado de cabeza que comprende yoduro de hidrógeno. En una modalidad, el sistema de eliminación de PRC es un sistema de una columna. En tales casos, los inventores ahora han descubierto que el destilado de cabeza que sale de la columna puede contener yoduro de hidrógeno, por ejemplo, una cantidad aumentada de yoduro de hidrógeno debido a la reacción que ocurre en el sistema de eliminación de PRC a través de la hidrólisis del yoduro de metilo (y/o a través de la reacción del yoduro de metilo y el ácido acético para producir yoduro de hidrógeno y acetato de metilo). Esta corriente puede enviarse a la torre de absorción para el tratamiento del yoduro de hidrógeno.
  - Como se muestra en la Figura 3, al menos una porción de la fase ligera en la línea 142 y/o de la fase pesada en la línea 118' puede dirigirse al sistema de eliminación de PRC 132, que comprende la columna 160. La columna 10 forma destilados de cabeza de vapor 162 y la corriente de proceso del fondo 164 que comprende agua, acetato de metilo y/o metanol. El destilado de cabeza de vapor 162 comprende yoduro de hidrógeno, por ejemplo, yoduro de hidrógeno formado mediante reacciones que tienen lugar en la columna 160. El destilado de cabeza de vapor 162 puede pasarse a través de un intercambiador de calor/condensador (no mostrado) y recogerse en el recipiente 166. La corriente de ventilación del recipiente 168 comprende algo del yoduro de hidrógeno en el destilado de cabeza de vapor 162 y se extrae del recipiente 166 y se transporta al absorbedor 109. Una porción del destilado de cabeza de vapor 162 puede combinarse con la corriente de ventilación del recipiente 18 y dirigirse al absorbedor 109 a través de la línea 162'.

## ES 2 793 962 T3

Opcionalmente, la línea 162' puede transportarse directamente al absorbedor 109 sin combinarse con la línea 168. Una porción de la corriente condensada de destilado de cabeza de vapor puede retornarse a la columna 160 y otra porción puede dirigirse a un procesamiento posterior.

En otras modalidades, el sistema PRS es un sistema de dos columnas. Los inventores ahora han descubierto que el destilado de cabeza que sale de cualquiera de las columnas puede contener yoduro de hidrógeno, por ejemplo, una cantidad aumentada de yoduro de hidrógeno.

10

15

20

25

40

45

50

65

En una modalidad, una porción de la fase líquida ligera 133 y/o de la fase líquida pesada 134 se alimenta a una columna de destilación que enriquece el destilado de cabeza con acetaldehído y yoduro de metilo. Además, el destilado de cabeza también puede enriquecerse en yoduro de hidrógeno. En dependencia de la configuración, puede haber dos columnas de destilación separadas, y el destilado de cabeza de la segunda columna puede enriquecerse en acetaldehído y yoduro de metilo. El destilado de cabeza del segundo puede enriquecerse además en yoduro de hidrógeno. El dimetiléter, que puede formarse in situ, puede estar presente también en el destilado de cabeza. El destilado de cabeza puede estar sujeto a una o más etapas de extracción para eliminar un refinado enriquecido en yoduro de metilo y un extractante. En algunos casos, el o los destilados de cabeza del sistema de eliminación de PRC pueden tratarse para eliminar el monóxido de carbono. Como un ejemplo, puede emplearse un absorbedor de oscilación de presión. Una porción del refinado puede retornarse a la columna de destilación, primera columna, decantador del destilado de cabeza y/o reactor. Por ejemplo, cuando la fase líquida pesada se trata en el sistema de eliminación de PRC, puede desearse retornar una porción del refinado a la columna de destilación o al reactor. Además, por ejemplo, cuando se trata la fase líquida ligera 133 en el sistema de eliminación de PRC, puede desearse retornar una porción del refinado a la primera columna, al decantador del destilado de cabeza o al reactor. En algunas modalidades, el extracto puede destilarse adicionalmente para eliminar el agua, que retorna a una o más etapas de extracción. Los fondos de columna, que contienen más acetato de metilo y yoduro de metilo que la fase líquida ligera 133, pueden reciclarse también al reactor 105 y/o refluirse a la primera columna 120.

El destilado de cabeza de una unidad de eliminación de PRC de una columna puede contener yoduro de hidrógeno. El destilado de cabeza se puede recoger en un recipiente y se puede extraer una corriente de ventilación del recipiente.

En una modalidad, el proceso de la presente invención comprende las etapas de: alimentar a la torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS (desde la primera y única columna); y poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el yoduro de hidrógeno absorbido.

En una modalidad en donde se emplea un sistema de dos columnas, el proceso de la presente invención comprende las etapas de: alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS (de la segunda columna); poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el yoduro de hidrógeno absorbido.

En las modalidades en las que la corriente de ventilación del destilado de cabeza o del recipiente del sistema de eliminación de PRC se pone en contacto con un absorbente, los inventores han descubierto que el tratamiento con absorbente elimina eficazmente el yoduro de hidrógeno que puede formarse en el sistema de eliminación de PRC.

Para los fines de la presente descripción y reivindicaciones, las corrientes de destilados de cabeza y los decantadores del destilado de cabeza de la columna de eliminación de fracciones ligeras y de la columna de secado se consideran parte de la columna de eliminación de fracciones ligeras y de la columna de secado.

Como se indicó anteriormente, cualquiera de las fases de la corriente de vapor del destilado de cabeza de bajo punto de ebullición 126 puede procesarse posteriormente para eliminar los PRC.

Las columnas de destilación de la presente invención pueden ser una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de plato, una columna de relleno y otras. Las columnas de platos pueden incluir una columna de plato perforado, una columna de burbujeo, una columna de bandeja de Kittel, una bandeja uniflux o una columna de bandeja ondulada. Para una columna de platos, el número teórico de platos no está particularmente limitado y, en dependencia de la especie del componente a separar, puede incluir hasta 80 platos, por ejemplo, de 2 a 80, de 5 a 60, de 5 a 50, o con mayor preferencia de 7 a 35. La columna de destilación puede incluir una combinación de diferentes aparatos de destilación. Por ejemplo, puede usarse una combinación de columna de burbujeo y columna de plato perforado, así como también una combinación de columna de plato perforado y una columna de relleno.

La temperatura y la presión de destilación en el sistema de destilación pueden seleccionarse adecuadamente en dependencia de la condición tal como la especie del ácido carboxílico objetivo y las especies de la columna de destilación, o el objetivo de eliminación seleccionado de la impureza de punto de ebullición inferior y la impureza de

punto de ebullición más alto de acuerdo con la composición de la corriente de alimentación. Por ejemplo, en un caso en el que la columna de destilación lleva a cabo la purificación del ácido acético, la presión interna de la columna de destilación (generalmente, la presión de la parte superior de la columna) puede ser de 0,01 a 1 MPa, por ejemplo, de 0,02 a 0, 7 MPa, y con mayor preferencia de 0,05 a 0,5 MPa en términos de presión manométrica. Además, la temperatura de destilación de la columna de destilación, es decir, la temperatura interna de la columna a la temperatura de la parte superior de la columna, puede controlarse al ajustar la presión interna de la columna y, por ejemplo, puede ser de 20 a 200 °C, por ejemplo, de 50 a 180 °C, y con mayor preferencia de aproximadamente 100 a 160 °C.

El material de cada miembro o unidad asociado con el sistema de destilación, incluidas las columnas, válvulas, condensadores, recipientes, bombas, calderas y componentes internos, y varias líneas, cada una de las cuales se comunica con el sistema de destilación pueden ser de un material adecuado, tales como vidrio, metal, cerámica, o combinaciones de los mismos, y no está particularmente limitada a uno específico. De acuerdo con la presente invención, el material del sistema de destilación anterior y de varias líneas es un metal de transición o una aleación a base de metal de transición tal como una aleación de hierro, por ejemplo, una aleación de acero inoxidable, níquel o aleación de níquel, circonio o aleación de circonio, titanio o aleación de titanio, o aleación de aluminio. Las aleaciones a base de hierro adecuadas incluyen cualquier aleación que contenga hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable que comprenda, además, cromo, níquel, molibdeno y otros. Una aleación a base de níquel adecuada incluye contener níquel como componente principal y uno o más de cromo, hierro, cobalto, molibdeno, tungsteno, manganeso y otros, por ejemplo, HASTELLOY™ e INCONEL™. Los metales resistentes a la corrosión pueden ser particularmente adecuados como materiales para el sistema de destilación y de varias líneas.

Para los fines de la presente descripción, debe entenderse que el término "porción alícuota" se refiere a ambos: (i) una porción de una corriente principal que tiene la misma composición que la corriente principal de la cual se deriva, y (ii) una corriente que comprende una porción de una corriente principal que tiene la misma composición que la corriente principal de la que se deriva y una o más corrientes adicionales que se han combinado con la misma. Así, dirigir una corriente de retorno que comprende una porción alícuota de una corriente de destilación de fondos del PRS a la columna de fracciones ligeras abarca la transferencia directa de una porción de la corriente de destilación de fondos del PRS a la columna de fracciones ligeras así como también la transferencia de una corriente derivada que comprende (i) una porción de la corriente de destilación de fondos del PRS y (ii) una o más corrientes adicionales que se combinan con la misma antes de la introducción en la columna de fracciones ligeras. Una "porción alícuota" no incluiría, por ejemplo, corrientes formadas en una etapa de destilación o una etapa de separación de fases, que no serían iguales en composición a la corriente principal de la que se derivan ni derivadas de dicha corriente.

Un experto en la técnica que tenga el beneficio de esta descripción puede diseñar y operar una columna de destilación del PRS para lograr los resultados deseados. En consecuencia, la práctica de este proceso no se limita necesariamente a las características específicas de una columna de destilación particular o a las características de operación de la misma, tales como el número total de etapas, el punto de alimentación, la relación de reflujo, la temperatura de alimentación, la temperatura de reflujo, el perfil de temperatura de la columna, y similares.

40 Como es evidente a partir de las figuras y el texto presentados anteriormente, se contempla una variedad de modalidades:

#### E1. Un proceso para producir ácido acético que comprende:

10

15

20

25

30

35

45

50

55

60

65

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, opcionalmente descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de al menos una de las corrientes de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor;

poner en contacto la torre de absorción con un primer absorbente que comprende ácido acético para absorber yoduro de metilo y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

## ES 2 793 962 T3

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

5

15

20

25

30

35

40

45

50

- **E2.** El proceso de acuerdo con la modalidad E1, en el que el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol.
- E3. El proceso de acuerdo con la modalidad E1 o E2, que comprende, además, la etapa de enfriar el primer absorbente antes del contacto.
- 10 E4. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E3, que comprende, además, la etapa de enfriar el segundo absorbente antes del contacto.
  - **E5.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E4, que comprende, además, mezclar la segunda corriente de retorno del absorbedor con metanol o un derivado reactivo del mismo antes del transporte.
  - **E6.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E5, en el que la alimentación de la torre de absorción comprende acetato de metilo y el primer y el segundo absorbente absorben el acetato de metilo de la alimentación de la torre de absorción.
  - **E7.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E6, en el que el proceso no emplea una columna de separación para tratar el primer absorbente y/o el segundo absorbente.
  - **E8.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E7, en el que la carbonilación se lleva a cabo mientras se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de 2 a 25 % en peso de sal de yoduro, 1 a 20 % en peso de yoduro de metilo, 0,1 a 30 % en peso de acetato de metilo y 0,1 a 10 % en peso de agua.
  - **E9.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E8, en el que la segunda corriente de retorno del absorbedor no es retornada a la zona de separación.
  - **E10.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E9, en el que el contacto de la alimentación de la torre de absorción con metanol o acetato de metilo en el segundo absorbente forma yoduro de metilo.
  - **E11.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E10, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende: transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor durante un período de transición; y después del período de transición, continuar la alimentación de la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor.
  - **E12.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E11, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor después de la terminación del suministro del primer absorbente.
    - **E13.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E12, en el que la segunda corriente de vapor comprende, además, componentes volátiles.
  - **E14.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E13, en el que la evaporación rápida comprende condensar al menos una porción de la primera corriente de vapor para formar la corriente condensada de retorno del evaporador y la corriente de vapor de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del evaporador a la torre de absorción.
    - **E15.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E14, en el que la carbonilación comprende descargar una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor a la torre de absorción.
    - **E16.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E15, en el que la carbonilación comprende condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de retorno del reactor y una corriente de vapor de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del reactor a la torre de absorción.
    - **E17.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E16, en el que la segunda corriente de vapor se decanta para formar una corriente de ventilación del decantador que comprende yoduro de hidrógeno y la al menos una porción de la segunda corriente de vapor comprende la corriente de ventilación del decantador.
  - **E18.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E16, en el que la separación comprende, además, condensar al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno de fracciones ligeras y una corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras a la torre de absorción.
    - E19. Un proceso para operar una torre de absorción en un proceso de carbonilación, el proceso comprende:

55

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, opcionalmente descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno;

60

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, condensar opcionalmente al menos una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción con al menos una porción de al menos una corriente de ventilación del reactor, corriente de ventilación del evaporador y segunda corriente de vapor para iniciar un período de arranque, durante el período de arranque, contactar la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente que comprende ácido acético para absorber yoduro de metilo y para formar una primera corriente de retorno del absorbedor que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar la primera corriente de retorno del absorbedor a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

transitar desde el arranque hasta la operación estable durante un período de cambio en lo que finaliza el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

proporcionar a la torre de absorción un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo, en el que, durante al menos una parte del período de cambio, se proporcionan ácido acético, metanol y yoduro de metilo a la torre de absorción:

formar una corriente combinada de retorno del absorbedor que comprende ácido acético, metanol y yoduro de metilo;

transportar la corriente combinada de retorno del absorbedor desde la torre de absorción al reactor, para iniciar la operación en estado estable después del período de cambio, durante la operación en estado estable, poner en contacto la segunda corriente de vapor con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar una segunda corriente de retorno del absorbedor que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

durante la operación en estado estable, mezclar la segunda corriente de retorno del absorbedor con metanol o un reactivo derivado del mismo para formar una corriente mixta; y

transportar la corriente mixta al reactor.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**E20.** El proceso de acuerdo con la modalidad E19, en el que el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol.

**E21.** El proceso de acuerdo con la modalidad E19 o E20, que comprende, además, la etapa de enfriar el primer absorbente y/o el segundo absorbente antes del contacto.

**E22.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E19 a E21, en el que la terminación del suministro del primer absorbente a la torre de absorción y proporcionar el segundo absorbente a la torre de absorción se produce sustancialmente de forma simultánea.

**E23.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E19 a E22, en el que al menos una porción de al menos dos de la corriente de ventilación del reactor, corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor se combinan para formar la alimentación de la torre de absorción.

**E24.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E19 a E23, en el que las velocidades de flujo de la corriente de ventilación del reactor y la segunda corriente de vapor son mayores que la velocidad de flujo combinada de las corrientes de ventilación restantes.

**E25.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, opcionalmente descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno:

condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de ventilación del reactor;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente condensada de ventilación del reactor;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

**E26.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido

acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del evaporador; poner en contacto la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

5

10

15

20

30

35

40

45

50

55

60

65

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

**E27.** El proceso de acuerdo con la modalidad E26, en el que la corriente de ventilación del evaporador se condensa antes de la etapa de alimentación.

**E28.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético;

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de vapor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

**E29.** El proceso de acuerdo con la modalidad E28, en el que la segunda corriente de vapor se condensa antes de la etapa de alimentación.

**E30.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la <u>primera</u> corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno;

## ES 2 793 962 T3

separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

opcionalmente recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende yoduro de hidrógeno absorbido.

#### E31. Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, opcionalmente descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno;

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno, separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada para un sistema de eliminación de PRC para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

opcionalmente recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo y el yoduro de hidrógeno absorbidos;

disminuir el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido.

**E32.** El proceso de acuerdo con la modalidad E31, que comprende, además, transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

E33. Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético;

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del evaporador; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente, yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo.

**E34.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

65

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de vapor; poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente, yoduro de hidrógeno y yoduro de metilo.

#### E35. Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno:

separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC que comprende una sola columna para formar un destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno; opcionalmente recoger el destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el destilado de cabeza del PRS.

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende yoduro de hidrógeno absorbido; y

opcionalmente, poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido.

#### **E36.** Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético:

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

decantar la segunda corriente de vapor para formar una fase ligera que comprende acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una fase pesada que comprende acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo y yoduro de hidrógeno;

## ES 2 793 962 T3

separar al menos una porción de la fase ligera y/o de la fase pesada en un sistema de eliminación de PRC que comprende una primera columna y una segunda columna para obtener un segundo destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno de la segunda columna de eliminación de PRC;

opcionalmente, recoger el segundo destilado de cabeza del PRS en un recipiente de destilado de cabeza y descargar del recipiente de destilado de cabeza una segunda corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS que comprende yoduro de hidrógeno;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de la segunda corriente de ventilación del recipiente de destilado de cabeza del PRS y/o el segundo destilado de PRS;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol y acetato de metilo para absorber yoduro de hidrógeno para formar un primer extracto que comprende yoduro de hidrógeno absorbido; y

opcionalmente, poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido.

- E37. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E36, en el que el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol.
- **E38.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E37, que comprende, además, la etapa de enfriar el primer absorbente o el segundo absorbente antes del contacto.
- **E39.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E38, en el que la segunda corriente de vapor se condensa antes de la etapa de alimentación.
- **E40.** El proceso de acuerdo con una cualquiera de las modalidades E1 a E39, que comprende, además, transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor.

Si bien la invención se ha descrito en detalle, las modificaciones dentro del espíritu y el alcance de la invención serán fácilmente evidentes para los expertos en la técnica. En vista de la discusión anterior, el conocimiento relevante en la técnica y las referencias discutidas anteriormente en relación con los Antecedentes y la Descripción Detallada, cuyas descripciones se incorporan todas aquí como referencia. Además, debe entenderse que los aspectos de la invención y porciones de diversas modalidades y diversas características enumeradas a continuación y/o en las reivindicaciones adjuntas pueden combinarse o intercambiarse total o parcialmente. En las descripciones anteriores de las diversas modalidades, aquellas modalidades que se refieren a otra modalidad pueden combinarse apropiadamente con otras modalidades como apreciará un experto en la técnica. Además, los expertos en la técnica apreciarán que la descripción anterior es solo a modo de ejemplo y no pretende limitar la invención.

5

10

15

20

25

#### **REIVINDICACIONES**

1. Un proceso para producir ácido acético, el proceso comprende:

15

20

25

30

35

55

someter a carbonilación, en un reactor, al menos uno de metanol, dimetiléter y acetato de metilo en un medio de reacción que comprende un catalizador metálico, yoduro de metilo, una sal de yoduro, y opcionalmente ácido acético y una cantidad finita de agua, para formar un producto crudo de ácido acético que comprende ácido acético, descargar del reactor una corriente de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno;

10 evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente

evaporar rápidamente el producto crudo de ácido acético, con o sin calor, para formar una primera corriente de vapor que comprende ácido acético y yoduro de metilo y una primera corriente de residuos líquidos que comprende catalizador metálico y sal de haluro, opcionalmente condensar una porción de la primera corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno del evaporador y una corriente de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno;

separar, en una columna de fracciones ligeras, la primera corriente de vapor instantánea para formar una segunda corriente de vapor que comprende yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, una descarga lateral que comprende un producto de ácido acético purificado y una segunda corriente de residuos líquidos;

alimentar a una torre de absorción una alimentación de la torre de absorción que comprende al menos una porción de al menos una de la corriente de ventilación del reactor, la corriente de ventilación del evaporador y la segunda corriente de vapor:

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un primer absorbente que comprende ácido acético para absorber yoduro de metilo y para formar un primer extracto que comprende el primer absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el primer extracto, directa o indirectamente, a la columna de fracciones ligeras y/o columna de secado;

terminar el suministro del primer absorbente a la torre de absorción;

poner en contacto la alimentación de la torre de absorción con un segundo absorbente que comprende metanol y/o acetato de metilo para absorber yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno y para formar un segundo extracto que comprende el segundo absorbente y el yoduro de metilo absorbido;

transportar el segundo extracto, directa o indirectamente, al reactor,

en donde la carbonilación comprende condensar al menos una porción de la corriente de ventilación del reactor para formar una corriente condensada de retorno del reactor y una corriente de vapor de ventilación del reactor que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del reactor a la torre de absorción.

- 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el segundo absorbente consiste esencialmente en metanol.
- 3. El proceso de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende, además, la etapa de enfriar el primer absorbente y/o el segundo absorbente antes del contacto.
  - 4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 3, que comprende, además, mezclar la segunda corriente de retorno del absorbedor con metanol o un derivado reactivo del mismo antes del transporte.
- 45 5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 4, en el que la alimentación a la torre de absorción comprende acetato de metilo y el primer y el segundo absorbente absorben acetato de metilo de la alimentación de la torre de absorción.
- 6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 5, en el que el proceso no emplea una columna de separación para tratar el primer absorbente y/o el segundo absorbente.
  - 7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 6, en el que la carbonilación se lleva a cabo mientras se mantiene el sistema de reacción a concentraciones de 2 a 25 % en peso de sal de yoduro, 1 a 20 % en peso de yoduro de metilo, 0,1 a 30 % en peso de acetato de metilo, y 0,1 a 10 % en peso de agua.
  - 8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 7, en el que la segunda corriente de retorno del absorbedor no es retornada a la zona de separación.
- 9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 8, en el que el contacto de la alimentación de la torre de absorción con el metanol o el acetato de metilo en el segundo absorbente forma yoduro de metilo.
  - 10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 9, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor durante un período de transición; y
- después del período de transición, continuar la alimentación de la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor.

## ES 2 793 962 T3

- 11. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 10, en el que el transporte de la segunda corriente de retorno del absorbedor comprende transportar la segunda corriente de retorno del absorbedor al reactor después de la terminación del suministro del primer absorbente.
- 12. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 11, en el que la segunda corriente de vapor comprende, además, componentes volátiles.
- 13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 12, en el que la evaporación rápida comprende condensar al menos una porción de la primera corriente de vapor para formar la corriente condensada de retorno del evaporador y la corriente de vapor de ventilación del evaporador que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación del evaporador a la torre de absorción.

- 14. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 13, en el que la segunda corriente de vapor se decanta para formar una corriente de ventilación del decantador que comprende yoduro de hidrógeno y la al menos una porción de la segunda corriente de vapor comprende la corriente de ventilación del decantador.
- 15. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 14, en el que la separación comprende, además, condensar al menos una porción de la segunda corriente de vapor para formar una corriente condensada de retorno de fracciones ligeras y una corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras que comprende yoduro de hidrógeno y dirigir la corriente de vapor de ventilación de fracciones ligeras a la torre de absorción.





