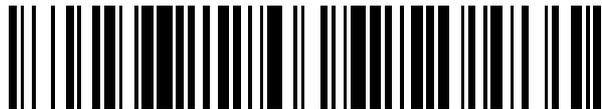


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 796 734**

51 Int. Cl.:

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.01.2017 PCT/JP2017/001213**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.01.2018 WO18008172**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.01.2017 E 17706400 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2020 EP 3283455**

54 Título: **Proceso para producir ácido acético**

30 Prioridad:

07.07.2016 US 201662359552 P

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

30.11.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIMIZU MASAHIKO;
MIZUTANI YOSHIHISA y
MIURA HIROYUKI**

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

ES 2 796 734 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para producir ácido acético

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para producir ácido acético. En particular, la presente invención se refiere a procesos para producir ácido acético por carbonilación de metanol que incluye la separación de compuestos reductores de permanganato (*Permanganate Reducing Compounds, PRC*) tales como acetaldehído y yoduro de metilo entre sí para eliminar los PRC.

Técnica anterior

El ácido acético se produce industrialmente mediante la carbonilación de metanol en presencia de agua, un catalizador de rodio, un yoduro metálico y yoduro de metilo. Para la reacción de carbonilación de metanol, la mezcla de reacción contiene pequeñas cantidades de subproductos (impurezas), por ejemplo, un compuesto de carbonilo (p. ej., acetaldehído, butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído, y un producto de condensación de aldol del mismo), un yoduro orgánico (p. ej., un yoduro de alquilo C_{2-12} tal como yoduro de etilo, yoduro de butilo o yoduro de hexilo) y otros. Estas impurezas dan como resultado una baja calidad del ácido acético. Por ejemplo, un ensayo de compuesto reductor de permanganato (tiempo de permanganato) detecta cantidades extremadamente pequeñas de impurezas (compuestos reductores de permanganato; PRC) incluso si las cantidades extremadamente pequeñas son difíciles de determinar cuantitativamente mediante el análisis instrumental avanzado actual. Desafortunadamente, el acetaldehído y el yoduro de metilo tienen puntos de ebullición cercanos entre sí y, por lo tanto, es difícil separar el acetaldehído y el yoduro de metilo entre sí eficientemente mediante solo un medio de destilación ordinario.

La Publicación de Solicitud de Patente Japonesa abierta a inspección pública N.º 8-67650 (JP-8-67650A, Documento de Patente 1) divulga un proceso para eliminar el acetaldehído, que comprende las etapas de: separar una mezcla de reacción de carbonilación de metanol en una fase volátil que contiene ácido acético, acetato de metilo y yoduro de metilo, y una fase menos volátil que contiene un catalizador de rodio; destilar la fase volátil para formar una mezcla de producto que contiene ácido acético y un producto de cabeza que contiene acetato de metilo y yoduro de metilo; separar el producto de cabeza en una fase inferior (una fase de yoduro de metilo) y una fase superior (una fase acuosa que contiene acetaldehído); destilar la fase inferior y/o la fase superior en una columna de destilación (una columna de eliminación de acetaldehído) para formar un concentrado de acetaldehído desde la parte superior de la columna; y someter el concentrado de acetaldehído a una extracción con agua.

De acuerdo con este proceso, para la coexistencia de acetato de metilo con los PRC y el yoduro de metilo, el acetato de metilo se disuelve y se distribuye a una fase acuosa en la extracción con agua y, por lo tanto, el yoduro de metilo también se puede extraer indeseablemente en la fase acuosa. Esto da como resultado una pérdida de yoduro de metilo. Además, este proceso requiere una etapa de añadir agua al concentrado de acetaldehído para la extracción de agua.

Adicionalmente, en la destilación de la fase superior (fase acuosa) que contiene acetaldehído, es necesario proporcionar una gran cantidad de energía para la destilación y separación del acetaldehído debido a que la destilación de agua tiene un gran calor latente para la evaporación, o es necesario reducir la cantidad de energía requerida para la destilación aumentando el número de platos de destilación. Mientras tanto, en la destilación de la fase inferior (fase de yoduro de metilo), es necesario aumentar la cantidad de reflujo o aumentar el número de platos de destilación, debido a una pequeña diferencia en el punto de ebullición entre el yoduro de metilo y el acetaldehído. Además, la destilación de una mezcla o líquido homogéneo de la fase superior y la fase inferior también implica un aumento en la cantidad de vapor (la cantidad de energía térmica) en la columna de destilación y/o un aumento en el número de platos de destilación. Esto da como resultado una producción económicamente baja de ácido acético.

Es más, este proceso no logra aumentar la eficiencia de eliminación de acetaldehído en la columna de destilación, porque el acetaldehído no se concentra eficazmente en el producto de cabeza.

El documento WO 2014/031407 (Documento de Patente 2) divulga un proceso para producir ácido acético, comprendiendo el proceso las etapas de: separar una composición de ácido acético en bruto en una columna de extremos ligeros (una columna divisora) en una corriente de cabeza que comprende yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y compuestos reductores de permanganato (PRC), y una corriente de producto de ácido acético; separar una parte de la corriente de cabeza en una primera columna de destilación para formar una corriente enriquecida en al menos un PRC, donde la corriente enriquecida comprende además al menos algo del yoduro de metilo; y realizar la destilación extractiva de la corriente enriquecida con un agente extractor (p. ej., agua) en una segunda columna de destilación para formar un destilado que comprende yoduro de metilo y un residuo que comprende al menos un PRC y, opcionalmente, menos del 1 % en peso de yoduro de metilo. Este documento también divulga una relación de flujo másico de la corriente enriquecida con respecto al agente extractor de al menos 0,01:1. Los ejemplos de este documento divulgan la relación de flujo másico de la corriente enriquecida con respecto al agente extractor de 4:1.

De acuerdo con este proceso, después de la concentración de los PRC en la primera columna de destilación, la destilación extractiva con el agente extractor (p. ej., agua) en la segunda columna de destilación se lleva a cabo para obtener una fase acuosa que contiene el PRC que luego se retira para la eliminación del PRC. Así, este proceso
 5 requiere una segunda etapa de destilación adicional, y el proceso necesita equipos o instalaciones adicionales, supone costes crecientes, y complica la operación del proceso.

Es más, de acuerdo con este proceso, para destilación y separación en la primera columna de destilación, como para el proceso descrito en el Documento de Patente 1, es necesario proporcionar una gran cantidad de energía o
 10 es necesario aumentar el número de platos de destilación. Además, la destilación extractiva de los PRC en la segunda columna de destilación necesita una gran cantidad de un agente extractor y una gran cantidad de platos de destilación y, por lo tanto, requiere una gran cantidad de energía de separación. Adicionalmente, el acetato de metilo o el ácido acético que coexisten con los PRC en la segunda etapa de destilación extractiva se disuelven en una fase acuosa en la destilación extractiva con agua y, por lo tanto, el yoduro de metilo puede extraerse indeseablemente en
 15 la fase acuosa. Esto da como resultado una pérdida de yoduro de metilo.

[Listado de citas bibliográficas]

Bibliografía de patentes

20 [Documento de Patente 1]
 JP-8-67650A (Reivindicaciones, [0007], [0018], y Ejemplos)
 [Documento de Patente 2]
 WO 2014/031407 (Reivindicaciones y [0064])

25 El documento EP 2 949 640 A1 divulga un proceso para producir un ácido carboxílico que comprende las etapas de someter una corriente de ácido carboxílico que contiene una impureza que contiene un metal a un primer sistema de evaporación instantánea para formar una fracción vaporizada, destilar la fracción vaporizada mediante un sistema de destilación para separarla en una corriente que contiene principalmente un ácido carboxílico y una fracción volátil
 30 que contiene una impureza altamente volátil, y alimentar la corriente separada que contiene principalmente el ácido carboxílico a un segundo sistema de evaporación instantánea o un sistema de adsorción para recoger un ácido carboxílico purificado.

Sumario de la invención

Problema técnico

Es un objeto de la presente invención proporcionar un proceso para producir ácido acético que incluye la separación eficiente de los PRC y el yoduro de metilo entre sí.
 40

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para producir ácido acético que incluya la separación efectiva de los PRC, que da como resultado una baja calidad de ácido acético, y el yoduro de metilo entre sí, con una baja energía sin ninguna etapa adicional, tal como la adición de agua o un extractor (o un disolvente de extracción).
 45

Es todavía otro objeto de la presente invención proporcionar un proceso para producir ácido acético que incluye separar eficazmente los PRC y el yoduro de metilo entre sí, sin extracción de agua o destilación extractiva con agua.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar un proceso para producir ácido acético que incluye la separación eficiente de los PRC y el yoduro de metilo entre sí, incluso en la coexistencia de acetato de metilo y/o ácido acético.
 50

Solución al problema

55 Los inventores de la presente invención realizaron estudios intensivos para lograr los objetivos anteriores y finalmente encontraron que (i) la destilación de una primera mezcla que contiene yoduro de metilo, y acetaldehído que tiene una baja concentración en la coexistencia de agua, permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla suba (o se transfiera) a una posición superior (o un nivel de altura superior) que un puerto de alimentación [específicamente, el agua en la primera mezcla se transfiere (o se mueve) predominantemente a una corriente superior que a una corriente de fondo o corriente inferior] para formar una segunda mezcla que contiene la parte de
 60 agua (por ejemplo, una mezcla azeotrópica que contiene agua); y (ii) el acetaldehído se elimina retirando la segunda mezcla como una corriente de cabeza y/o una corriente de corte lateral (en adelante, la corriente de cabeza y/o la corriente de corte lateral se puede denominar como una corriente superior) para formar una fase orgánica rica en yoduro de metilo y una fase acuosa rica en acetaldehído, y retirando la fase acuosa. La presente invención se realizó basándose en los hallazgos anteriores.
 65

La presente invención proporciona:

(1) Un proceso para producir ácido acético por carbonilación de metanol, donde el proceso incluye separar o eliminar los compuestos reductores de permanganato (PRC) de una primera mezcla que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo y agua, comprendiendo el proceso las etapas de:

5 alimentar la primera mezcla a un puerto de alimentación de una columna de destilación, y destilar y separar la primera mezcla en una corriente superior y una corriente inferior, siendo la corriente superior al menos una corriente seleccionada del grupo que consiste en una corriente de cabeza y una corriente de corte lateral, donde la destilación de la primera mezcla permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla
10 suba a una posición más alta que el puerto de alimentación para formar una segunda mezcla que contiene la parte de agua, y el proceso comprende además las etapas de: retirar la segunda mezcla como la corriente superior, y retirar la corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación, siendo un contenido de agua de la corriente inferior menor que el de la primera mezcla, y donde la corriente inferior tiene una relación de agua con respecto al yoduro de metilo menor que la primera mezcla.

(2) Un proceso para producir ácido acético, que comprende las etapas de:
destilar una mezcla que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético para separar la mezcla en una primera corriente superior y una corriente de ácido acético, conteniendo el primer producto de cabeza al menos un PRC, yoduro de metilo y agua, y conteniendo la corriente de ácido acético el producto de
20 ácido acético;

destilar al menos una parte del primer producto de cabeza en una columna de destilación mencionada en (1); retirar una corriente superior, siendo la corriente superior al menos una seleccionada del grupo que consiste en una segunda corriente de cabeza y una corriente de corte lateral;

realizar la separación bifásica de la corriente superior retirada en una fase acuosa y una fase orgánica; retirar la fase acuosa; y

25 retirar una corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación, donde la corriente inferior tiene una tasa de contenido y una cantidad de agua menores que las del agua en el primer producto de cabeza, y

30 donde la corriente inferior tiene una relación de agua con respecto al yoduro de metilo menor que la primera mezcla.

Las realizaciones preferidas de la presente invención se exponen en las reivindicaciones dependientes.

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se explicará con respecto a los números de referencia en los dibujos. Los números de referencia solo se usan para ayudar a comprender la presente invención y no están destinados a limitarse a unidades específicas o corrientes de proceso indicadas por los números de referencia. Por ejemplo, aunque la figura 1 muestra un proceso que comprende alimentar indirectamente una corriente de cabeza o una primera mezcla (3A) desde una primera columna de destilación (3) hasta una segunda columna de destilación (5), cualquier corriente que tenga una composición de la primera mezcla (3A) puede alimentarse a una cualquiera o a la pluralidad de columnas de destilación que siguen a la primera columna de destilación (3); una cualquiera o una pluralidad de columnas de destilación no se limita a la segunda columna de
40 destilación (5).

Es decir, un aspecto de la presente invención proporciona un proceso para producir ácido acético por carbonilación de metanol, donde el proceso incluye separar o eliminar los compuestos reductores de permanganato (PRC) (en particular, al menos acetaldehído) de una primera mezcla (3A) que contiene al menos un PRC (un PRC tal como acetaldehído), yoduro de metilo y agua. El proceso comprende alimentar la primera mezcla (3A) a un puerto de alimentación de una primera columna de destilación, y destilar la primera mezcla (3A) en una etapa de destilación (5) para separar la primera mezcla (3A) en una corriente superior y una corriente inferior (5C). La corriente superior puede contener una corriente de cabeza (5A) y/o una corriente de corte lateral (5B). La destilación de la primera mezcla (3A) forma una segunda mezcla en una posición más alta que el puerto de alimentación. La segunda mezcla se retira como la corriente superior (5A) (5B), y la corriente inferior se retira desde una posición más baja que el puerto de alimentación, y así los PRC se separan o eliminan de la primera mezcla (3A).

La destilación de la primera mezcla (3A) puede permitir que al menos una parte del agua en la primera mezcla (3A) suba (o se mueva hacia arriba) hasta una posición más alta que el puerto de alimentación, formando una segunda mezcla que contiene la parte de agua, la segunda mezcla puede retirarse como la corriente superior (5A) (5B), y la corriente inferior que tiene un contenido de agua inferior a la primera mezcla puede retirarse desde una posición más baja que el puerto de alimentación, y así los PRC pueden separarse o eliminarse de la primera mezcla (3A).

De acuerdo con el proceso, el agua en la primera mezcla (3A) se transfiere a la corriente superior (5A) (5B) predominantemente que la corriente inferior (5C), la corriente superior se retira para separar la corriente superior en una fase acuosa y una fase orgánica, y la fase acuosa se retira y se elimina. Por lo tanto, el yoduro de metilo y los PRC pueden separarse eficientemente entre sí, sin extracción de agua o destilación extractiva con agua, mediante un pequeño número de etapas con una pequeña cantidad de energía. Como se usa en el presente documento, la expresión "el agua se transfiere a una corriente superior predominantemente" significa lo siguiente: por ejemplo, suponiendo que el agua ("1") en una primera mezcla (que contiene, por ejemplo, agua, acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo u otros) se transfiere o distribuye a una corriente superior original y una corriente inferior

original en una proporción de "0,01" y "0,99", respectivamente, de acuerdo con un equilibrio original vapor-líquido de la mezcla en la que el agua no forma un azeótropo con otros componentes, el agua se transfiere o distribuye a una corriente superior y una corriente inferior en una proporción de "más de 0,01" y "menos de 0,99", respectivamente, por destilación (por ejemplo, por formación de una mezcla azeotrópica debido a la destilación). Así, la corriente superior tiene un contenido de agua superior a la corriente superior original de la primera mezcla, y la corriente inferior tiene un contenido de agua inferior a la corriente inferior original de la primera mezcla. La corriente superior se puede separar eficientemente en una fase acuosa y una fase orgánica.

En otro aspecto de la presente invención, el agua en la primera mezcla (3A) se transfiere a la corriente superior (5A) (5B) predominantemente que a la corriente inferior (5C). No menos del 1 % en peso (p. ej., no menos del 5 % en peso, preferentemente no menos del 10 % en peso y, más preferentemente, no menos del 50 % en peso) de agua en la primera mezcla (3A) se puede transferir o distribuir a la corriente superior (5A) (5B). No más del 99 % en peso (p. ej., no más del 95 % en peso, preferentemente no más del 90 % en peso y, más preferentemente, no más del 50 % en peso) de agua en la primera mezcla (3A) puede transferirse o distribuirse a la corriente inferior (5C). La corriente inferior puede tener una relación (H_2O/Mel) de agua (H_2O) con respecto al yoduro de metilo (Mel) menor que la primera mezcla. La corriente superior puede tener una relación (H_2O/Mel) de agua (H_2O) con respecto al yoduro de metilo (Mel) mayor que la primera mezcla.

La primera mezcla (3A) puede contener acetaldehído, yoduro de metilo y agua, y además puede contener los siguientes (a) y/o (b): (a) acetato de metilo, (b) al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol, dimetil éter y un subproducto derivado de acetaldehído (un derivado de acetaldehído, es decir, un derivado de acetaldehído). La primera mezcla (3A) puede contener de 10 ppm a 30 % en peso de acetaldehído, de 0,1 a 90 % en peso de yoduro de metilo y de 0,1 a 90 % en peso de agua. La primera mezcla (3A) puede contener además de 1 a 30 % en peso de acetato de metilo. La cantidad total de la primera mezcla, incluyendo una impureza o impurezas, es 100 % en peso. La primera mezcla (3A) puede separarse en dos fases, y la primera mezcla (3A) puede contener al menos una parte de una fase orgánica, al menos una parte de una fase acuosa, o una mezcla de la fase orgánica y la fase acuosa.

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, la corriente superior (5A) (5B) y la corriente inferior (5C) pueden separarse sin suministro de agua a la columna de destilación. La destilación de la primera mezcla puede formar una zona de concentración de PRC y yoduro de metilo en una posición más alta que el puerto de alimentación de la columna de destilación, y permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla suba (o se mueva hacia arriba) a la zona de concentración; y una corriente o fluido de la zona de concentración puede retirarse como una corriente superior. En este proceso, una mezcla que cae desde la zona de concentración puede retirarse como una corriente de corte lateral. Como alternativa, se puede añadir agua a una zona de concentración en la que los PRC y el yoduro de metilo se concentran en la columna de destilación, la mezcla de extracción que cae desde la zona de concentración puede retirarse como una corriente de corte lateral, y el agua en la primera mezcla puede transferirse predominantemente a la corriente superior. Como una posición para alimentar agua a la columna, se puede seleccionar una posición debajo de un puerto o plato de corte lateral.

Adicionalmente, la corriente superior (5A) (5B) puede separarse en una fase orgánica que contiene al menos yoduro de metilo y una fase acuosa, y la fase orgánica y/o la fase acuosa pueden reciclarse a la etapa de destilación (5) mediante el siguiente método (a), (b) o (c):

(a) retirar la corriente superior (5A) (5B) de la columna de destilación (5), separar la corriente superior retirada en una fase acuosa que contiene al menos acetaldehído y una fase orgánica que contiene yoduro de metilo, y reciclar la fase orgánica y/o la fase acuosa a la columna de destilación (5),

(b) retirar la corriente superior (5A) (5B) de la columna de destilación (5), separar la corriente superior retirada en una fase acuosa que contiene al menos acetaldehído y una fase orgánica que contiene yoduro de metilo, y reciclar al menos una parte de la fase acuosa y la fase orgánica a la columna de destilación (5),

(c) separar la corriente superior (5A) (5B) en una fase acuosa y una fase orgánica que contiene al menos yoduro de metilo, someter al menos una parte de la fase acuosa a destilación en una tercera etapa de destilación (7) sucesiva y/o destilación extractiva con agua en una cuarta etapa de destilación (8), y reciclar directa o indirectamente la fase orgánica a la columna de destilación (5).

Adicionalmente, el proceso comprende las etapas de: separar la corriente superior (5A) (5B) en una fase acuosa y una fase orgánica; destilar al menos una parte de la fase acuosa en una tercera etapa de destilación (7) sucesiva; reciclar directa o indirectamente la fase orgánica a la segunda etapa de destilación (5); y alimentar directa o indirectamente al menos un disolvente miscible a la segunda etapa de destilación (5), donde el disolvente miscible es miscible con la fase orgánica separada de la corriente superior (5A) (5B) y se selecciona del grupo que consiste en agua, ácido acético, yoduro de metilo y metanol.

En aspecto adicional de la presente invención, el proceso puede comprender: una etapa de reacción de carbonilación continua de metanol en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico, un

haluro metálico y yoduro de metilo; una etapa de evaporación instantánea de separar continuamente la mezcla de reacción en una fase volátil (o fracción volátil) y una fase menos volátil (o fase de baja volatilidad o fracción menos volátil), conteniendo la fase volátil producto de ácido acético y yoduro de metilo, y conteniendo la fase menos volátil el catalizador metálico y el haluro metálico; una etapa de destilación de separar continuamente la fase volátil en un producto de cabeza que contiene yoduro de metilo y subproducto de acetaldehído, y una corriente que contiene ácido acético; y una etapa de separación bifásica de condensar una fase gaseosa para formar dos fases (una fase acuosa y una fase orgánica), produciéndose la fase gaseosa a partir de al menos una de las etapas anteriores y conteniendo al menos acetaldehído y yoduro de metilo. Al menos una parte de la fase acuosa y/o la fase orgánica producida en dicha etapa de separación bifásica puede someterse a la columna de destilación para proporcionar una corriente superior.

Un aspecto adicional de la presente invención proporciona un proceso para producir ácido acético, que comprende las etapas de: destilar una mezcla (2A) que contiene al menos un compuesto reductor de permanganato (PRC), yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético para separar la mezcla en un producto de cabeza (3A) que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo y agua, y una corriente de ácido acético (3B) que contiene producto de ácido acético; destilar al menos una parte del producto de cabeza (3A) en la columna de destilación (5) para formar una corriente superior y una corriente inferior; retirar la corriente superior; realizar la separación bifásica de la corriente superior retirada en una fase acuosa y una fase orgánica; retirar la fase acuosa; y retirar la corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación. La corriente superior puede ser una corriente de cabeza y/o una corriente de corte lateral. La corriente inferior puede tener una tasa de contenido y una cantidad de agua menores que las del agua en el producto de cabeza.

Específicamente, el ácido acético puede producirse continuamente mediante un proceso que comprende las etapas de: (1) una etapa de reacción de carbonilación continua de metanol en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico, un haluro metálico y yoduro de metilo; (2) una etapa de evaporación instantánea de separación continua de la mezcla de reacción en una fase volátil (2A) y una fase menos volátil (2B), conteniendo la fase volátil (2A) el producto de ácido acético y yoduro de metilo, y conteniendo la fase menos volátil (2B) el catalizador metálico y el haluro metálico; (3) una primera etapa de destilación para separar continuamente la fase volátil (2A) en un producto de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo y subproducto de acetaldehído y una corriente (3B) que contiene ácido acético; y (5) una etapa de destilación para destilar al menos una parte del producto de cabeza (3A) en la columna de destilación.

Como se usa en el presente documento, el acetaldehído simplemente puede denominarse PRC. La corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B) pueden denominarse simplemente como corriente superior (5A) (5B). La corriente inferior (5C) debe retirarse de una posición más baja en una columna de destilación que un puerto para extraer la corriente superior (5A) (5B) y puede significar una corriente de fondo (o corriente del fondo de la columna). Así, la corriente inferior (5C) también puede denominarse corriente de fondo, por consiguiente. La destilación de la primera mezcla permite que el agua en la primera mezcla se distribuya o transfiera a una corriente superior predominantemente que a una corriente inferior y, por lo tanto, la destilación de la primera mezcla puede denominarse simplemente "destilación distributiva" o "destilación azeotrópica".

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, se permite que el agua en la primera mezcla se transfiera a la corriente superior predominantemente que a la corriente inferior, y una fase acuosa formada separando bifásicamente la corriente superior se elimina para separar eficientemente los PRC y el yoduro de metilo entre sí. Así, los PRC y el yoduro de metilo se pueden separar eficientemente entre sí con una energía baja sin necesidad de extracción de agua o destilación extractiva con agua. Adicionalmente, los PRC y el yoduro de metilo se pueden separar eficientemente entre sí incluso en coexistencia con acetato de metilo o ácido acético.

Breve descripción de los dibujos

Figura 1

La figura 1 es un diagrama de flujo para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de conformidad con una realización de la presente invención.

Figura 2

La figura 2 es un diagrama de flujo parcial para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de conformidad con otra realización de la presente invención.

Figura 3

La figura 3 es un diagrama de flujo parcial para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de ácido acético de conformidad con una realización adicional de la presente invención.

Figura 4

La figura 4 es un diagrama de flujo parcial para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) de

ácido acético de conformidad con otra realización más de la presente invención.

Figura 5

5 La figura 5 es un diagrama de flujo para explicar un proceso de producción (o aparato de producción) convencional de ácido acético.

Descripción de las realizaciones

10 En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se explicará en detalle con referencia a los dibujos, si fuera necesario. En las figuras 1 a 5, cada etapa y un aparato o unidad principal para la etapa correspondiente pueden indicarse con el mismo número de referencia. A menos que se indique específicamente de otro modo, una fase acuosa que contiene acetaldehído obtenible por separación líquido-líquido (o bifásica) es sinónimo de una fase ligera o una fase superior, y una fase orgánica que contiene yoduro de metilo obtenible por separación líquido-líquido (o bifásica) es sinónimo de una fase pesada, una fase de yoduro de metilo o una fase inferior. Una fase acuosa
15 obtenible por extracción es sinónimo de extracto, y una fase orgánica obtenible por extracción significa lo mismo que un refinado.

20 Con referencia a una columna de destilación, el término "número de platos" significa el número de platos teóricos o el número de platos reales. Por ejemplo, un plato teórico corresponde a dos platos reales si la eficiencia del plato real es del 50 %. La especie o tipo de columna de destilación no se limita a una columna de platos (Oldershaw), y puede ser una columna de relleno. La especie o tipo de la columna de destilación no está particularmente limitada a una específica. En lo sucesivo en el presente documento, a menos que se indique específicamente de otro modo, la expresión "número de platos" simplemente significa el número de platos reales en una columna de platos. La posición en la que un fluido entra/sale de una columna de relleno (posición de entrada/salida) significa una posición
25 correspondiente al nivel de altura de un plato de una columna de platos. Por ejemplo, el plato 20º desde el fondo de una columna de platos que tiene el número de platos reales de 50 significa un nivel de altura correspondiente al plato 20º/los 50 platos desde el fondo de una columna de relleno (el nivel de altura "0,4" con respecto a la altura "1" de una capa o lecho de relleno de una columna de relleno).

30 La realización de la figura 1 muestra un proceso (o aparato) continuo para producir ácido acético a partir de una mezcla de reacción (o un medio de reacción líquido) producido por una reacción de carbonilación de metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador de rodio como catalizador metálico y un cocatalizador [yoduro de litio como haluro metálico y yoduro de metilo], así como ácido acético, acetato de metilo y una cantidad finita (o limitada) de agua.
35

El proceso (o aparato de producción) comprende (1) una etapa de reacción (un sistema de reacción o un reactor) para llevar a cabo una reacción de carbonilación de metanol; (2) una etapa de evaporación instantánea (un evaporador instantáneo) para separar una mezcla de reacción (o un líquido de reacción) que contiene producto de ácido acético en una fase volátil (o fracción de punto de ebullición inferior) (2A) y una fase menos volátil (o fracción de punto de ebullición superior) (2B); (3) una primera etapa de destilación (una columna divisora o una columna de destilación) para separar la fase volátil (2A) en un primer producto de cabeza (3A), una corriente de ácido acético (3B) como una corriente de corte lateral y una corriente líquida de fondo (fracción de punto de ebullición superior) (3C); (4) una primera etapa de separación líquido-líquido para condensar el primer producto de cabeza (3A) para formar dos fases; (5) una segunda etapa de destilación (una segunda columna de destilación) para separar una fase acuosa y/o una fase orgánica (una fase pesada rica en yoduro de metilo) formada en la etapa de separación líquido-líquido (4) en una segunda corriente de cabeza (5A) y/o una corriente de corte lateral (5B) [una corriente superior (5A) (5B)] y una corriente inferior o corriente de fondo (5C); (6) una segunda etapa de separación líquido-líquido (una unidad de separación 6a y/o un tanque de contención 6b así como un decantador 6c) para separar la segunda corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B) en dos fases; (7) una tercera etapa de destilación (una
45 tercera columna de destilación) para separar una fase acuosa (fase ligera) formada en la segunda etapa de separación líquido-líquido (6) en una tercera corriente de cabeza (7A) y una corriente líquida (7B); y (8) una cuarta etapa de destilación (una cuarta columna de destilación) para someter la tercera corriente de cabeza (7A) a destilación extractiva con agua para formar una corriente de cabeza (8A) y una corriente líquida de fondo (8B).
50

55 Por cierto, entre estas etapas, el proceso comprende al menos la segunda etapa de destilación (5) y la segunda etapa de separación líquido-líquido (6). Otras etapas [por ejemplo, la primera etapa de separación líquido-líquido (4), la tercera etapa de destilación (7) y la cuarta etapa de destilación (8)] no son necesariamente esenciales. En algunas realizaciones, el proceso comprende la primera etapa de destilación (3), la etapa de separación líquido-líquido (4) y la segunda etapa de destilación (5). La segunda etapa de destilación (5) no está limitada a una sola etapa de destilación y puede contener una pluralidad de etapas de destilación utilizando una pluralidad de columnas de destilación. Para la producción de ácido acético, el proceso generalmente comprende la etapa de reacción (1) y la etapa de evaporación instantánea (evaporador instantáneo) (2).
60

65 En lo sucesivo en el presente documento, el proceso mostrado en la figura 1 se explicará con más detalle.

(1) Etapa de reacción (reactor)

En la etapa de reacción (reactor) (1), se alimentan continuamente metanol y monóxido de carbono a un reactor en presencia de un medio de reacción que contiene un sistema catalítico de carbonilación y agua y producen ácido acético por carbonilación de metanol.

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

El catalizador de metal se puede usar en forma de un metal simple, un óxido de metal (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido metálico, un yoduro metálico, un carboxilato metálico (p. ej., un acetato), una sal metálica de un ácido inorgánico (p. ej., un sulfato, un nitrato y un fosfato) o un complejo metálico. Se prefiere usar el catalizador metálico en una forma (p. ej., una forma compleja) soluble en una fase líquida (o un líquido de reacción). El catalizador de rodio puede incluir preferentemente, por ejemplo, un complejo de yoduro de rodio (por ejemplo, RhI_3 , $RhI_2(CO)_4$], and $[Rh(CO)_2I_2]$) y un complejo de carbonilo de rodio. El catalizador metálico tiene una concentración de, por ejemplo, 100 a 5000 ppm (en base al peso, se aplica esto mismo en lo sucesivo en el presente documento), preferentemente de aproximadamente 200 a 3.000 ppm en peso, más preferentemente de 300 a 2000 ppm, y particularmente de 500 a 1500 ppm en toda la fase líquida en el reactor.

El estabilizador de catalizador o acelerador de reacción puede incluir un yoduro metálico capaz de producir un ion yoduro en el medio de reacción, por ejemplo, un yoduro metálico alcalino (p.ej., yoduro de litio, yoduro de sodio y yoduro de potasio). Entre estos estabilizadores, se prefiere el yoduro de litio. Estos cocatalizadores o aceleradores pueden usarse solos o en combinación.

El estabilizador de catalizador o el acelerador de reacción en toda la fase líquida en el reactor tiene una concentración de, por ejemplo, aproximadamente el 1 al 25 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 2 al 22 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente el 3 al 20 % en peso. El ion yoduro en el sistema de reacción puede tener una concentración de, por ejemplo, aproximadamente 0,05 a 2,5 mol/l y, preferentemente, de aproximadamente 0,25 a 1,5 mol/l.

Como cocatalizador, se puede usar yoduro de metilo. El yoduro de metilo en toda la fase líquida en el reactor tiene una concentración de, por ejemplo, aproximadamente el 1 al 30 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 5 al 25 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente el 6 al 20 % en peso (p.ej., de aproximadamente el 8 al 18 % en peso).

Un sistema de catalizador de carbonilación preferido puede comprender un catalizador de rodio, un yoduro metálico como estabilizador de catalizador (p.ej., yoduro de litio) y yoduro de metilo como cocatalizador. Al reactor se puede alimentar una mezcla de catalizador (un líquido catalizador) que contiene el sistema catalítico de carbonilación y agua.

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

La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser una presión de, por ejemplo, aproximadamente 2 a 30 atmósferas y preferentemente aproximadamente 4 a 15 atmósferas. Un gas residual que contiene monóxido de carbono producido en la(s) etapa(s) sucesiva(s) puede reciclarse al sistema de reacción.

La reacción de carbonilación produce hidrógeno mediante una reacción de monóxido de carbono con agua. El hidrógeno aumenta la actividad del catalizador. Por tanto, se puede alimentar hidrógeno al reactor, si fuera necesario. El hidrógeno se puede alimentar al reactor mediante el reciclado del(de los) componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono u otros gases) agotados en el proceso, si fuese necesario después de purificar y/o separar el(los) componente(s) gaseoso(s) en la(s) etapa(s) sucesiva(s). La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser una presión de, por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 250 kPa (p.ej., aproximadamente de 1 a 200 kPa), preferentemente aproximadamente de 5 a 150 kPa y, más preferentemente, aproximadamente de 10 a 100 kPa (p.ej., aproximadamente de 10 a 50 kPa) en términos de presión absoluta.

La temperatura de la reacción de carbonilación puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 150 a 250 °C,

preferentemente de aproximadamente 160 a 230 °C y, más preferentemente, de aproximadamente 170 a 220 °C. La presión de reacción (presión total del reactor), incluyendo las presiones parciales de subproductos, puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 1.520 a 4.053 kPa (15 a 40 atmósferas).

- 5 En el reactor, la reacción de carbonilación de metanol continúa con la formación de un equilibrio entre un sistema de reacción en fase líquida y un sistema en fase gaseosa. El sistema de reacción en fase líquida contiene el(los) reactivo(s) y el componente de catalizador metálico y el sistema en fase gaseosa comprende monóxido de carbono, productos de reacción (hidrógeno, metano y dióxido de carbono) y componentes vaporizados con punto de ebullición inferior (p.ej., yoduro de metilo, producto de ácido acético y acetato de metilo). Los componentes de vapor (gas de purga) pueden retirarse de la parte superior (o cabeza) del reactor (1), o pueden someterse a un tratamiento de absorción para recuperar monóxido de carbono y/o hidrógeno que luego puede reciclarse al reactor.

15 La mezcla de reacción (el líquido de reacción en bruto) contiene ácido acético, componentes de bajo punto de ebullición o impurezas, teniendo cada uno un punto de ebullición inferior al del ácido acético (p.ej., yoduro de metilo como cocatalizador, acetato de metilo como producto de reacción de ácido acético y metanol, agua y acetaldehído como subproducto), y componentes o impurezas de mayor punto de ebullición, teniendo cada uno un punto de ebullición superior al ácido acético [p.ej., un componente de catalizador metálico (p.ej., un catalizador de rodio), yoduro de litio como estabilizador de catalizador y un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂ (p.ej., ácido propiónico)]. Adicionalmente, también se producen subproductos derivados del acetaldehído (derivados del acetaldehído). Los subproductos pueden incluir, por ejemplo, otros aldehídos tales como butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído y 2-etilbutiraldehído; una cetona, tal como acetona o metil etil cetona; un producto de condensación aldólica de los mismos; y un yoduro de alquilo C₂₋₁₂, tal como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo o yoduro de hexilo. Los subproductos también pueden incluir un 3-hidroxiacetal (p.ej., 3-hidroxiacetal); ácido fórmico o el ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂ (tal como ácido propiónico, ácido butanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico o ácido octanoico); un alcohol alquílico C₃₋₁₂ tal como alcohol butílico o alcohol 2-etilbutílico; un éster de metanol o el alcohol alquílico anterior con ácido acético o el ácido carboxílico anterior; un éter de metanol y/o el alcohol alquílico anterior (un dialquil éter tal como dimetil éter); y metano y un hidrocarburo con dos o más átomos de carbono (p.ej., un alcano C₂₋₁₂). Estos subproductos normalmente aumentan en proporción del cuadrado al cubo de la concentración de acetaldehído. El acetaldehído y los subproductos derivados del acetaldehído (por ejemplo, otros aldehídos, la cetona y el producto de condensación aldólica) pertenecen a los compuestos reductores de permanganato (PRC). Así, se prefiere separar y retirar el acetaldehído, que es un subproducto principal, de la mezcla de reacción y/o la(s) corriente(s) de proceso y recuperar componentes útiles (p. ej., yoduro de metilo) de la(s) corriente(s) de proceso para una utilización eficaz. Por cierto, aunque el yoduro de alquilo C₂₋₁₂, incluyendo el yoduro de metilo, también pertenece a los PRC, el yoduro de metilo se excluye de los PRC en el proceso de las realizaciones.

40 De acuerdo con una realización de la presente invención, el acetaldehído puede separarse eficientemente y eliminarse para disminuir la concentración de acetaldehído en el reactor incluso en una reacción continua. Con la disminución de la concentración de acetaldehído o la eliminación de acetaldehído, se evita significativamente la producción de subproductos derivados del acetaldehído. Por ejemplo, toda la fase líquida en el reactor puede tener una concentración de CRP (representativamente, acetaldehído) de, por ejemplo, no más de 1000 ppm (p. ej., de 0 o del límite de detección a 700 ppm), preferentemente no más de 400 ppm (p. ej., de 5 a 300 ppm) y, más preferentemente, de 10 a 250 ppm durante todo el proceso.

- 45 El rendimiento espacio-temporal del ácido carboxílico objetivo (ácido acético) en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 a 50 mol/lh, preferentemente de 8 mol/lh a 40 mol/lh y, más preferentemente, de 10 mol/lh a 30 mol/lh.

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

(2) Etapa de evaporación instantánea

60 En la etapa de evaporación instantánea (2), una parte de la mezcla de reacción se retira continuamente del reactor 1 y se introduce o alimenta a un evaporador instantáneo (unidad de separación de catalizador) (2) a través de una línea de alimentación 11 para separar la mezcla de reacción en una fase volátil (2A) y una fase menos volátil (2B); la fase volátil (2A) contiene producto de ácido acético, yoduro de metilo, acetaldehído, acetato de metilo, agua u otros compuestos, y la fase menos volátil (2B) contiene el catalizador de rodio y yoduro de litio. Al menos una primera parte de la fase volátil (2A) se alimenta a una columna de destilación de la primera etapa de destilación (3) a través de una línea de alimentación 22, y la fase menos volátil (2B) se recicla al reactor de la etapa de reacción (1) a través de una línea de reciclaje 21.

Una segunda parte de la fase volátil (2A) puede enfriarse y condensarse en un condensador C1 en una línea 23. El condensado resultante puede mantenerse en un tanque de contención HT para reciclar el condensado a la etapa de reacción (reactor) (1). El producto enfriado (condensado y/o componente no condensable) en el condensador C1 puede alimentarse a la etapa de separación líquido-líquido (4) a través de una línea 26 y puede mantenerse en un decantador (4) junto con un producto de cabeza (3A) desde la primera etapa de destilación (columna divisora) (3), y una mezcla del producto enfriado y el producto de cabeza (3A) puede separarse en dos fases en el decantador (4).

(Condensación de la fase volátil)

La segunda parte de la fase volátil (2A) puede alimentarse, sin condensación, a la segunda etapa de destilación (5) directa o indirectamente a través de la etapa de separación líquido-líquido (4), o puede enfriarse y condensarse en uno o una pluralidad de condensadores C1 para formar dos fases (una fase acuosa o una fase orgánica) para someter la fase acuosa o la fase orgánica (al menos la fase acuosa) a la segunda etapa de destilación (5) directa o indirectamente a través de la etapa de separación líquido-líquido (4). Por ejemplo, la segunda parte de la fase volátil (2A) puede condensarse opcionalmente como se ha descrito anteriormente (y opcionalmente separarse líquido-líquido) y mezclarse con el condensado obtenido en la etapa de separación líquido-líquido (4), y la mezcla puede someterse a la segunda etapa de destilación (5).

Si fuera necesario, el componente de catalizador (componente de catalizador metálico) se puede separar de la fase menos volátil (2B) mediante una o una pluralidad de etapas y se puede reciclar a la etapa de reacción (1).

La evaporación instantánea puede incluir una evaporación instantánea termostática en la que la mezcla de reacción se calienta y se despresuriza, una evaporación instantánea adiabática en la que la mezcla de reacción se despresuriza sin calentarla o una combinación de estas condiciones de evaporación instantánea. Mediante tal evaporación instantánea, la mezcla de reacción se puede separar en la fase de vapor y la fase líquida. Por ejemplo, la evaporación instantánea puede llevarse a cabo a una temperatura de la mezcla de reacción de 80 a 200 °C, una presión (presión absoluta) de la mezcla de reacción de 50 a 1000 kPa (p. ej., de 100 a 1000 kPa), preferentemente de 100 a 500 kPa y, más preferentemente, de 100 a 300 kPa.

(3) Primera etapa de destilación (columna divisora)

En la primera etapa de destilación (columna divisora) (3), la fase volátil (2A) se separa en un primer producto de cabeza (3A), una corriente de ácido acético (3B) y una corriente de fondo (3C); el primer producto de cabeza (3A) (gas de cabeza, corriente de punto de ebullición inferior o fracción de punto de ebullición inferior) se retira desde una parte superior o de arriba de la columna a través de una línea de retirada 32, la corriente de ácido acético (3B) se corta lateralmente a través de una línea 38 y contiene principalmente ácido acético, y la corriente de fondo (3C) (corriente de mayor punto de ebullición o fracción de mayor punto de ebullición) se retira de una parte de fondo o inferior de la columna a través de una línea de fondo 31. La proporción de la primera corriente de cabeza o producto de cabeza (3A) puede ser de aproximadamente el 35 al 50 % en peso en toda la fase volátil (2A).

La primera corriente de cabeza (3A), que corresponde a una primera mezcla (3A), contiene al menos un compuesto reductor de permanganato (PRC), yoduro de metilo y agua. El PRC contiene al menos un subproducto de acetaldehído. La primera corriente de cabeza (3A) normalmente contiene acetato de metilo y prácticamente contiene ácido acético, metanol, agua, dimetil éter, subproductos derivados de acetaldehído (p. ej., un aldehído, tal como crotonaldehído o butiraldehído; un derivado de acetaldehído tal como un yoduro de alquilo C₂₋₁₂ o un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂; y un alcano C₂₋₁₂).

La corriente de ácido acético o la corriente de corte lateral (3B) se alimenta adicionalmente a una etapa de purificación mediante una columna de destilación u otro medio (no mostrado) para eliminar agua o impurezas de punto de ebullición superior u otras impurezas de la corriente (3B), produciendo así ácido acético purificado con una alta pureza. La corriente líquida (3C) normalmente contiene al menos agua y ácido acético y también contiene prácticamente metanol, ácido propiónico u otros compuestos. La corriente líquida (3C) puede contener un componente de catalizador metálico arrastrado. La corriente líquida (3C) puede descargarse a través de la línea 31, o una parte o la totalidad de la corriente líquida (3C) puede reciclarse a la etapa de reacción (reactor) (1) a través de una línea 90.

En una realización de la presente invención, el proceso se puede aplicar a la primera mezcla o corriente de cabeza que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo y agua. El primer producto de cabeza (3A) puede someterse a la segunda etapa de destilación (5) en forma gaseosa. En una realización preferida, la primera mezcla contiene además acetato de metilo. En una realización de la presente invención, el proceso se aplica eficazmente a la primera mezcla o corriente de cabeza (3A) que contiene una alta concentración de al menos yoduro de metilo (en particular, altas concentraciones de al menos yoduro de metilo y PRC). Por cierto, la primera mezcla o corriente de cabeza (3A) puede tener una mayor concentración de agua con respecto a la fase volátil (2A). Así, como se muestra en la figura 1, mediante una etapa u operación unitaria predeterminada o anterior [p. ej., la etapa de destilación (3), la etapa de separación líquido-líquido (4)], se produce la primera mezcla (3A) en la que se concentra yoduro de metilo (en

particular, tanto el yoduro de metilo como los PRC). En esta realización, la primera mezcla (3A) se condensa y se separa bifásicamente en la etapa de separación líquido-líquido (4), y la fase orgánica y/o la fase acuosa resultantes se someten a la segunda etapa de destilación (5).

5 La temperatura interna de la columna de destilación (columna divisora) de la primera etapa de destilación (3) depende de una presión interna de la misma. A la presión interna de una presión atmosférica (1 atm = aproximadamente 0,1 MPa), la columna de destilación puede tener una temperatura máxima de la columna de, por ejemplo, aproximadamente 20 a 100 °C (p. ej., de aproximadamente 30 a 80 °C) y, preferentemente, de aproximadamente 40 a 70 °C (p. ej., de aproximadamente 50 a 60 °C), o puede tener una temperatura de fondo de columna de, por ejemplo, aproximadamente 40 a 120 °C (p. ej., aproximadamente de 50 a 100 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 60 a 90 °C (p. ej., aproximadamente de 70 a 85 °C). La columna de destilación puede tener una presión de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa, preferentemente de aproximadamente 0,2 a 0,4 MPa y, más preferentemente, de aproximadamente 0,25 a 0,35 MPa en términos de presión absoluta.

15 La columna de destilación puede tener un número teórico de platos de, por ejemplo, aproximadamente 2 a 100 (p. ej., de aproximadamente 5 a 70) y, preferentemente, de aproximadamente 7 a 50 (p. ej., de aproximadamente 10 a 30). La relación de reflujo de la columna de destilación puede ser infinita (donde el infinito significa que todo el condensado de la parte superior de la columna de destilación se recicla a la parte superior de la columna de destilación) o puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 1 a 5000 (p. ej., de aproximadamente 10 a 4000) y, preferentemente, de aproximadamente 100 a 3000 (p. ej., de aproximadamente 500 a 2000).

(4) Etapa de condensación/separación líquido-líquido. El primer producto de cabeza (3A) de la primera etapa de destilación (columna de separación o columna de destilación) (3) se enfría y condensa en un condensador C2 en una línea de retirada 32, y el condensado puede separarse bifásicamente en una fase acuosa rica en acetaldehído y una fase orgánica rica en yoduro de metilo en un decantador (un aparato decantador, un recipiente de almacenamiento) (4). Una parte del condensado (la fase acuosa y/o la fase orgánica) se devuelve a la columna divisora (3) a través de una línea de reflujo 42 (42a, 42b) para someterla a reflujo. Al menos una parte de la fase acuosa se alimenta a una columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5), y al menos una parte de la fase orgánica se recicla a la etapa de reacción (1) a través de una línea 41. En la realización mostrada en la figura 1, una parte de la fase acuosa se devuelve a la columna divisora (3) a través de la línea de reflujo 42b para someterla a reflujo, la parte residual de la fase acuosa se alimenta a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de una línea de alimentación 43b, una primera parte de la fase orgánica se devuelve a la columna divisora (3) a través de la línea de reflujo 42a para someterla a reflujo, y una segunda parte de la fase orgánica se alimenta a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de una línea de alimentación 44, y la parte residual de la fase orgánica se recicla a la etapa de reacción (1) a través de la línea 41.

Por cierto, a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) se puede alimentar al menos una parte de la fase acuosa (o la fase acuosa completa) o se puede alimentar al menos una parte de la fase orgánica (o la fase orgánica completa) o puede alimentarse una mezcla de la fase orgánica y la fase acuosa, siempre y cuando la corriente superior (5A) (5B) sea separable líquido-líquido (o bifásica). En una realización preferida, al menos una parte de la fase orgánica (la fase orgánica rica en yoduro de metilo) se alimenta generalmente a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5). Al menos una parte de la fase acuosa puede alimentarse a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5).

Además de la etapa de separación líquido-líquido (decantador) (4) para contener o retener temporalmente el condensado y separar bifásicamente el condensado, se puede utilizar, opcionalmente, un tanque de compensación para contener temporalmente (o retener) el condensado (la fase inferior o la fase superior separadas) en el decantador (4) para suprimir la fluctuación del caudal de la corriente de proceso.

El condensado (así como la fase acuosa y la fase orgánica) puede tener una temperatura de, por ejemplo, de aproximadamente 20 a 110 °C (p. ej., de aproximadamente 25 a 90 °C) y, preferentemente, de aproximadamente 30 a 80 °C (p. ej., de aproximadamente 35 a 70 °C).

La destilación de la corriente de cabeza o primera mezcla (3A) forma la corriente superior (5A) (5B), que es separable líquido-líquido. La primera mezcla (3A) puede ser bifásicamente separable. En un caso donde la primera mezcla (3A) puede separarse bifásicamente, al menos una parte de la fase orgánica, al menos una parte de la fase acuosa, o un líquido de alimentación que contiene la primera mezcla (la fase orgánica y la fase acuosa) se puede alimentar a la etapa de destilación (5). Así, en la primera mezcla (3A), las concentraciones de yoduro de metilo, cada uno de los PRC (un compuesto representativo de los PRC es acetaldehído), agua u otros compuestos, se pueden seleccionar de amplios intervalos de concentración.

En lo sucesivo en el presente documento, con referencia a composiciones de corrientes de proceso, se describirán las concentraciones de los componentes típicos (acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, agua y dimetil éter), aunque las corrientes de proceso inevitablemente contienen otros componentes (incluidas las impurezas) como se describe a continuación. Las corrientes de proceso pueden incluir la primera mezcla (3A) y las

fases (por fases) separadas de ellas, la segunda corriente de cabeza (5A), la corriente de corte lateral (5B) y las fases (por fases) separadas de ella, las corrientes de cabeza (7A) (8A) o los condensados de las mismas, y las corrientes líquidas de fondo (7B) (8B). Como se usa en el presente documento, cada corriente de proceso (o cada fase), incluyendo las impurezas, tiene una cantidad total de 100 % en peso en base al peso.

5 La primera mezcla (3A) puede contener componentes típicos en un amplio intervalo de concentraciones de acuerdo con el estado de separación líquido-líquido como se describe a continuación, por ejemplo, puede contener acetaldehído en una concentración aproximadamente de 10 ppm a 30 % en peso (p. ej., aproximadamente de 100 ppm a 25 % en peso, preferentemente de aproximadamente 500 ppm a 20 % en peso), yoduro de metilo en una
10 concentración aproximadamente de 0,1 a 90 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 a 85 % en peso, preferentemente aproximadamente de 3 a 70 % en peso), y agua en una concentración aproximadamente de 0,1 a 90 % en peso (p. ej., aproximadamente de 0,5 a 80 % en peso, preferentemente aproximadamente de 1 a 70 % en peso). Adicionalmente, la primera mezcla puede contener acetato de metilo en una concentración aproximadamente de 1 a 30 % en peso (p. ej., aproximadamente de 3 a 25 % en peso, preferentemente aproximadamente de 5 a 20 %
15 en peso), ácido acético en una concentración aproximadamente de 0 a 60 % en peso (p. ej., aproximadamente de 0,3 a 40 % en peso, preferentemente aproximadamente de 0,5 a 35 % en peso) y dimetil éter en una concentración aproximadamente de 0 a 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm a 0,5 % en peso, preferentemente aproximadamente de 10 ppm a 0,2 % en peso).

20 La primera mezcla (3A) (un líquido homogéneo, o una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica) puede tener una concentración de CRP de, por ejemplo, de 10 ppm a 10 % en peso (p. ej., de 100 ppm a 5 % en peso) y, preferentemente, de 500 ppm a 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 0,1 a 0,5 % en peso). De acuerdo con una realización de la presente invención, se pueden separar eficazmente pequeñas cantidades de PRC (p. ej., acetaldehído) y, por lo tanto, cada uno de los PRC (p. ej., acetaldehído) en la primera mezcla (3A) puede tener una
25 concentración aproximadamente de 100 a 5000 ppm (p. ej., aproximadamente de 500 a 3000 ppm) y generalmente aproximadamente de 750 a 2500 ppm (p. ej., aproximadamente de 1000 a 2000 ppm). La primera mezcla (3A) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente 10 a 85 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 80 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 40 al 75 % en peso (p. ej., aproximadamente del 50 al 70 % en peso). La primera mezcla (3A) puede tener una concentración de acetato de
30 metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 20 % en peso), o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 7 al 17 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 15 % en peso). La primera mezcla (3A) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 12 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 10 % en peso) y, preferentemente,
35 aproximadamente del 0,5 al 8 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 7 % en peso); o puede tener una concentración de ácido acético aproximadamente del 1 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 3 % en peso). La primera mezcla (3A) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, no menos del 1 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 87 % en peso), preferentemente no menos del 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 15 al 85 % en peso) y, más preferentemente, no menos del 20 % en peso (p. ej.,
40 aproximadamente del 30 al 83 % en peso); o puede tener una concentración de agua aproximadamente del 5 al 50 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 40 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 15 al 35 % en peso (p. ej., aproximadamente del 17 al 30 % en peso). La primera mezcla (3A) puede tener una concentración de dimetiléter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de
45 1 ppm al 0,5 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 5 ppm al 0,3 % en peso (p. ej., aproximadamente de 10 a 500 ppm).

En un caso donde la corriente de cabeza o la primera mezcla (3A) se separa líquido-líquido (o forma una fase orgánica y una fase acuosa), la fase orgánica (las líneas 41, 42a y 44) puede tener una concentración de CRP de, por ejemplo, aproximadamente 1 ppm a 10 % en peso (p. ej., aproximadamente de 100 ppm a 5 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 300 ppm a 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 500 ppm a 0,5 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 10 al 95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 93 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 50 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 70 al 90 % en peso); o puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, no menos del 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 15 al 90 % en peso), preferentemente no menos del 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 90 % en peso), más preferentemente no menos del 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 80 % en peso), y particularmente aproximadamente del 40 al 70 % en peso (p. ej., aproximadamente del 50 al 65 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 5 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 7 al 16 % en peso). La fase orgánica de la primera mezcla (3A) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 7 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,3 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 3 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 50 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 40 % en peso), preferentemente del 0,1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,2 al 20 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso); o puede tener una concentración de agua aproximadamente del 0 al

5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 3 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,3 al 2 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 1,5 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 0,5 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 5 ppm al 0,3 % en peso (p. ej., aproximadamente de 10 ppm al 0,1 % en peso).

En un caso donde la corriente de cabeza o la primera mezcla (3A) se separa líquido-líquido (o forma una fase orgánica y una fase acuosa), la fase acuosa (líneas 43a y 43b) puede tener una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, aproximadamente 500 ppm a 30 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1000 ppm a 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 2000 ppm a 20 % en peso (p. ej., aproximadamente de 3000 ppm a 15 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 3 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 15 % en peso); o puede tener una concentración de yoduro de metilo de no menos del 1,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 2 al 50 % en peso), no menos de preferentemente el 2 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 40 % en peso) y, más preferentemente, no menos del 4 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 30 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 5 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 7 al 15 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 5 al 60 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 50 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 20 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 35 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 10 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 80 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 30 al 75 % en peso (p. ej., aproximadamente del 40 al 70 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 0,8 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 5 ppm al 0,5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 10 a 2000 ppm).

Por cierto, en un caso donde la primera mezcla es un líquido homogéneo o una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica, cada componente en el líquido homogéneo o la mezcla generalmente tiene una concentración dentro del intervalo del componente correspondiente en la fase orgánica y la fase acuosa. En un caso donde la primera mezcla no está separada líquido-líquido o la primera mezcla es una mezcla de una fase orgánica y una fase acuosa, la concentración de cada componente en la primera mezcla es una concentración dentro de los intervalos máximo y mínimo del componente correspondiente de ambas fases.

La corriente de ácido acético o la corriente de corte lateral (3B) puede tener una concentración de cada uno de los PRC (típicamente, acetaldehído) de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 2000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 1000 ppm), preferentemente aproximadamente de 0 a 500 ppm (p. ej., aproximadamente de 1 a 100 ppm) y, más preferentemente, aproximadamente de 0 a 50 ppm o puede tener la concentración de PRC sustancialmente no mayor que el límite de detección o medible. La corriente de ácido acético (3B) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,3 al 10 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 7 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso). La corriente de ácido acético (3B) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,3 al 10 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso). La corriente de ácido acético (3B) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,3 al 10 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 3 % en peso). La corriente de ácido acético (3B) puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente 0 a 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 0,8 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente de 5 ppm al 0,5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 10 a 2000 ppm) o puede tener una concentración de dimetiléter sustancialmente no mayor que el límite de detección. La corriente de ácido acético o corriente de corte lateral (3B) contiene estos componentes, contaminantes inevitables (incluyendo impurezas o subproductos) y ácido acético como el resto. La corriente de ácido acético (3B) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 87 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 88 al 98 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 90 al 97 % en peso (p. ej., aproximadamente del 90 al 95 % en peso).

La corriente líquida inferior (corriente de punto de ebullición más alto o fracción de punto de ebullición más alto) (3C) (la línea 31) puede tener una concentración de cada uno de los PRC (típicamente, acetaldehído) de, por ejemplo, aproximadamente 0 a 2000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 1000 ppm), preferentemente aproximadamente de 0 a 500 ppm (p. ej., aproximadamente de 1 a 100 ppm) y, más preferentemente, aproximadamente de 0 a 50 ppm o puede tener la concentración de PRC sustancialmente no mayor que el límite de detección. La corriente líquida de fondo (3C) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 10 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,1 al 8 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,2 al 5 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 3 % en peso. La corriente líquida de fondo (3C) puede tener una concentración de acetato de metilo y una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 10 % en peso),

preferentemente del 0,3 al 8 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 5 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,7 al 3 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 2 % en peso). La corriente líquida de fondo (3C) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 60 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 70 al 99 % en peso), preferentemente aproximadamente del 80 al 98 % en peso (p. ej., aproximadamente del 85 al 98 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 90 al 98 % en peso. La corriente líquida de fondo (3C) puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 1000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 100 ppm) y, preferentemente, aproximadamente de 0 a 50 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 10 ppm) o puede tener una concentración de dimetil éter sustancialmente no mayor que el límite de detección.

(5) Segunda etapa de destilación (columna de destilación)

En la realización mostrada en la figura 1, la primera corriente de cabeza (3A) [en la realización ilustrada, se alimenta el condensado de la etapa de separación líquido-líquido (4)], a través de la línea de alimentación 43b y/o 44, a la segunda etapa de destilación (columna de destilación) (5) y se destila (p. ej., se destila azeotrópicamente) sin suministro (o adición) de agua. Con la destilación de la primera corriente de cabeza (3A), una parte de agua en la primera corriente de cabeza (3A) se transfiere o sube a una posición más alta que el puerto de alimentación de la columna de destilación (5) para formar una segunda mezcla (por ejemplo, una segunda mezcla que puede separarse bifásicamente por condensación) que tiene una mayor cantidad de agua por transferencia o distribución de agua. La segunda mezcla se retira como una segunda corriente de cabeza (5A), y la corriente inferior o corriente de fondo (5C), que tiene una cantidad disminuida de agua por transferencia de agua, se retira de una posición más baja que el puerto de alimentación. Específicamente, el agua en la primera corriente de cabeza (3A) se transfiere a la segunda corriente de cabeza (5A) como la corriente superior predominantemente que la corriente inferior o la corriente de fondo (5C). Tal destilación distributiva permite que la segunda corriente de cabeza (5A) tenga una concentración de PRC significativamente más alta (en particular, acetaldehído) que la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A) alimentada a la columna de destilación (5). La segunda corriente de cabeza (5A) puede condensarse y separarse bifásicamente para formar una fase acuosa que tiene además los PRC eficazmente concentrados.

La segunda etapa de destilación (columna de destilación) (5) forma la segunda mezcla (5A) a la que se transfiere o distribuye el agua de forma más predominantemente de lo habitual, y la corriente inferior o corriente de fondo (5C) a la que se transfiere o distribuye el agua de forma menos dominante de lo habitual.

La segunda mezcla que tiene un mayor contenido de agua se retira como la corriente superior. La segunda mezcla no se limita a la corriente de cabeza (5A). Como se muestra por una línea de puntos en la figura 1, la segunda mezcla puede retirarse como la corriente de corte lateral (5B) a través de una línea 63. Específicamente, de acuerdo con el nivel de altura (o posición) de la segunda mezcla formada en la columna de destilación, si la segunda mezcla se retira como la corriente de corte lateral (5B), la primera mezcla (3A) tiene una concentración/cantidad de agua menor que la de la corriente inferior o corriente de fondo (5C). Por lo tanto, la segunda mezcla se puede separar de forma bifásica para formar una fase acuosa que tiene los PRC eficazmente concentrados. La segunda mezcla puede retirarse tanto como la corriente de cabeza (5A) y como la corriente de corte lateral (5B).

La segunda mezcla puede formar una mezcla que contiene agua y que tiene una composición azeotrópica (por ejemplo, una mezcla azeotrópica que puede separarse bifásicamente por condensación). La formación de la mezcla azeotrópica aumenta la cantidad de distribución (cantidad de transferencia) de agua a la segunda mezcla (5A) (5B) eficazmente y disminuye la cantidad de distribución (cantidad de transferencia) de agua a la corriente inferior o corriente de fondo (5C) eficazmente, en comparación con la cantidad de agua en la mezcla en el equilibrio vapor-líquido original. Así, retirando la mezcla azeotrópica (segunda mezcla) como la corriente superior [la corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B)], condensando la mezcla retirada para separar el condensado en dos fases, se puede obtener una fase acuosa que tiene los PRC eficazmente concentrados.

La destilación de la primera mezcla (3A) puede formar una zona de concentración de PRC y yoduro de metilo en una posición más alta que el puerto de alimentación de la segunda etapa de destilación (columna de destilación) (5) y puede permitir que al menos una parte de agua en la primera mezcla (3A) se mueva hacia arriba a la zona de concentración; y una corriente (segunda mezcla) de la zona de concentración puede retirarse como la corriente superior (5A) (5B) (es decir, la corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B)). En esta realización, al retirar el agua que sube en la columna de destilación (5) como la corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B) de la columna de destilación (5), el agua se puede separar (o eliminar) sin caer en el columna de destilación (5). Al separar líquido-líquido la corriente de cabeza retirada (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B), puede separarse el agua (o una fase acuosa). Específicamente, la caída de agua dentro de la columna de destilación (5) puede evitarse (o suprimirse) simplemente retirando la corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B), y eliminando la totalidad o la mayor parte de la fase acuosa resultante del sistema sin refluir la fase acuosa a la columna de destilación (5) (o mientras se refluye una parte de la fase acuosa). La primera mezcla (3A) se puede destilar en una columna de destilación provista de un medio que permita que una fracción de vapor o evaporación (una fracción de vapor o evaporación en la primera mezcla) suba a la zona de concentración y que permita evitar (o suprimir) que un líquido (una fracción licuada) caiga de la zona de concentración. El medio puede

incluir, por ejemplo, una bandeja o receptor, tal como una bandeja de chimenea como se describe más adelante. De la bandeja o receptor, tal como una bandeja de chimenea, se puede retirar la cantidad total de la corriente de corte lateral (5B).

5 Suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación es 100 y el fondo es el plato "cero" (0), la posición (puerto de alimentación, o plato o bandeja de alimentación) en la que la composición mixta o corriente de cabeza (3A) [en la realización ilustrada, la fase orgánica y/o la fase acuosa de la etapa de separación líquido-líquido (4)] se alimenta a la segunda columna de destilación (5), puede ser aproximadamente de la 1^{er} al 50^o plato (p. ej., aproximadamente del 3^{er} al 45^o plato), preferentemente del 4^o al 40^o plato (p. ej., aproximadamente del 5^o al 35^o plato) desde el fondo de la columna de destilación. Por ejemplo, para una columna de destilación de platos con un número real total de platos de 43, el plato de alimentación al que se alimenta la primera mezcla (3A) puede ser del 1^{er} al 43^{er} plato, preferentemente aproximadamente del 2^o al 40^o plato, más preferentemente aproximadamente del 4^o al 30^o plato, aproximadamente del 5^o al 20^o plato, y aproximadamente del 6^o al 10^o plato desde el fondo de la columna de destilación.

15 Mediante la destilación en la segunda etapa de destilación (5), la cantidad de agua transferida o distribuida desde la primera mezcla o corriente de cabeza (3A) a la corriente superior (5A) y/o (5B) puede ser, por ejemplo, no menos del 1 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 85 % en peso), preferentemente no menos del 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 80 % en peso), más preferentemente no menos del 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 15 al 75 % en peso), y particularmente no menos del 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 70 % en peso) o puede ser no menos del 50 % en peso (p. ej., aproximadamente 50 a 80 % en peso). La cantidad de agua que se debe transferir o distribuir desde la primera mezcla o corriente de cabeza (3A) a la corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede no ser superior al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 15 al 97 % en peso), preferentemente no más del 95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 20 al 95 % en peso), más preferentemente no más del 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 85 % en peso), y particularmente no más del 70 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 70 % en peso) o no puede ser más del 50 % en peso (p. ej., aproximadamente del 20 al 50 % en peso). Esta transferencia o distribución predominante de agua a la corriente superior (5A) (5B) forma la corriente inferior o corriente de fondo (5C) que tiene una cantidad disminuida de agua (cantidad absoluta) en comparación con la cantidad de agua en la primera mezcla (3A), y la corriente superior (5A) (5B) que tiene una mayor cantidad de agua (cantidad absoluta) o una mayor concentración de agua en comparación con la cantidad o concentración de agua en la primera mezcla (3A). La segunda mezcla (o mezcla azeotrópica) formada en la segunda columna de destilación (5) puede retirarse como la corriente superior (5A) (5B) para formar dos fases (una fase orgánica y una fase acuosa). Por ejemplo, en un caso donde la mezcla azeotrópica que tiene una concentración de agua sobre una solubilidad de agua en la fase orgánica se separa en dos fases, la fase acuosa contiene PRC (en particular, acetaldehído) selectivamente. Así, la eliminación simple de la fase acuosa, en la que los PRC se concentran con éxito, del sistema permite la eliminación eficiente de los PRC (en particular, acetaldehído) sin suministro adicional de agua para la extracción de agua.

40 Cuando la concentración de agua en la corriente inferior o corriente de fondo (5C) disminuye por destilación (o destilación azeotrópica) de la primera mezcla (3A), la corriente inferior o corriente de fondo (5C) tiene una concentración disminuida adicional de acetaldehído, que tiene una alta afinidad con el agua. Por consiguiente, la concentración de acetaldehído en la corriente inferior o corriente de fondo (5C) se puede reducir, y la eficiencia de separación del acetaldehído de la corriente superior (5A) (5B) se mejora con éxito. Tal ventaja no se encuentra en la técnica convencional.

45 Mediante la destilación de la primera mezcla (3A), la corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una relación (H_2O/Mel) de agua (H_2O) con respecto al yoduro de metilo (Mel) menor que la primera mezcla (3A), o la segunda mezcla o corriente superior (5A) (5B) puede tener dicha relación (H_2O/Mel) mayor que la primera mezcla (3A). La primera mezcla o primera corriente de cabeza (3A) puede tener una relación en peso H_2O/Mel de, por ejemplo, aproximadamente 0,0001 a 10000, preferentemente de aproximadamente 0,001 a 1000 y, más preferentemente, de aproximadamente 0,005 a 500 o puede tener una relación en peso H_2O/Mel de aproximadamente 0,01 a 100 (p. ej., aproximadamente 0,05 a 50). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una relación en peso H_2O/Mel de, por ejemplo, aproximadamente 0,00005 a 5000, preferentemente de aproximadamente 0,0005 a 5000 y, más preferentemente, de aproximadamente 0,01 a 2500 o puede tener una relación en peso H_2O/Mel de aproximadamente 0,005 a 500 (p. ej., aproximadamente 0,1 a 250). La segunda mezcla o corriente superior (5A) (5B) puede tener una relación en peso H_2O/Mel de aproximadamente 0,0002 a 5000, preferentemente de 0,002 a 500 y, más preferentemente, de 0,01 a 250 o puede tener una relación en peso H_2O/Mel de aproximadamente 0,05 a 50 (p. ej., aproximadamente 0,1 a 25).

60 La segunda mezcla separable líquido-líquido (por ejemplo, una mezcla azeotrópica) puede formarse controlando las concentraciones de componentes (concentración de cada uno de acetaldehído, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético u otros componentes) en la primera mezcla o corriente de cabeza (3A) y la condición de destilación. Específicamente, las condiciones de destilación (por ejemplo, una condición azeotrópica) de acetaldehído, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético y otras pequeñas cantidades de impurezas, se pueden lograr regulando las condiciones de destilación, tal como una concentración de cada componente, una cantidad de reflujo y un número teórico de platos. Un número teórico de platos demasiado grande o una cantidad de

65

reflujo demasiado grande hace que la concentración de acetaldehído en la parte superior de la columna sea excesivamente alta. Esto no puede formar una composición azeotrópica que contenga agua en la parte superior de la columna, y la composición azeotrópica se forma entre el puerto de alimentación (plato de alimentación) y el plato superior de la columna. Por lo tanto, la concentración de agua alrededor de la parte superior de la columna de destilación es extremadamente baja, y el acetaldehído no se concentra a una concentración tan alta como la derivada del cálculo. A este respecto, la destilación explicada anteriormente es diferente de la operación de destilación ordinaria.

Entre tanto, la disminución en la concentración de agua causa la disminución en la eficiencia de separación de acetaldehído. Específicamente, cuando la concentración de agua aumenta no en la parte superior de la columna, sino en una zona que se encuentra alrededor del centro de la columna y que no tiene un puerto de descarga (o un puerto para extraer una corriente hacia el exterior del sistema), el acetaldehído se concentra a una alta concentración en esta zona; el acetaldehído es difícil de evaporar debido a la disminución de la presión de vapor del acetaldehído. Por lo tanto, el acetaldehído es difícil de transferir (concentrar) desde el medio hasta la parte superior de la columna y no se concentra eficientemente en la parte superior de la columna (la tasa de concentración (o relación) de acetaldehído es difícil de aumentar teniendo en cuenta un gran número teórico de platos y una gran cantidad de reflujo). Tal fenómeno también se encuentra en la técnica convencional o en la destilación extractiva con agua descrita en los Documento de Patente.

A diferencia de ello, debido a una fuerte afinidad del acetaldehído (AD) con el agua, la destilación distributiva logra una fácil concentración y separación de acetaldehído (AD) en condiciones en que el agua se transfiere hacia arriba desde el puerto de alimentación (plato de alimentación) o a una posición más alta que el puerto de alimentación (plato de alimentación) y la corriente inferior o corriente de fondo tiene una concentración de agua menor que la primera mezcla (3A). Esta concentración o separación se puede lograr sin utilizar el número teórico ordinario de platos o la cantidad de reflujo necesaria para separar el acetaldehído (AD). Es más, después de la destilación, dado que la corriente superior (5A) (5B) que contiene suficiente agua se separa bifásicamente en una fase de yoduro de metilo (MeI) y una fase acuosa, el acetaldehído (AD) disuelto en la fase acuosa puede eliminarse automáticamente eliminando la fase acuosa. Así, las condiciones del proceso simplifican el proceso sin la técnica convencional en la que el acetaldehído (AD) concentrado en la fase de yoduro de metilo (MeI) se retira a propósito y luego se somete adicionalmente a extracción de agua, o en el que el agua se alimenta a una columna concentradora de acetaldehído (AD) para destilación extractiva con agua.

Por cierto, una concentración demasiado alta de acetaldehído (AD) no satisface las condiciones de destilación distributiva o destilación azeotrópica. Las condiciones de destilación distributiva o de destilación azeotrópica a veces no se satisfacen de acuerdo con el cambio en las composiciones de otros componentes. Por lo tanto, las condiciones de destilación distributiva o de destilación azeotrópica deben optimizarse regulando el número teórico de platos, la cantidad de reflujo, la composición de la alimentación u otros. El número teórico de platos puede regularse retirando el destilado (o producto de cabeza) de la parte superior de la columna, así como colocando una placa de corte lateral debajo de la parte superior de la columna. La cantidad de reflujo se puede regular variando la carga de un calderín en la parte inferior de la columna. La composición del líquido de alimentación [la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A)] se puede regular de acuerdo con una relación de mezcla de la fase orgánica y la fase acuosa en el decantador 4. Una proporción de alimentación más alta de la fase acuosa aumenta una cantidad de agua ascendente (cantidad de distribución o cantidad de azeótropo) en la columna de destilación y, por lo tanto, aumenta la cantidad de la fase acuosa de la corriente superior (5A) (5B) para eliminar el acetaldehído en una cantidad mayor cantidad.

En un caso donde la segunda mezcla se retira como la corriente de cabeza (5A) en la destilación distributiva o destilación azeotrópica, el agua puede alimentarse desde un puerto de alimentación (plato de alimentación) debajo de la parte superior de la columna de destilación para distribución o azeótropo. En un caso donde la segunda mezcla se retira como la corriente de corte lateral (5B), el agua puede alimentarse desde un puerto de alimentación (plato de alimentación) debajo de un puerto de extracción (plato de corte lateral) para distribución o azeótropo.

La temperatura interna de la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) depende de una presión interna de la misma. A la presión interna de una presión atmosférica, la columna de destilación puede tener una temperatura máxima de la columna de, por ejemplo, aproximadamente 15 a 120 °C (p. ej., aproximadamente de 18 a 100 °C), preferentemente aproximadamente de 20 a 90 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 80 °C) y, más preferentemente, aproximadamente de 20 a 70 °C (p. ej., aproximadamente de 25 a 70 °C), o puede tener una temperatura de fondo de columna de, por ejemplo, de 35 a 150 °C (preferentemente de 40 a 120 °C). La columna de destilación puede tener una presión en la parte superior de la columna (presión absoluta) de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa. En la segunda etapa de destilación (5), otras condiciones de destilación (p. ej., el número de platos teóricos de la columna de destilación y la relación de reflujo) pueden ser las mismas que en la primera etapa de destilación (3).

La segunda mezcla (por ejemplo, una mezcla azeotrópica) puede tener una composición correspondiente a la composición de la segunda corriente de cabeza (5A) (una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica cuando la segunda mezcla se separa en estas fases; una mezcla en una línea 53, una mezcla de una corriente en una línea 61

y una corriente en una línea 62) en el proceso mostrado en la figura 1.

La segunda zona de mezcla o concentración (la zona en la que se concentran los aldehídos) (un fluido o corriente en una zona de concentración formada en una zona entre el puerto de alimentación de la columna de destilación (5) y el puerto de extracción para la parte superior de la columna de destilación (5)) puede tener una concentración de PRC (p. ej., acetaldehído) a la que los PRC pueden formar un azeótropo con agua, por ejemplo, no más del 90 % en peso (p. ej., no más del 80 % en peso), preferentemente no más del 70 % en peso (p. ej., no más del 60 % en peso) y, más preferentemente, no más del 50 % en peso (p. ej., no más del 40 % en peso) o puede tener una concentración de PRC de no más del 30 % en peso, preferentemente no más del 28 % en peso y, más preferentemente, no más del 25 % en peso (p. ej., no más del 24 % en peso).

Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) (una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica cuando la corriente se separa en estas fases; una mezcla en una línea 53, una mezcla de una corriente en una línea 61 y una corriente en una línea 62) y la corriente de corte lateral (5B) (una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica cuando la corriente se separa en estas fases; una mezcla en una línea 63) puede tener una concentración de cada uno de los PRC (p. ej., acetaldehído) de, por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 20 % en peso), preferentemente aproximadamente del 2 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 7 % en peso); o puede tener una concentración de PRC del 0,1 al 10 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 0,5 al 7 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente el 1 al 5 % en peso. Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 97 % en peso), preferentemente aproximadamente del 10 al 95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 20 al 95 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 30 al 95 % en peso; o puede tener una concentración de yoduro de metilo del 50 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 65 al 98 % en peso), preferentemente aproximadamente del 75 al 98 % en peso (p. ej., aproximadamente del 85 al 97 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 90 al 97 % en peso. Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente el 0,1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 10 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 0,7 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,7 al 5 % en peso) o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 0,5 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 3 % en peso). Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, del 0 al 5 % en peso (p. ej., del 0,01 al 3 % en peso) y preferentemente del 0,1 al 2 % en peso, o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección. Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,3 al 10 % en peso), preferentemente de aproximadamente el 0,5 al 5 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente el 0,8 al 3 % en peso (p. ej., de aproximadamente el 1 al 2 % en peso). Cada una de la segunda corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) puede tener una concentración de dimetiléter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 3 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,0001 al 2 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 0,001 al 1,7 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 1,5 % en peso) o puede tener una concentración de dimetiléter aproximadamente del 0,1 al 1 % por peso.

En un caso donde la segunda corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B), por ejemplo, al menos la segunda corriente de cabeza (5A) está separada líquido-líquido (o forma una fase orgánica y una fase acuosa), la fase orgánica (líneas 64, 68) puede tener una concentración de cada uno de los PRC de, por ejemplo, aproximadamente el 0,1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 20 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 1 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 2 al 5 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 50 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 60 al 98 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 70 al 97 % en peso (p. ej., aproximadamente del 80 al 95 % en peso), o puede tener una concentración de yoduro de metilo aproximadamente del 85 al 98 % en peso (p. ej., aproximadamente del 90 al 97 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 10 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 0,7 al 7 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso), o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 2 al 4 % en peso; o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 0,3 al 7 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 5 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,001 al 3 % en peso), preferentemente del 0,01 al 2 % en peso, y del 0,1 al 0,5 % en peso, o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección. La fase orgánica puede tener una concentración de agua del 0 al 5 % en peso (p. ej., del 0,01 al 3 % en peso) y preferentemente del 0,05 al 1 % en peso (p. ej., del 0,1 al 0,3 % en peso). La fase orgánica puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente el 0 al 3 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 2 % en peso) y preferentemente aproximadamente de 10 ppm al 1,5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 100 a 5000 ppm).

En un caso donde la segunda corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B), por ejemplo, al menos la segunda corriente de cabeza (5A) está separada líquido-líquido (o forma una fase orgánica y una fase acuosa), la

fase acuosa (líneas 66, 69) puede tener una concentración de cada uno de los PRC aproximadamente del 1 al 50 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 40 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 10 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 15 al 25 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, del 0,01 al 10 % en peso (p. ej., del 0,1 al 5 % en peso) y preferentemente del 0,5 al 4 % en peso (p. ej., del 0,8 al 3 % en peso), o puede tener una concentración de yoduro de metilo del 1 al 2 % en peso. La fase acuosa puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,2 al 5 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,3 al 2 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 1 % en peso), o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 0,1 al 1,5 % en peso. La fase acuosa puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, del 0 al 5 % en peso (p. ej., del 0,001 al 3 % en peso) y preferentemente del 0,01 al 2 % en peso, o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La fase acuosa puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 3 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 2 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 0,001 al 1,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 1 % en peso).

La fase acuosa normalmente contiene estos componentes, contaminantes inevitables (incluyendo impurezas o subproductos) y agua como el resto. La fase acuosa puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 50 al 95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 60 al 93 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 70 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 75 al 85 % en peso).

La fase acuosa (líneas 66, 69), que es una fase líquido-líquido separada de la segunda corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B) [por ejemplo, al menos la segunda corriente de cabeza (5A)], contiene PRC enriquecidos (p. ej., acetaldehído) y tiene una concentración de PRC (p. ej., acetaldehído) más alta que una concentración de yoduro de metilo. La fase acuosa puede tener una relación (AD/Mel) de acetaldehído (AD) con respecto al yoduro de metilo (Mel) de, por ejemplo, de 3/1 a 50/1 (p. ej., de 4/1 a 40/1) y preferentemente de 5/1 a 30/1 (p. ej., de 7/1 a 20/1), o puede ser de 8/1 a 15/1 (p. ej., de 10/1 a 15/1).

La segunda corriente de cabeza (5A) (la línea 53 justo antes de un condensador C3) (una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica cuando la segunda corriente de cabeza se separa en estas fases) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente de 15 a 110 °C (p. ej., aproximadamente de 18 a 90 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 20 a 80 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 70 °C).

La corriente de corte lateral (5B) (la línea 63) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente 15 a 110 °C (p. ej., aproximadamente 20 a 90 °C) y preferentemente aproximadamente 25 a 8 °C (p. ej., aproximadamente 30 a 70 °C).

En un caso donde la primera corriente de cabeza (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 5 es un líquido homogéneo o una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica, la corriente inferior o corriente de fondo (5C) (una línea 52) puede tener una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, aproximadamente el 0 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 a 5000 ppm), preferentemente aproximadamente de 0 a 2500 ppm (p. ej., aproximadamente de 5 a 1000 ppm), aproximadamente de 10 a 100 ppm y aproximadamente de 20 a 50 ppm, o puede tener una concentración de acetaldehído sustancialmente no mayor que el límite de detección. La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 5 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 95 % en peso), preferentemente del 20 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 85 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 40 al 85 % en peso (p. ej., aproximadamente del 50 al 80 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 20 % en peso), o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 7 al 17 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 15 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 12 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 10 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 8 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 7 % en peso); o puede tener una concentración de ácido acético aproximadamente del 1 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 3 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 80 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,001 al 70 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,005 al 60 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 50 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,05 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 30 % en peso); o puede tener una concentración de agua aproximadamente del 0,2 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,25 al 20 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,3 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,35 al 5 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de dimetiléter de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 2000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0,001 a 1500 ppm), preferentemente aproximadamente de 0,01 a 500 ppm (p. ej., aproximadamente de 0,1 a 100 ppm) y, más preferentemente, aproximadamente de 0,2 a 10 ppm.

En un caso donde la primera corriente de cabeza (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 5 es una fase orgánica formada en la separación líquido-líquido, la corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una

concentración de acetaldehído de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 a 5000 ppm), preferentemente aproximadamente de 0 a 2500 ppm (p. ej., aproximadamente de 5 a 1000 ppm) y, más preferentemente, aproximadamente de 10 a 100 ppm (p. ej., aproximadamente de 20 a 50 ppm), o puede tener una concentración de acetaldehído sustancialmente no mayor que el límite de detección. La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 10 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 95 % en peso), preferentemente aproximadamente del 40 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 50 al 85 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 60 al 85 % en peso. La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 1 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 20 % en peso), o puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente del 7 al 17 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 15 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 12 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 10 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 8 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 7 % en peso); o puede tener una concentración de ácido acético aproximadamente del 1 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 3 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de agua aproximadamente del 0 al 52 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 42 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,1 al 32 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,2 al 22 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 11 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 6 % en peso); o puede tener una concentración de agua aproximadamente del 0 al 6 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 4 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,3 al 3 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 2 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de dimetiléter de, por ejemplo, aproximadamente 0 a 2000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0,001 a 1500 ppm), preferentemente aproximadamente de 0,01 a 500 ppm (p. ej., aproximadamente de 0,1 a 100 ppm) y, más preferentemente, aproximadamente de 0,2 a 10 ppm.

En un caso donde la primera corriente de cabeza (3A) que se va a alimentar a la columna de destilación 5 es una fase acuosa formada en la separación líquido-líquido, la corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, del 0 al 1 % en peso (p. ej., de 1 a 5000 ppm) y preferentemente de 0 a 2500 ppm (p. ej., de 10 a 1000 ppm), o puede tener una concentración de CRP sustancialmente no mayor que el límite de detección. La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 3 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 15 % en peso); o puede tener una concentración de yoduro de metilo de no menos del 1,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 2 al 50 % en peso), preferentemente no menos del 2 % en peso (p. ej., del 3 al 40 % en peso) y, más preferentemente, no menos del 4 % en peso (p. ej., del 5 al 30 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 30 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 25 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 5 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 7 al 15 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente del 5 al 60 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 50 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 20 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 35 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 10 al 92 % en peso (p. ej., aproximadamente del 25 al 82 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 30 al 77 % en peso (p. ej., aproximadamente del 40 al 72 % en peso). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de dimetiléter de, por ejemplo, de 0 a 2000 ppm (p. ej., de 1 a 1500 ppm) y preferentemente de 10 a 1000 ppm (p. ej., de 50 a 500 ppm).

La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente de 30 a 160 °C (p. ej., aproximadamente de 35 a 120 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 40 a 100 °C (p. ej., aproximadamente de 40 a 80 °C).

La corriente inferior o corriente de fondo (5C) tiene una concentración de cada uno de los PRC (p. ej., acetaldehído) significativamente más baja que la primera corriente de cabeza (3A). La corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede tener una concentración de cada uno de los PRC de, por ejemplo, aproximadamente de 1 a 800 ppm y, preferentemente, aproximadamente de 10 a 300 ppm, o puede tener la concentración de PRC sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). Por lo tanto, la corriente inferior o corriente de fondo (5C) pueden reciclarse al sistema de reacción por la línea 52. Si fuera necesario, a través de la línea 52, la corriente inferior o corriente de fondo (5C) puede someterse a destilación adicional y luego a extracción de agua opcional para eliminar y separar los PRC (p. ej., acetaldehído).

De acuerdo con una realización de la presente invención, la primera corriente de cabeza (3A) se destila en la segunda etapa de destilación (5) para formar la segunda corriente de cabeza (5A) y/o la corriente de corte lateral (5B) y la corriente de fondo (5C). La columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) puede funcionar como una columna de eliminación de aldehído. Por lo tanto, la primera corriente de cabeza (3A) contiene al menos un PRC (p. ej., acetaldehído), yoduro de metilo y agua y tiene una composición correspondiente a la composición de la primera mezcla. La primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A) puede contener además acetato de metilo.

Como se ha descrito anteriormente, la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A) puede contener además, al menos, uno seleccionada de ácido acético, metanol, dimetil éter y un derivado de acetaldehído (p. ej., un aldehído, una cetona, un yoduro de alquilo, un ácido alcanocarboxílico de mayor punto de ebullición y un alcanano), un dialquil éter u otros compuestos.

5 La columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) está provista de al menos un receptor (p. ej., una bandeja de chimenea). La columna de destilación puede estar provista de una pluralidad de receptores (bandejas de chimenea). Para una columna de destilación que tiene una pluralidad de receptores (bandejas de chimenea), el extractor se puede añadir a una zona de concentración que se forma por encima de la bandeja de chimenea más alta a través de una línea 50.

(6) Etapa de separación líquido-líquido

15 En la realización mostrada en la figura 1, la segunda corriente de cabeza (5A) se enfría y condensa en el condensador C3 en la línea de retirada 53 y luego se separa bifásicamente en la unidad de separación (decantador) 6a para formar una fase orgánica (una fase inferior) y una fase acuosa (una fase superior). La fase orgánica se somete a reflujo o se recicla a la columna de destilación (por ejemplo, la parte superior de la columna) de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea de reflujo 61. Una primera parte de la fase acuosa del decantador 6a pasa a través de la línea 62 y se enfría en una unidad de enfriamiento (un enfriador) C4 en una línea 66 para formar dos fases (una fase orgánica y una fase acuosa) en el decantador 6c. Una segunda parte de la fase acuosa del decantador 6a se recicla a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de una línea 67. La fase orgánica (una fase pesada rica en yoduro de metilo o una fase inferior) del decantador 6c se recicla a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea 68. La fase acuosa del decantador 6c se alimenta a la tercera etapa de destilación (columna de destilación) (7) a través de una línea 69 para separar adicionalmente los PRC y el yoduro de metilo entre sí.

30 Cada uno de los condensados (la fase acuosa, la fase orgánica, o una mezcla de los mismos) enfriados en el condensador C3 y la corriente líquida (y la fase acuosa y la fase orgánica) enfriada en la unidad de enfriamiento C4 pueden tener una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 60 °C (p. ej., aproximadamente de 1 a 50 °C), Preferentemente, aproximadamente de 3 a 30 °C (p. ej., aproximadamente de 3 a 20 °C) y, más preferentemente, aproximadamente de 5 a 15 °C.

(Disolvente miscible)

35 Para separar eficientemente el yoduro de metilo y los PRC, incluyendo al menos acetaldehído, entre sí en presencia de acetato de metilo, puede alimentarse un disolvente miscible, que es miscible con una fase orgánica, a una corriente (una fase orgánica y/o una fase acuosa) que se recicla a la segunda etapa de destilación (5). El disolvente miscible puede incluir un disolvente que tenga una alta afinidad con un compuesto anfipático (tal como acetato de metilo) o PRC; un disolvente capaz de inhibir la formación de una composición azeotrópica de un compuesto anfipático (tal como el acetato de metilo) y otros compuestos (en particular, agua, PRC tales como acetaldehído); y un disolvente que disminuye la volatilidad (presión de vapor) de un compuesto anfipático (tal como acetato de metilo); u otros disolventes. El disolvente miscible normalmente cambia una composición azeotrópica (o composición gaseosa) de PRC y yoduro de metilo en presencia de acetato de metilo, o evita la formación de una composición azeotrópica y causa una distribución de concentración de acetato de metilo en la dirección de la altura de la columna de destilación; y/o disminuye la volatilidad (presión de vapor) del acetato de metilo. Por lo tanto, la adición del disolvente miscible permite reducir la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa y evitar la mezcla de yoduro de metilo en la fase acuosa.

50 El disolvente miscible puede ser un disolvente miscible interno presente en el sistema [por ejemplo, un disolvente presente en el proceso de producción de ácido acético o un disolvente producido en el proceso, o una corriente de proceso (p. ej., un disolvente acuoso como una fase acuosa o un extracto acuoso 67)] o puede ser un disolvente miscible desde el exterior del sistema (para ejemplo, al menos uno seleccionado de agua, ácido acético y otros compuestos). El disolvente miscible puede tener un punto de ebullición mayor que el yoduro de metilo y los PRC (p. ej., acetaldehído). La corriente de proceso puede ser una corriente de proceso capaz de reducir la volatilidad (presión de vapor) del acetato de metilo (p. ej., una corriente de ácido acético en bruto, una corriente de cabeza, una corriente de fondo y una corriente de reciclaje). El disolvente miscible puede ser un disolvente anfipático. El disolvente miscible normalmente contiene al menos un miembro seleccionado de agua, ácido acético, yoduro de metilo y metanol. El disolvente miscible que se alimenta desde el exterior puede ser agua u otros disolventes, y normalmente es un disolvente miscible orgánico, por ejemplo, un disolvente miscible que contiene ácido acético (tal como ácido acético o ácido acético en bruto) en realizaciones prácticas. Un disolvente miscible preferido puede ser una • fase acuosa separada de la corriente superior (5A) (5B) [por ejemplo, una fase acuosa producida en la segunda etapa de separación líquido-líquido (6)] o puede ser una corriente de proceso que contiene ácido acético (p. ej., una corriente de ácido acético en bruto).

65 En la realización mostrada en la figura 1, a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) se alimenta el disolvente miscible a través de una línea de alimentación 70 y/o la fase acuosa (o extracto) a través de la

línea 67, y la destilación en presencia del disolvente miscible separa el yoduro de metilo y los PRC (p. ej., acetaldehído) en presencia (coexistencia) de un compuesto anfipático (tal como acetato de metilo).

5 El disolvente miscible puede alimentarse directamente a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea de alimentación 70 o puede alimentarse indirectamente a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de una línea de reciclaje 65 u otras líneas. El disolvente miscible se alimenta generalmente a una posición en altura intermedia o inferior de la columna de destilación para evitar que el acetato de metilo se concentre en un espacio entre el puerto de alimentación inferior y el plato de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A) en realizaciones prácticas. El disolvente miscible se puede
10 alimentar a una posición superior en altura que la intermedia de la columna de destilación. Por cierto, puede prevenirse que el acetato de metilo se concentre en el espacio evitando (o inhibiendo) la composición azeotrópica, bajando la volatilidad (presión de vapor) del acetato de metilo, o por otros medios, como se ha descrito anteriormente.

15 El disolvente miscible puede tener la misma temperatura que el extractor. El disolvente miscible se puede añadir a la columna de destilación como un disolvente calentado que tiene la misma temperatura que la temperatura del extractor o como una forma vaporizada (o vapor).

20 La cantidad a añadir del disolvente miscible no puede ser superior al 30 % en peso, por ejemplo, aproximadamente del 0,01 al 20 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 15 % en peso), y preferentemente aproximadamente del 0,5 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso) con respecto a la cantidad de líquido que cae de la zona de concentración (la cantidad del líquido que cae en la(s) bandeja(s) en la segunda etapa de destilación (5)).

25 En un caso donde el disolvente miscible (p. ej., ácido acético) se destila en la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) junto con una fase orgánica de la etapa de separación líquido-líquido (6) u otras etapas [por ejemplo, destilación de la fase orgánica formada en el tanque de contención 6b y el disolvente miscible (p. ej., ácido acético) de la línea 70, o destilación de la fase orgánica y el disolvente miscible (p. ej., ácido acético) alimentado desde un plato de destilación inferior a una posición de extracción de la corriente de corte lateral (5B)], una pluralidad de componentes tales como yoduro de metilo, acetaldehído, agua u otros compuestos pueden formar
30 combinadamente un azeótropo (o una composición azeotrópica) en la segunda columna de destilación (5) (o no formar un azeótropo con acetato de metilo) o simplemente pueden disminuir (o reducir) la presión de vapor del acetato de metilo. Incluso en tal caso, la concentración de acetato de metilo en el líquido del proceso (un condensado, una fase superior y/o una fase inferior, en particular, una fase superior que contiene acetaldehído) alimentada a la tercera etapa de destilación (7) a través de la línea 69 puede disminuirse para dar como resultado la
35 reducción de la concentración de yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa.

En el proceso de producción de ácido acético, aunque se prefiere usar agua en el sistema como agua equilibrada sin suministro de agua desde el exterior del sistema, el reciclaje de la fase acuosa (por ejemplo, la fase acuosa a través de la línea 67) a la columna de destilación (5) aumenta ligeramente la concentración de agua en la corriente de
40 fondo (5C) (la línea 52) de la columna de destilación (5), cambiando así el balance de agua en el sistema. A diferencia de ello, el uso del disolvente miscible orgánico, tal como el ácido acético, reduce la concentración de acetato de metilo en la columna de destilación mientras se mantiene el equilibrio de agua en el sistema, reduciendo así la cantidad de yoduro de metilo a descargar. Por ejemplo, la fase acuosa (por ejemplo, la fase acuosa en el sistema, tal como en la línea 67) se recicla a la columna de destilación (5) mientras que el disolvente miscible (p. ej., ácido acético) se añade a la columna de destilación (5), y la corriente de fondo (5C) (la línea 52) desde la columna de destilación (5) se recicla al sistema de reacción; esto permite que la concentración de acetato de metilo en la columna de destilación se reduzca al límite, al tiempo que evita la acumulación de agua en el sistema de reacción y también reduce la cantidad de yoduro de metilo que se descargará al exterior del sistema.

50 La adición del disolvente miscible (p. ej., ácido acético) puede inducir una condensación aldólica en la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) para producir sustancias de mayor punto de ebullición a partir de acetaldehído, que se concentrará en la parte superior de la columna y, por lo tanto, puede disminuir la separación de acetaldehído. Sin embargo, en un sistema que tiene una alta concentración de yoduro de metilo y una baja concentración de agua, el ácido acético solo exhibe una acidez extremadamente débil. En tal sistema, la
55 condensación de aldol en condiciones ácidas se minimiza y apenas afecta a la concentración de acetaldehído.

Así, al introducir el disolvente acuoso (por ejemplo, la fase acuosa o extracto acuoso 67 separado) producido en el proceso y/o el disolvente miscible en la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5), dos o tres componentes seleccionados de yoduro de metilo, agua y acetaldehído forman una composición azeotrópica, acetato
60 de metilo para evitar la formación de un azeótropo o simplemente reducir la presión de vapor del acetato de metilo. Esto da como resultado una disminución significativa en la concentración de acetato de metilo en la fase acuosa.

Por cierto, en un caso donde una cantidad de ácido acético como disolvente miscible es demasiado grande, existe la posibilidad de aumentar la concentración de ácido acético en la corriente superior (5A) (5B) y la fase o extracto acuoso 67, y aumentar la concentración de yoduro de metilo en la fase acuosa. Sin embargo, tal situación es evitable alimentando una cantidad apropiada de ácido acético.

65

(7) Etapa de destilación

5 La fase acuosa (una fase ligera rica en acetaldehído o una fase superior) de la etapa de separación líquido-líquido (6) se separa en una tercera corriente de cabeza (corriente de punto de ebullición inferior) (7A) rica en un compuesto reductor de permanganato (en particular, acetaldehído) y yoduro de metilo, y una corriente líquida rica en un extractor (corriente de punto de ebullición superior, corriente inferior o corriente de fondo) (7B) en la tercera etapa de destilación (columna de destilación) (7). La tercera corriente de cabeza (corriente de punto de ebullición inferior) (7A) se enfría y condensa en un condensador C5; una primera parte del condensado se devuelve a la columna de destilación (7) de la tercera etapa de destilación a través de una línea de reflujo 73 para someterla a reflujo, y una segunda parte del condensado se alimenta a una cuarta etapa de destilación (8) a través de una línea de alimentación 74.

15 La temperatura interna de la columna de destilación de la tercera etapa de destilación (7) depende de una presión interna de la misma. A la presión interna de una presión atmosférica, la columna de destilación puede tener una temperatura máxima de la columna de, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 90 °C (p. ej., aproximadamente de 15 a 80 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 20 a 70 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 60 °C), o puede tener una temperatura de fondo de columna de, por ejemplo, aproximadamente de 70 a 170 °C (p. ej., aproximadamente de 80 a 160 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 90 a 150 °C (p. ej., aproximadamente de 95 a 140 °C). La columna de destilación puede tener una presión en la parte superior de la columna de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa, preferentemente de 0,2 a 0,4 MPa y, más preferentemente, de 0,25 a 0,35 MPa en términos de presión absoluta.

25 La columna de destilación puede tener un número teórico de platos de, por ejemplo, aproximadamente de 1 a 50 (p. ej., aproximadamente de 2 a 40) y, preferentemente, aproximadamente de 3 a 30 (p. ej., aproximadamente de 5 a 10). La relación de reflujo de la columna de destilación puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 1 a 1000 (p. ej., aproximadamente de 2 a 500), preferentemente aproximadamente de 3 a 100 (p. ej., aproximadamente de 4 a 50) y, más preferentemente, aproximadamente de 5 a 30.

30 La corriente de cabeza (7A) o un condensado de la misma (líneas 72, 73, 74) es rica en acetaldehído y tiene una concentración más baja de yoduro de metilo. La corriente de cabeza (7A) o el condensado de la misma también contiene acetato de metilo. El condensado de la corriente de cabeza (7A) puede tener una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, aproximadamente del 50 al 99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 60 al 99 % en peso), preferentemente del 70 al 98 % en peso (p. ej., aproximadamente del 75 al 97 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 80 al 95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 85 al 95 % en peso). El condensado puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 20 % en peso y, preferentemente, aproximadamente del 0,5 a 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 7 % en peso), o puede tener una concentración de yoduro de metilo aproximadamente del 2 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 3 al 10 % en peso). El condensado puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente el 0,1 al 20 % en peso, preferentemente del 0,5 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,7 al 12 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 1 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 1 al 5 % en peso). El condensado de la corriente de cabeza (7A) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente el 0 al 5 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 0 al 3 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente el 0 al 1 % en peso. En algunas realizaciones, el condensado de la corriente de cabeza (7A) no contiene sustancialmente ácido acético (o tiene una concentración de ácido acético que no supera el límite de detección). El condensado de la corriente de cabeza (7A) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0 al 3 % en peso), preferentemente del 0 al 1 % en peso (p. ej., del 0 al 0,1 % en peso), o puede tener una concentración de agua no mayor que el límite de detección. El condensado puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente de 1 ppm al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,001 al 3 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,01 al 2,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 2 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,5 al 1,5 % en peso.

55 La corriente de cabeza (7A) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente 15 a 110 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 90 °C) y preferentemente aproximadamente de 25 a 80 °C (p. ej., aproximadamente de 30 a 70 °C), o puede tener una temperatura a una presión atmosférica aproximadamente de 20 a 55 °C. El condensado (líneas 73, 74) de la corriente de cabeza (7A) enfriado en el condensador C5 puede tener una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 60 °C (p. ej., aproximadamente de 5 a 45 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 7 a 30 °C (p. ej., aproximadamente de 10 a 30 °C).

65 La corriente líquida de fondo (7B) (una línea 71) normalmente contiene un extractor como componente principal. La corriente líquida de fondo (7B) puede contener, además del extractor, pequeñas cantidades de componentes tales como acetaldehído, yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, metanol, dimetil éter (DME) e impurezas presentes en el sistema. La corriente líquida (7B) puede tener una concentración de acetaldehído (en base al peso) de, por ejemplo, no más del 0,1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppb al 0,1 % en peso), preferentemente no

más de 500 ppm (p. ej., aproximadamente de 10 ppb a 300 ppm) y, más preferentemente, no más de 100 ppm (p. ej., aproximadamente de 0,1 ppm a 100 ppm), o puede tener una concentración de acetaldehído sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La corriente líquida (7B) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, no más del 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 0,8 % en peso) y preferentemente no más del 0,5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 10 ppm al 0,1 % en peso), o puede tener una concentración de yoduro de metilo sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La corriente líquida (7B) puede tener una concentración de acetato de metilo aproximadamente de 1 ppm al 4 % en peso (p. ej., aproximadamente de 5 ppm al 2 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,001 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,005 al 0,7 % en peso). La corriente líquida (7B) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, no más del 10 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 10 % en peso) y preferentemente no más del 7 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,001 al 5 % en peso), o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La corriente líquida (7B) puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 1000 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 100 ppm) y, preferentemente, aproximadamente de 0 a 50 ppm (p. ej., aproximadamente de 0 a 10 ppm), o puede tener una concentración de dimetil éter sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La corriente líquida de fondo (7B) normalmente contiene estos componentes, contaminantes inevitables (incluidas impurezas o subproductos) y agua como el resto. La corriente líquida de fondo (7B) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 90 al 99,99 % en peso (p. ej., aproximadamente del 93 al 99,98 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 95 al 99,95 % en peso (p. ej., aproximadamente del 97 al 99,9 % en peso). La corriente líquida de fondo (7B) puede reciclarse, como extractor en la etapa de destilación (5), a la etapa de destilación (5) a través de la línea de fondo 71.

La corriente líquida de fondo (7B) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente de 70 a 160 °C (p. ej., aproximadamente de 80 a 120 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 85 a 110 °C (p. ej., aproximadamente de 90 a 110 °C), o puede tener una temperatura a una presión atmosférica aproximadamente de 95 a 105 °C.

Probablemente debido a que el ácido acético y el acetato de metilo se transfieren predominantemente a la corriente líquida de fondo (7B), la tercera corriente de cabeza (7A) parece tener cada una de las relaciones (relación Mel/AC) de yoduro de metilo (Mel) con respecto al ácido acético (AC) y una relación (relación Mel/MA) de yoduro de metilo (Mel) con respecto al acetato de metilo (MA) mayor que el líquido alimentado desde la línea 69.

La corriente líquida (7B) puede eliminarse o descargarse al exterior del sistema.

35 (8) Etapa de destilación

Como se ha descrito anteriormente, la corriente de cabeza (7A) todavía contiene yoduro de metilo, aunque la concentración de yoduro de metilo es baja. Así, la corriente de cabeza (7A) puede destilarse adicionalmente en la etapa de destilación (8) para reducir la concentración de yoduro de metilo. Específicamente, la corriente de cabeza (7A) de la etapa de destilación (7) puede destilarse adicionalmente en la etapa de destilación (8) para separar la corriente de cabeza (7A) en una corriente de cabeza (8A) y una corriente líquida de fondo (8B). Como la corriente de cabeza (7A) tiene un acetaldehído concentrado (enriquecido), la etapa de destilación (8) es preferentemente una destilación extractiva con agua. Con mayor detalle, se añade agua a la parte superior de la columna de destilación (columna de separación) de la etapa de destilación (8) a través de una línea de alimentación 82 para la destilación extractiva con agua, y la corriente de cabeza (8A) se recicla directa o indirectamente a la etapa de reacción (1), y la corriente líquida de fondo (8B) que contiene acetaldehído se retira a través de una línea 81. En la realización mostrada en la figura 1, la corriente de cabeza (8A) se enfría y condensa en un condensador C6 en una línea 83, una primera parte del condensado se devuelve o refluye a la columna de destilación (columna de separación) (8) a través de una línea de reflujo 84, y una segunda parte del condensado se retira a través de una línea 85 para reciclar a la etapa de reacción (1).

Para tal destilación extractiva con agua, la corriente de cabeza (8A) o un condensado de la misma, que tiene una relación de yoduro de metilo con respecto al acetaldehído mayor que la de la corriente líquida (8B), puede producir un condensado que tiene una alta concentración de yoduro de metilo. El concentrado puede reciclarse a la etapa de reacción (reactor) (1) a través de una línea 85.

En la destilación extractiva con agua, el agua puede tener la misma temperatura que el extractor. El agua se puede añadir como agua templada o calentada que tiene la misma temperatura que el extractor o como agua vaporizada (o vapor).

La corriente líquida de fondo o la corriente de fondo acuosa (8B) es rica en extractor (en particular, agua) y acetaldehído. Por lo tanto, la corriente líquida de fondo (8B) puede descargarse al exterior del sistema; o se puede destilar para separar una fracción de PRC y una fracción de agua entre sí, la fracción de PRC puede descargarse al exterior del sistema, y la fracción de agua puede reciclarse como extractor para la segunda etapa de destilación (5); o puede reciclarse a la etapa de reacción (reactor) (1).

La temperatura interna de la columna de destilación de la cuarta etapa de destilación (8) depende de una presión interna de la misma. A la presión interna de una presión atmosférica, la columna de destilación puede tener una temperatura máxima de la columna de, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 90 °C (p. ej., aproximadamente de 15 a 80 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 20 a 70 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 65 °C), o puede tener una temperatura de fondo de columna de, por ejemplo, aproximadamente de 15 a 110 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 100 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 25 a 80 °C (p. ej., aproximadamente de 30 a 70 °C). La columna de destilación puede tener una presión en la parte superior de la columna de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 0,5 MPa, preferentemente de aproximadamente 0,2 a 0,4 MPa y, más preferentemente, de aproximadamente 0,25 a 0,35 MPa en términos de presión absoluta.

La columna de destilación puede tener un número teórico de platos de, por ejemplo, aproximadamente de 1 a 50 (p. ej., aproximadamente de 2 a 40) y, preferentemente, aproximadamente de 3 a 30 (p. ej., aproximadamente de 5 a 10). La relación de reflujo de la columna de destilación puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 1 a 1000 (p. ej., aproximadamente de 3 a 500), preferentemente aproximadamente de 5 a 100 (p. ej., aproximadamente de 10 a 70) y, más preferentemente, aproximadamente de 15 a 50 (p. ej., aproximadamente de 15 a 30).

La corriente de cabeza (8A) o un condensado de la misma (las líneas 83, 84, 85) es rica en acetaldehído y yoduro de metilo. El condensado de la corriente de cabeza (8A) puede tener una concentración de acetaldehído de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 70 % en peso (p. ej., aproximadamente del 10 al 65 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 30 al 60 % en peso (p. ej., aproximadamente del 35 al 55 % en peso). El condensado puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, aproximadamente del 20 al 80 % en peso (p. ej., aproximadamente del 30 al 75 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 40 al 65 % en peso (p. ej., aproximadamente del 45 al 60 % en peso). El condensado puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente el 0,01 al 15 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,1 al 20 % en peso) y preferentemente aproximadamente del 1 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 2 al 8 % en peso). El condensado de la corriente de cabeza (8A) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, aproximadamente el 0 al 5 % en peso, preferentemente de aproximadamente 0 a 3 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente 0 a 1 % en peso, o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección. La descarga gaseosa puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 10 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 8 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,1 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,3 al 3 % en peso).

El condensado de la corriente de cabeza (8A) puede tener una concentración de dimetil éter que puede seleccionarse de un amplio intervalo de 10 ppm a 80 % en peso, y puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente de 100 ppm a 60 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,5 al 50 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 1 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 30 % en peso). La concentración de dimetil éter en la corriente de cabeza (8A), que varía según las condiciones del proceso, puede incrementarse en algunos casos.

La corriente de cabeza (8A) (la línea de reflujo 83) puede tener una temperatura a una presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 90 °C (p. ej., aproximadamente de 15 a 80 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 20 a 70 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 65 °C). El condensado (líneas 84, 85) de la corriente de cabeza (8A) enfriado en el condensador C6 puede tener una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente de 0 a 45 °C (p. ej., aproximadamente 3 a 35 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 5 a 30 °C (p. Ej., aproximadamente de 7 a 25 °C).

La corriente líquida de fondo o la corriente de fondo acuosa (8B) (línea 81) normalmente contiene agua como un componente principal y puede contener acetaldehído. La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de acetaldehído (en base al peso) de, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 50 % en peso (p. ej., aproximadamente del 5 al 45 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 10 al 40 % en peso (p. ej., aproximadamente del 20 al 40 % en peso). La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de yoduro de metilo de, por ejemplo, no más del 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 0,8 % en peso), preferentemente no más del 0,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,001 al 0,2 % en peso) y, más preferentemente, no más del 0,005 al 0,15 % en peso. La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de acetato de metilo de, por ejemplo, aproximadamente de 1 ppm al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 50 ppm al 2 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 0,01 al 1,5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,05 al 1 % en peso). La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de ácido acético de, por ejemplo, no más del 5 % en peso (p. ej., aproximadamente de 1 ppm al 3 % en peso) y preferentemente no más del 1 % en peso (p. ej., aproximadamente de 50 ppm al 0,5 % en peso), o puede tener una concentración de ácido acético sustancialmente no mayor que el límite de detección (0 % en peso). La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de agua de, por ejemplo, aproximadamente del 40 al 90 % en peso (p. ej., aproximadamente del 50 al 85 % en peso) y, preferentemente, aproximadamente del 55 al 80 % en peso (p. ej., aproximadamente del 60 al 80 % en peso). La corriente líquida (8B) puede tener una concentración de dimetil éter de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 2 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,0001 al 1,5 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,001 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 0,5 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,1 al 0,5 % en peso.

La corriente líquida de fondo o la corriente de fondo acuosa (8B) puede tener una temperatura a presión atmosférica de, por ejemplo, aproximadamente de 15 a 110 °C (p. ej., aproximadamente de 20 a 100 °C) y, preferentemente, aproximadamente de 25 a 80 °C (p. ej., aproximadamente de 30 a 70 °C).

- 5 El alcance de la presente invención no debe considerarse limitado al proceso como se muestra en la figura 1. Como se ha descrito anteriormente, se pueden hacer diversos cambios y modificaciones de la unidad de proceso y/o el flujo del proceso. En lo sucesivo en el presente documento, se explicarán realizaciones modificadas típicas. Sin embargo, el alcance de la presente invención no debe considerarse limitado a estas realizaciones modificadas.
- 10 (Separación líquido-líquido de la fase gaseosa condensable) En la etapa de separación líquido-líquido (4), un gas (descarga gaseosa) que contiene al menos acetaldehído y yoduro de metilo producido a partir del proceso puede condensarse para separar la fase gaseosa en dos fases líquidas, y el gas producido a partir del proceso incluye, por ejemplo, una fase gaseosa (producto de cabeza) que se produce a partir de al menos una etapa seleccionada del grupo que consiste en la etapa de reacción (1), la etapa de evaporación instantánea (2), la primera etapa de destilación (3) y las etapas de destilación (5) posteriores, (7) y (8) [p. ej., al menos la primera etapa de destilación (3)].

(Pluralidad de etapas de condensación)

- 20 Entre ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, metanol, agua, acetaldehído u otros compuestos, el acetaldehído tiene un punto de ebullición cercano al del yoduro de metilo y tiene el punto de ebullición más bajo. Así, en la etapa de separación líquido-líquido (4), en un caso donde la primera corriente de cabeza (3A) se enfría gradualmente en una pluralidad de condensadores (una pluralidad de condensadores que tienen una temperatura de enfriamiento sucesivamente más baja) para formar una pluralidad de condensados de temperatura sucesivamente más baja, un condensado formado por un condensador posterior tiene una mayor concentración de acetaldehído, que es un componente de punto de ebullición más bajo, en comparación con un líquido de proceso (un condensado) formado por un primer condensador. Además, en un caso donde la primera corriente de cabeza (3A) se enfría gradualmente en una pluralidad de condensadores, en el primer condensador, la primera corriente de cabeza (3A) puede separarse en un primer condensado y una primera fracción gaseosa (fracción no condensable) que tiene una alta concentración de acetaldehído, en un segundo condensador, la primera fracción gaseosa puede separarse en un segundo condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído y una segunda fracción gaseosa (fracción no condensable). Por consiguiente, un condensado que tiene una alta concentración de acetaldehído se puede alimentar a la segunda etapa de destilación (5) para separar el acetaldehído del condensado.
- 35 La fracción gaseosa (fracción no condensable) en el(los) condensador(es) puede alimentarse como un gas de purga o descarga gaseosa (gas de escape) a un sistema de absorción para recoger o recuperar un componente útil tal como yoduro de metilo.

(Extracción de agua y separación líquido-líquido)

- 40 El proceso mostrado en la figura 1 puede comprender, además, además de la etapa de separación líquido-líquido (4), una etapa de extracción con agua para poner en contacto la primera corriente de cabeza (3A) con agua [o someter la primera corriente de cabeza (3A) a extracción con agua] para separar la primera corriente de cabeza (3A) en una fase orgánica rica en yoduro de metilo y una fase acuosa rica en acetaldehído. En la etapa de extracción, la primera corriente de cabeza (3A) puede ponerse en contacto directamente con agua para dar un extracto de acetaldehído y puede separarse opcionalmente en una fase acuosa y una fase orgánica. Para mejorar la eficiencia de extracción, la fase acuosa y/o la fase orgánica separadas en la etapa de separación líquido-líquido (4) pueden ponerse en contacto con agua para formar un extracto de acetaldehído. La fase acuosa y/o la fase orgánica formada por la extracción con agua pueden someterse a la etapa de destilación (5). En realizaciones prácticas, la fase orgánica, que es rica en yoduro de metilo, puede someterse a la etapa de destilación (5). La fase acuosa, que es rica en acetaldehído, puede usarse como extractor para la segunda etapa de destilación (5) en el proceso mostrado en la figura 2, como se describe más adelante, o puede alimentarse a una zona de concentración entre la parte superior de la columna (el plato cero cuando el plato más alto es el primer plato) y un plato que es un plato por encima de la corriente de corte lateral (5B) (o plato de corte lateral).

(Combinación de destilación distributiva (o destilación azeotrópica) y destilación extractiva)

- 60 En una realización, la presente invención puede comprender la segunda etapa de destilación, o etapa de destilación distributiva (5), de transferir o distribuir agua en la primera mezcla a la corriente superior (5A) (5B) predominantemente que en la corriente inferior o corriente de fondo (5C) por destilación, y la etapa de separación líquido-líquido (6), de retirar la corriente superior (5A) (5B) para separar la corriente superior en dos fases. La segunda etapa de destilación (columna de destilación) (5) puede comprender añadir agua y destilar la primera mezcla o la primera corriente de cabeza (3A).

- 65 La cantidad de agua que se va a añadir está preferentemente en un intervalo en el que el agua no aplica una carga excesiva al proceso, y puede ser pequeña. Específicamente, de acuerdo con una realización de la presente

invención, la destilación distributiva (o destilación azeotrópica) puede realizarse en paralelo con la destilación extractiva con agua, es decir, la destilación extractiva puede llevarse a cabo mediante la adición de agua mientras se lleva a cabo la destilación distributiva (o destilación azeotrópica). Por ejemplo, en la destilación distributiva (o destilación azeotrópica), la eficiencia de concentración de los PRC en la fase acuosa se puede aumentar aún más por la destilación extractiva, en la que se alimenta un extractor (p. ej., agua) a la columna de destilación además de la destilación; esto amplía la operatividad del proceso.

En dicha realización, normalmente, por ejemplo, el extractor (p. ej., agua) se puede añadir a una parte superior de la columna de destilación (en particular, una zona de concentración que contiene PRC concentrados y yoduro de metilo en la columna de destilación) a través de la línea 50, una mezcla de extracción (líquido que cae) que cae de la zona de concentración puede retirarse como la corriente de corte lateral (5B) para formar una fase acuosa y una fase orgánica, la fase acuosa sola se puede eliminar al exterior del sistema, y la fase orgánica se puede reciclar a la columna de destilación.

El proceso mostrado en la figura 2 es sustancialmente el mismo que el proceso mostrado en la figura 1, excepto la segunda etapa de destilación (5) y la etapa de separación líquido-líquido (6). En la segunda etapa de destilación (5), los PRC y el yoduro de metilo se separan entre sí por combinación de la destilación distributiva (o destilación azeotrópica) y la destilación extractiva. Específicamente, en la segunda etapa de destilación (columna de destilación) (5), la primera corriente de cabeza (3A) alimentada a través de la línea de alimentación 43b y/o 44 [en la realización ilustrada, el condensado de la etapa de separación líquido-líquido (4)] se destila para formar una zona de concentración [una zona con altas concentraciones de PRC (en particular, acetaldehído) y yoduro de metilo] en una parte superior o zona de la columna de destilación; al menos una parte de agua en la primera corriente de cabeza (3A) puede subir a la zona de concentración; un extractor (agua) capaz de extraer eficazmente los PRC (en particular, acetaldehído) con respecto al yoduro de metilo se añade a la zona de concentración a través de la línea 50; y la mezcla de extracción (líquido, líquido que cae) que cae de la zona de concentración se retira como una corriente de corte lateral (5B) de la columna de destilación. La mezcla de extracción retirada contiene, al menos, un PRC (en particular, acetaldehído) eficazmente extraído no solo con el agua transferida o elevada a la zona de concentración, sino también con el extractor añadido (agua), y tiene una concentración significativa de PRC (en particular, acetaldehído) más alta que la primera corriente de cabeza o la primera mezcla (3A) alimentada a la columna de destilación (5) y la corriente de fondo (5C) y, por lo tanto, retirar la mezcla de extracción como la corriente de corte lateral (5B) permite separar o eliminar los PRC eficazmente.

La columna de destilación de la etapa de destilación (5) puede estar provista de una unidad receptora o de contención, por ejemplo, un receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) (51); la unidad permite la transferencia hacia arriba del vapor o la fracción de evaporación de la primera corriente de cabeza (3A) [en la realización ilustrada, el condensado de la etapa de separación líquido-líquido (4)] a la zona de concentración y la contención de la cantidad total de la mezcla de extracción (o líquido que cae) que cae de la zona de concentración. Por cierto, la mezcla de extracción puede someterse a separación líquido-líquido en una unidad receptora capaz de recibir el líquido que cae como una mezcla del refinado (líquido de yoduro de metilo) y el extracto.

El receptor está dispuesto en una posición más alta que el puerto de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A) y en una posición más baja que el puerto de adición del extractor. El receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) tiene una estructura habitual, por ejemplo, una bandeja capaz de recibir la mezcla de extracción (líquido, líquido que cae) que cae de la zona de concentración, y chimeneas cilíndricas huecas; cada chimenea se proyecta o se extiende desde el borde de la abertura de la bandeja hacia la parte superior de la columna (hacia arriba) y permite que el vapor o la fracción evaporada de la primera corriente de cabeza (3A) suba o se transfiera a la zona de concentración. La chimenea tiene una abertura superior a la que se une una cubierta (una capucha o una tapa); la cubierta permite que la fracción de vapor o evaporación se mueva hacia arriba o pase a su través. El receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) puede estar provisto de un puerto de retirada o una línea de retirada para retirar un líquido en la bandeja. La estructura del receptor (p. ej., la bandeja de chimenea) no se limita a la estructura descrita anteriormente. La chimenea, si fuese necesaria la tapa, puede tener poros pequeños que permitan el paso de la fracción de vapor o evaporación. La bandeja puede tener una estructura de embudo, una estructura curva u otras estructuras. El receptor (bandeja de chimenea) puede tener una relación de abertura (una relación de área de las aberturas con respecto a toda la superficie de la bandeja) de aproximadamente el 5 al 90 %, por ejemplo, de aproximadamente el 10 al 50 % (p. ej., de aproximadamente el 15 al 40 %), y, preferentemente, de aproximadamente el 15 al 35 %.

En la columna de destilación (5) provista de dicha unidad o receptor (bandeja de chimenea), el extractor (p. ej., agua) puede añadirse o no a la zona de concentración formada por encima del receptor. La zona de concentración se forma en un espacio entre el puerto de alimentación y la parte superior de la columna. Debido al bajo punto de ebullición del acetaldehído y el del yoduro de metilo, la zona de concentración se puede formar en un espacio superior (el lado superior de la columna), en particular, un espacio cerca de la parte superior de la columna. Así, el receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) puede estar dispuesto en una posición superior de la columna de destilación (5). Los PRC se extraen eficientemente retirando la corriente de corte lateral (5B) de la zona de concentración y, por lo tanto, la posición del receptor [la posición de un puerto que retira la corriente de corte lateral (5B)] es superior al puerto de alimentación de la primera mezcla (3A) en realizaciones prácticas. El receptor [un

- puerto que retira la corriente de corte lateral (5B)] no está limitado a una posición particular, y puede disponerse al mismo nivel de altura que el nivel de altura del puerto de alimentación (o plato de alimentación) de la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A) o puede disponerse en una zona de recuperación más baja que el puerto de alimentación. Específicamente, el nivel de altura del receptor puede ser el mismo que el del puerto de alimentación de la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A) o puede ser más alto o más bajo que el del puerto de alimentación de la primera mezcla (3A). En un caso donde el receptor está dispuesto en una posición más baja que el puerto de alimentación de la primera corriente de cabeza o primera mezcla (3A), el receptor puede colocarse en una parte más alta que la corriente de fondo.
- De acuerdo con el número de platos de la columna de destilación, el nivel de altura del receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) está entre el plato más alto de la columna (el 1^{er} plato desde la parte superior de la columna) y un plato que está al menos un plato por encima de la parte de alimentación o bandeja de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A) o es la parte superior (o cabeza) de la columna. Suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación es 100, la posición (nivel de altura) del receptor puede corresponder aproximadamente del 2^o al 60^o plato (p. ej., de la 2^o al 45^o plato), Preferentemente aproximadamente del 2^o al 30^o plato (p. ej., aproximadamente del 2^o al 25^o plato) y, más preferentemente, aproximadamente del 2^o al 10^o plato (p. ej., aproximadamente del 2^o al 7^o plato) desde la parte superior de la columna de destilación. Por ejemplo, en un caso donde la columna de destilación es una columna de destilación de platos que tiene el número total real de platos de 43, el receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) puede estar dispuesto en lugar de un plato entre el plato más alto de la parte superior de la columna (el 1^{er} plato desde la parte superior de la columna) o la parte superior de la columna y un plato que está situado al menos en un plato por encima de la parte de alimentación o bandeja de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A) (p. ej., un plato que está al menos 5 platos por encima de la bandeja de alimentación); o el receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) puede estar dispuesto en lugar de un plato entre el plato más alto de la parte superior de la columna y un plato situado 25 platos más abajo que el plato más alto (el 25^o plato) (preferentemente el 10^o plato desde el plato más alto, más preferentemente el 5^o plato desde el plato más alto y, particularmente, el 3^{er} plato desde el plato más alto). Más específicamente, el plato de corte lateral (receptor) de la corriente de corte lateral (5B) puede estar situado en el plato más alto de la columna de destilación (el 1^{er} plato), el 2^o o 3^{er} plato más alto (en particular, el plato más alto o el 2^o plato más alto).
- El extractor normalmente se puede añadir a la parte superior de la columna de destilación (5) [por ejemplo, al plato más alto de la columna, o entre la parte superior de la columna y un plato que está situado en un plato por encima de la parte de alimentación o bandeja de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A)]. Suponiendo que la columna de destilación tiene un número total de platos de 100, el plato de alimentación del extractor puede ser aproximadamente del plato 0 al 50^o plato (p. ej., aproximadamente del 1^{er} al 25^o plato), preferentemente del 1^{er} al 20^o plato (p. ej., aproximadamente del 1^{er} al 15^o plato) y, más preferentemente, aproximadamente del 1^{er} al 10^o plato desde la parte superior de la columna de destilación. Por ejemplo, en un caso donde la columna de destilación es una columna de destilación de platos que tiene el número total real de platos de 43, el extractor se puede añadir a un plato en o cerca de la parte superior de la columna de destilación (5) (p. ej., del plato 0 al 20^o plato, preferentemente del más alto al 10^o plato, más preferentemente del más alto al 5^o plato y, particularmente, del más alto al 3^{er} plato).
- Para aumentar la eficiencia de extracción añadiendo a contracorriente el extractor a la fracción de vapor o evaporación ascendente, el extractor normalmente se puede añadir al plato más alto de la columna de destilación (5). Para aumentar la eficiencia de extracción, el extractor se puede añadir en forma de gota, en particular, se puede añadir por pulverizado o rociado. El extractor puede tener una temperatura de, por ejemplo, aproximadamente 0 a 60 °C, preferentemente, aproximadamente de 10 a 50 °C y, más preferentemente, aproximadamente de 20 a 40 °C o puede tener una temperatura normal (p. ej., aproximadamente de 15 a 25 °C). El extractor se puede añadir como un extractor templado o calentado (por ejemplo, calentado a aproximadamente de 30 a 150 °C y, preferentemente, aproximadamente de 50 a 110 °C) o en forma de vapor (incluido vapor sobrecalentado).
- El extractor es capaz de extraer los PRC (en particular, acetaldehído) más eficazmente que el yoduro de metilo. El extractor es preferentemente separable de la fase de yoduro de metilo por separación líquido-líquido. Específicamente, el extractor preferido puede separar la mezcla de extracción (5B) en una fase superior y una fase inferior. En particular, el extractor incluye preferentemente un extractor acuoso que contiene al menos agua, por ejemplo, agua y un disolvente mixto que contiene agua y un disolvente orgánico soluble en agua [p. ej., un alcohol (un monool) tal como metanol, un glicol tal como etilenglicol, un alcohol polihídrico tal como glicerina, acetona, un éster y un éter]. Entre estos extractores, se prefiere el agua. La alimentación de agua como extractor conserva o mantiene la mezcla de extracción (o la mezcla de extracción de gotas) en un estado separado líquido-líquido para separar ventajosamente la mezcla de extracción en dos fases.
- El extractor puede contener agua y, al menos, un componente seleccionado del grupo que consiste en PRC, yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, dimetil éter y un componente presente en el proceso (todos los componentes, incluidas las impurezas descritas anteriormente). Tal extractor puede ser un disolvente acuoso producido en el proceso [por ejemplo, una fase acuosa 43a producida en la etapa de separación líquido-líquido (4) de la primera corriente de cabeza (3A), una corriente de proceso acuosa tal como los extractos 62, 67 y 69 producidos en la segunda etapa de separación líquido-líquido (6) (p. ej., una corriente de proceso acuosa que contiene acetaldehído) y otras corrientes de proceso acuosas que contienen acetaldehído (p. ej., una fase acuosa formada por extracción de PRC con agua)]. El extractor también puede incluir una solución acuosa (por ejemplo, una

solución acuosa que contiene acetaldehído y yoduro de metilo) obtenible por tratamiento de absorción de una descarga gaseosa con agua, produciéndose la descarga gaseosa a partir del proceso. La descarga gaseosa puede incluir, por ejemplo, descargas gaseosas producidas en una diversidad de operaciones unitarias en el proceso, tales como las descargas gaseosas producidas en el reactor (1), el evaporador instantáneo (2), la primera columna de destilación (3), la segunda columna de destilación (5) o la unidad de separación 6a, la tercera columna de destilación (7), la cuarta columna de destilación (8) u otras.

En el proceso, no toda la columna de destilación, sino un espacio (o zona) entre el puerto o parte de adición del extractor y el receptor (parte de corte lateral) puede usarse como un espacio de extracción (una zona de extracción); el vapor o fracción vaporizada en la zona de concentración (en particular, al menos acetaldehído y yoduro de metilo) se puede extraer con el agua que sube a la zona de concentración y el extractor añadido. Por lo tanto, los PRC (en particular, acetaldehído) se pueden extraer eficientemente con una cantidad menor de extractor con respecto a la cantidad de extractor utilizada para un proceso que retira la mezcla de extracción (5B) como la corriente de fondo (5C). Por ejemplo, la relación en peso del caudal del extractor con respecto al caudal de la primera corriente de cabeza (3A) (en términos de corriente líquida) [el primero/el último] puede seleccionarse de un intervalo de aproximadamente 0,0001/100 a 100/100 (p. ej., de aproximadamente 0,001/100 a 50/100) o normalmente puede ser de aproximadamente 0,0001/100 a 20/100 (p. ej., de aproximadamente 0,001/100 a 10/100), preferentemente de aproximadamente 0,01/100 a 8/100 y, más preferentemente, de aproximadamente 0,1/100 a 5/100. Así, la mezcla de extracción o el líquido que cae [o la corriente de corte lateral (5B)] en la columna de destilación forma una corriente líquida [o corriente de corte lateral (5B)] que tiene un bajo contenido de extractor; la corriente líquida que puede separarse bifásicamente puede formar una fase acuosa (una pequeña cantidad de una fase acuosa o extracto) y una fase orgánica (una gran cantidad de una fase orgánica o refinado).

Por cierto, de acuerdo con la combinación convencional de destilación de eliminación de acetaldehído con extracción con agua, se extrae una fase orgánica concentrada en PRC (o fase de yoduro de metilo) sustancialmente con la misma cantidad de agua de extracción que la fase orgánica concentrada en PRC. A diferencia de ello, de acuerdo con una realización de la presente invención, la cantidad de agua de extracción es de aproximadamente el 0,1 % al 10 % de la fase orgánica. Así, en un caso donde la concentración de PRC en la fase orgánica es sustancialmente la misma, la concentración de los PRC en la fase acuosa se puede aumentar significativamente en comparación con la destilación extractiva con agua convencional. En otras palabras, los PRC se pueden extraer con agua eficientemente incluso si la fase orgánica tiene una baja concentración de PRC y, por lo tanto, la zona de separación (el número real de platos o el número teórico de platos) de la columna de destilación puede reducirse en comparación con la técnica convencional, eliminando el acetaldehído con un coste menor. Entre tanto, independientemente de la cantidad de la fase orgánica, la fase orgánica tiene una concentración alta (sustancialmente equivalente) de yoduro de metilo; a la misma concentración de acetaldehído (AD) en la fase acuosa, la concentración de yoduro de metilo (Mel) disuelto en la fase acuosa es baja y apenas cambia, independientemente de la relación de cantidad de la fase acuosa y la fase orgánica después de la extracción. Así pues, a pesar de que se usa una cantidad extremadamente pequeña del extractor con respecto a la cantidad de la fase orgánica que se va a extraer, la relación (relación Mel/AD) de yoduro de metilo (Mel) con respecto al acetaldehído (AD) se puede reducir eficazmente en comparación con la combinación convencional de la destilación de eliminación de acetaldehído con extracción con agua, y los PRC se pueden eliminar eficazmente bajo la condición de reducir una pérdida de yoduro de metilo hacia el exterior del sistema con una pequeña zona de destilación y un bajo coste.

Por cierto, los ejemplos del Documento de Patente 2 (TABLA 2) divulgan que, en la destilación extractiva con agua usando una segunda columna de destilación, el agua se alimenta a la parte superior de la columna, se destila en la columna un líquido de alimentación que tiene una concentración de acetaldehído del 31 % en peso, y se retira una corriente de fondo acuosa del fondo de la columna, y se reduce la concentración de acetaldehído del 31 % en peso en el líquido de alimentación hasta el 22,4 % en peso en la corriente de fondo. Sin embargo, la destilación extractiva con agua descrita en Documento de Patente 2 requiere 100 o más veces la cantidad del extractor que la segunda etapa de destilación (5) de acuerdo con una realización de la presente invención. Por cierto, de acuerdo con una realización de la presente invención, el yoduro de metilo se puede retirar como la corriente de cabeza o primera mezcla (3A) desde un lado de la columna de destilación (5), mientras que, de acuerdo con el Documento de Patente 2, el yoduro de metilo se retira principalmente de la parte superior de la columna; siendo ambos bastante diferentes en la forma de separación del yoduro de metilo. De acuerdo con una realización de la presente invención, se puede obtener una corriente de fondo que tiene una alta concentración de yoduro de metilo retirando la corriente de corte lateral de la columna de destilación (5) y devolviendo la corriente extraída a la columna de destilación (5). Si, de conformidad con el proceso del Documento de Patente 2, la cantidad del extractor (p. ej., agua) alimentada a la parte superior de la columna de destilación es 100 o más veces mayor que la del extractor en la presente invención (p. ej., la cantidad del extractor es sustancialmente igual o mayor que la cantidad del líquido de alimentación), la relación de la velocidad de fondo/velocidad de alimentación de conformidad con el Documento de Patente 2 es 100 o más veces mayor que la velocidad de fase acuosa/velocidad de alimentación de corte lateral en una realización de la presente invención. Así, en un caso donde la corriente acuosa de fondo se descarga directamente al exterior del sistema o se destila adicionalmente para la separación del acetaldehído y el yoduro de metilo del agua, se descarga al menos de 5 a 10 o más veces la cantidad de yoduro de metilo al exterior del sistema en comparación con la presente invención debido al yoduro de metilo disuelto en la corriente de fondo (corriente acuosa). Además, a diferencia de la presente invención, de acuerdo con el Documento de Patente 2, la mayor parte del yoduro de metilo se retira de la parte

superior de la columna y, por lo tanto, se requiere una gran cantidad de energía, lo cual es antieconómico.

Adicionalmente, dado que la mezcla de extracción, no como la corriente inferior o corriente de fondo (5C), sino como la corriente de corte lateral (5B), se retira de un puerto de retirada de un receptor (p. ej., una bandeja de chimenea), los PRC (en particular, acetaldehído) y el yoduro de metilo, se pueden separar entre sí, incluso si el número de platos de la columna de destilación disminuye significativamente. Por ejemplo, suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación es 100, el número de platos de la columna de destilación en una realización de la presente invención se puede reducir a aproximadamente de 10 a 80 (preferentemente aproximadamente de 12 a 60, más preferentemente aproximadamente de 15 a 50, y particularmente aproximadamente de 20 a 40).

En un caso donde se realiza adicionalmente una separación por membrana de los PRC y el yoduro de metilo después de la destilación extractiva en la columna de destilación (5), suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación (5) es 100, igual al del columna de destilación del Documento de Patente 2, el número de platos de destilación en una realización de la presente invención se puede reducir a aproximadamente de 5 a 20. Por ejemplo, en un caso donde una fase acuosa que tiene una relación más alta de yoduro de metilo/PRC que una corriente de proceso antes de la eliminación de los PRC se retira en la etapa de destilación extractiva por la columna de destilación (5) y luego los PRC se separan de la fase retirada en una etapa sucesiva (p. ej., separación por membrana), el número de platos de la columna de destilación (5) puede reducirse significativamente de forma adicional como se ha descrito anteriormente.

Desde la columna de destilación, se retira al menos una parte de la mezcla de extracción (5B). En realizaciones prácticas, la mezcla de extracción retenida en la bandeja normalmente puede retirarse continuamente. Específicamente, la mezcla de extracción se puede retirar de la columna de destilación dependiendo de la cantidad de líquido que cae de la zona de concentración (la cantidad total del líquido que cae).

En el proceso mostrado en la figura 2, la segunda mezcla (por ejemplo, una mezcla azeotrópica) que forma la zona de concentración puede tener una composición correspondiente a una composición de la corriente de corte lateral (5B) (una mezcla de una fase acuosa y una fase orgánica cuando la corriente se separa en estas fases; una mezcla en la línea 63); o una composición que depende de una composición de la segunda corriente de cabeza (5A), una composición de la corriente de corte lateral (5B) y una relación del caudal de estas corrientes.

La corriente de corte lateral (5B) contiene PRC tales como acetaldehído, yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, agua, dimetil éter u otros componentes; cada componente tiene una concentración similar a la concentración correspondiente en cada una de la mezcla (la mezcla en la línea 63), la fase acuosa separada y la fase orgánica separada como se ha descrito anteriormente. Una temperatura de la corriente de corte lateral (5B) (línea 63) es como se ha descrito anteriormente.

Adicionalmente, en la etapa de separación líquido-líquido (6) de la realización mostrada en la figura 2, la segunda corriente de cabeza (5A) se enfría y condensa en el condensador C3 en la línea de retirada 53 y luego se separa bifásicamente en la unidad de separación (decantador) 6a para formar una fase orgánica (una fase inferior, un refinado) y una fase acuosa (una fase superior, un extracto). La fase orgánica se recicla, para someterla a reflujo, a la columna de destilación (por ejemplo, la parte superior de la columna) de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea de reflujo 61. La fase acuosa del decantador 6a se alimenta al tanque de contención 6b a través de la línea 62. La mezcla de extracción (5B) como la corriente de corte lateral también se alimenta al tanque de contención 6b a través de la línea 63. El líquido en el tanque de contención 6b se separa bifásicamente. El tanque de contención 6b también funciona como un tanque de compensación o un decantador.

La fase orgánica (el refinado) del tanque de contención 6b se recicla a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea 64 y una línea de reciclaje 65 en una posición más baja que una posición desde la que se retira la corriente de corte lateral (5B). La corriente de corte lateral y la mezcla de extracción (5B) tienen una temperatura relativamente alta, y una parte de la fase acuosa (el extracto) del tanque de contención 6b se enfría en una unidad de enfriamiento (enfriador) C4 en la línea 66 y se separa bifásicamente en el decantador 6c. La parte residual de la fase acuosa (el extracto) del tanque de contención 6b se recicla a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea 67 en una posición más baja que una posición desde la que se retira la corriente de corte lateral (5B) de la columna de destilación. Como se muestra por una línea de puntos en la figura 2, una parte de la fase acuosa (extracto) en la línea 66 puede reciclarse como extractor.

En el decantador 6c, se puede separar una pequeña cantidad de yoduro de metilo mediante separación bifásica (o formación de una fase orgánica y una fase acuosa). La fase orgánica (una fase pesada rica en yoduro de metilo o una fase inferior) formada en el decantador 6c se recicla a la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea 68. La fase acuosa (una fase ligera rica en acetaldehído o una fase superior) formada en el decantador 6c se alimenta a la tercera etapa de destilación (columna de destilación) (7) a través de la línea 69 para separar aún más los PRC y el yoduro de metilo. Como se ha descrito anteriormente, en esta realización, con respecto a la corriente de corte lateral (mezcla de extracción) (5B), una parte de la fase acuosa formada en el tanque de contención 6b y las fases orgánicas (la fase orgánica formada en el tanque de contención 6b y la fase orgánica formada en el decantador 6c) se mezclan entre sí a través de la línea 67 y las líneas 64, 68,

respectivamente, para reciclar la mezcla resultante a la segunda etapa de destilación (5).

5 En el proceso mostrado en la figura 2, el disolvente miscible generalmente se alimenta a una posición o parte intermedia o inferior [una posición más baja que un receptor (p. ej., una bandeja de chimenea)] de la columna de destilación, en cuanto al nivel de altura, para evitar que el acetato de metilo se concentre en un espacio entre el puerto de alimentación inferior y el plato de alimentación de la primera corriente de cabeza (3A) [un condensado de la etapa de separación líquido-líquido (4)] en realizaciones prácticas. El disolvente miscible puede alimentarse a una posición o parte superior que la intermedia de la columna de destilación, en cuanto al nivel de altura [una posición o parte superior (p. ej., una zona de concentración o una zona de extracción) que un receptor (p. ej., una bandeja de chimenea) o encima de un receptor].

15 En el proceso mostrado en la figura 2, suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación es 100, alimentar el disolvente miscible (tal como ácido acético) a un plato inferior a la línea de reciclaje 65 (p. ej., un plato que está situado de 10 a 30 platos más abajo que un plato de reciclaje al que se alimenta una corriente de reciclaje a través de la línea de reciclaje 65) puede evitar eficazmente que el disolvente miscible (p. ej., ácido acético) se mezcle con la mezcla de extracción (5B) de la línea 63. Así, es posible reducir la cantidad de yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa separada en la etapa de separación líquido-líquido (6). Suponiendo que el número total de platos de la columna de destilación es 100, el disolvente miscible, tal como ácido acético, se puede alimentar a un plato que es más bajo que el plato de corte lateral (receptor) de la corriente de corte lateral (5B), y es del 10° al 50° (p. ej., del 20° al 40°) plato desde el plato más alto.

20 El total de la cantidad de la mezcla de extracción (5B) reciclada a la segunda etapa de destilación (5) [por ejemplo, la cantidad reciclada de la fase acuosa, separada bifásicamente, en la mezcla de extracción (5B)] y/o la cantidad añadida del disolvente miscible no puede ser superior al 30 % en peso [p. ej., De aproximadamente el 0,01 al 20 % en peso (p. ej., de aproximadamente el 0,1 al 15 % en peso) y, preferentemente, de aproximadamente el 0,5 al 10 % en peso (p. ej., de aproximadamente el 1 al 5 % en peso)] con respecto a la cantidad de líquido que cae de la zona de concentración en la etapa de destilación (5), como se ha descrito anteriormente.

30 En la destilación distributiva mencionada anteriormente (o combinación de la destilación distributiva y la destilación extractiva), incluso si la primera corriente de cabeza (3A) contiene un componente anfipático (tal como acetato de metilo o ácido acético) que tiene afinidad tanto con los PRC (tales como acetaldehído) como con el yoduro de metilo, los PRC (tales como el acetaldehído) en la primera corriente de cabeza (3A) pueden extraerse eficazmente a la corriente superior (5A) (5B), y así los PRC (tales como el acetaldehído) pueden separarse y eliminarse. Por ejemplo, la concentración de acetaldehído en la corriente de corte lateral (5A) (5B) es mayor que la de la primera corriente de cabeza (3A) y la de la corriente de fondo (5C). Por ejemplo, cada una de las concentraciones de PRC (tales como acetaldehído) en la segunda corriente de cabeza (5A) [la fase acuosa de la segunda corriente de cabeza (5A)] y la de la corriente de corte lateral (5B) [la fase acuosa de la corriente de corte lateral (5B)] es aproximadamente de 10 a 1000 veces (p. ej., aproximadamente de 20 a 800 veces), preferentemente aproximadamente de 30 a 500 veces (p. ej., aproximadamente de 50 a 200 veces), más preferentemente aproximadamente de 50 a 170 veces (p. ej., aproximadamente 60 a 150 veces) tan grande como la de la primera corriente de cabeza (corriente gaseosa o una corriente de condensado de la misma) (3A).

40 La relación de acetaldehído con respecto al yoduro de metilo en la corriente de corte lateral (5A) (5B) es mayor que la de la primera corriente de cabeza (3A) y es mayor que la de la corriente de fondo (5C).

45 (Etapas de separación líquido-líquido (6))

50 La corriente superior (5A) y la corriente superior (5B) pueden separarse de forma bifásica independientemente o en combinación de la corriente superior (5A) y la corriente superior (5B). Específicamente, como se ha descrito anteriormente, cada una de la corriente de cabeza (5A) y la corriente de corte lateral (5B) pueden estar separadas líquido-líquido; o, sin separación líquido-líquido de la corriente de cabeza (5A), la corriente de cabeza (5A) puede mezclarse con la corriente de corte lateral (5B) en el decantador 6a y la mezcla puede separarse líquido-líquido.

55 La etapa de separación líquido-líquido (6) puede comprender una o dos etapas de separación líquido-líquido (o un tanque de contención y/o un decantador) sin usar una pluralidad de unidades (la unidad de separación 6a, el tanque de contención 6b y el decantador 6c). Por ejemplo, en la segunda etapa de separación líquido-líquido (6) del proceso como se muestra en la figura 2, la unidad de separación 6a no es absolutamente necesaria. Por ejemplo, como se muestra en la figura 3, la corriente de cabeza (5A) de la etapa de destilación (5) se enfría y se condensa en el condensador C3, y todo el condensado se somete a reflujo en la columna de destilación (5) usando una unidad de reflujo 106 en lugar de la unidad de separación 6a. Como se muestra en la figura 4, en un proceso similar al proceso mostrado en la figura 3, la corriente de corte lateral (5B) puede alimentarse al decantador 6c a través de la unidad de enfriamiento (enfriador) C4 sin pasar a través del tanque de contención 6b, y una parte 69a de la fase acuosa (la fase ligera rica en acetaldehído o la fase superior) (la línea 69) puede mezclarse con la fase orgánica (la línea 68) para reciclar la mezcla resultante a la segunda etapa de destilación (5) a través de la línea de reciclaje 65. Para refluir la totalidad de la corriente de cabeza (5A), la unidad de reflujo 106 no es absolutamente necesaria. La segunda etapa de separación líquido-líquido (6) no requiere necesariamente una pluralidad de unidades de

separación líquido-líquido 6b y 6c. La segunda etapa de separación líquido-líquido (6) puede usar una sola unidad de separación líquido-líquido (tal como un tanque, un decantador, un tanque de contención o un tanque de compensación).

5 Al menos una parte de la fase acuosa (fase acuosa enriquecida con acetaldehído) producida en la etapa de separación líquido-líquido (6) puede eliminarse hacia el exterior del proceso, o puede reciclarse a la etapa de reacción (reactor) (1), o puede usarse como extractor para la etapa de destilación (5) en el proceso como se muestra en la figura 2, figura 3 o figura 4. La fase acuosa [p. ej., un extracto de la mezcla de extracción (5B)] y/o la fase orgánica [p. ej., un refinado de la mezcla de extracción (5B)] producido en la etapa (6) puede reciclarse en diversas formas (a través de diversas rutas) a la segunda etapa de destilación (5). Al menos una parte de la fase orgánica (una fase orgánica que contiene yoduro de metilo) puede reciclarse a la etapa de destilación (5) directa o indirectamente. Por ejemplo, la fase orgánica rica en yoduro de metilo puede reciclarse a una posición apropiada de la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5), puede reciclarse a una posición más alta que el puerto de extracción para la corriente superior (5A) (5B), o puede reciclarse preferentemente a una posición más baja que el puerto de extracción para la corriente superior (5A) (5B) para formar una segunda mezcla (o mezcla concentrada) en la segunda etapa de destilación (5). Por ejemplo, como se muestra en la figura 4, la parte 69a de la fase acuosa (la fase ligera rica en acetaldehído o la fase superior) (la línea 69) puede mezclarse con la fase orgánica (la línea 68) para reciclar la mezcla resultante a una posición más baja que el puerto de extracción para la corriente superior (5A) (5B) de la segunda columna de destilación (5) a través de la línea de reciclaje 65. Se puede reciclar una parte de la fase orgánica (o refinado) a la segunda etapa de destilación (5), prácticamente al menos una parte de la fase orgánica (o refinado), por ejemplo, la totalidad de la fase orgánica (o refinado).

Reciclar al menos la fase acuosa a un puerto de alimentación (o un plato de alimentación) que está en una posición más baja de la columna de destilación (5) que el(los) puerto(s) para extraer la corriente superior (5A) (5B) aumenta las concentraciones de acetaldehído y agua en una posición más alta que el plato de alimentación en la columna de destilación (5), formando así una composición azeotrópica que contiene la combinación de una pluralidad de componentes tales como yoduro de metilo, acetaldehído y agua y, en algunos casos, reduciendo la concertación de ácido acético aumentando la concentración de agua. En tal reciclaje de la fase acuosa, la formación de un azeótropo que no contiene acetato de metilo reduce la concentración de acetato de metilo en un espacio por encima del plato de alimentación de la columna de destilación (5). Adicionalmente, en esos casos, el ácido acético presente en la columna de destilación (5) se convierte en yoduro de metilo o acetato de metilo en un espacio por encima del plato de alimentación de la columna de destilación (5), disminuyendo así la concentración. Por ejemplo, la concentración de acetato de metilo o ácido acético en un espacio por encima del plato de alimentación (plato de reciclaje) de la columna de destilación (5) puede reducirse: alimentando la fase acuosa y la fase orgánica a la columna de destilación (5) a través de las líneas de alimentación 43b y 44; reciclando la fase orgánica a través de las líneas 64, 68 y la fase acuosa a través de la línea 67 a la columna de destilación (5); y/o alimentando la fase acuosa a la columna de destilación (5) a través de la línea de alimentación 43b. Además, reciclar una corriente (que incluye una fase acuosa, una fase orgánica u otras) a la segunda etapa de destilación (5) aumenta la concentración de la corriente de reciclaje en la columna de destilación y evita un aumento en la concentración del compuesto anfipático tal como acetato de metilo, independientemente de la posición del puerto de extracción para extraer la corriente superior (5A) (5B). Así, la concentración de acetato de metilo o ácido acético en la fase acuosa [por ejemplo, la corriente de cabeza (5A) o la corriente de corte lateral (5B)], la fase acuosa en el tanque 6b, y además, la fase acuosa a través de la línea 67] puede reducirse para disminuir la cantidad de yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa. La cantidad de reciclaje de la fase acuosa puede seleccionarse adecuadamente considerando la estabilidad del proceso. Una cantidad de reciclaje demasiado grande de la fase acuosa hace que el flujo de salida de una gran cantidad de agua desde la corriente de fondo (5C) (línea 52) de la segunda columna de destilación (5) aumente indeseablemente la concentración de agua en el sistema de reacción o el proceso. En un caso donde una gran cantidad de ácido acético se mezcla con la corriente superior (5A) (5B) por adición y destilación y reciclaje de ácido acético (disolvente miscible) como un componente anfipático, la cantidad de yoduro de metilo, así como de acetato de metilo, disueltos en la fase acuosa se incrementa para inducir una pérdida de yoduro de metilo.

En el proceso mostrado en la figura 2, en un caso donde la mezcla de extracción (5B) puede separarse bifásicamente en la columna de destilación de la etapa de destilación (5), la mezcla de extracción (5B) puede separarse bifásicamente reteniendo la mezcla de extracción (5B) en una bandeja (o un decantador) en el sistema), o una fase acuosa formada en la columna puede retirarse selectivamente por corte lateral. En una realización preferida, la cantidad total del líquido que cae o la mezcla de extracción (5B) puede retirarse de la columna de destilación de la etapa de destilación (5) por corte lateral y, si fuese necesario, después de enfriarla, la mezcla retirada puede separarse bifásicamente en un decantador que está dispuesto fuera del sistema de destilación.

En una realización del proceso de la invención, el tiempo de retención total de la segunda mezcla en la zona de destilación formada en la columna de destilación y el decantador dispuesto en el exterior del sistema (incluido un tiempo de retención en una zona de destilación extractiva formada en la columna de destilación, en el proceso mostrado en la figura 2) puede ser suficiente para separar bifásicamente la segunda mezcla. El tiempo total de retención puede ser, por ejemplo, no menos de 10 segundos (p. ej., de aproximadamente 30 segundos a 120 minutos) y, preferentemente, de aproximadamente 1 a 100 minutos (p. ej., de aproximadamente 5 a 60 minutos), o puede ser de aproximadamente 10 a 120 minutos (p. ej., de aproximadamente 15 a 60 minutos).

En el proceso mostrado en la figura 2, no es necesario enfriar y condensar la segunda corriente de cabeza (5A) para la separación líquido-líquido del condensado en la unidad de separación 6a. La totalidad de la segunda corriente de cabeza (5A) puede someterse a reflujo en la columna de destilación de la segunda etapa de destilación (5).

5 En el proceso mostrado en la figura 2, como se ha descrito anteriormente, la corriente de corte lateral (5B) se obtiene prácticamente de la zona de concentración para extraer los PRC eficientemente. En tal caso, la mezcla de extracción (tal como la fase orgánica) puede reciclarse a la zona de concentración de la columna de destilación (5) o puede reciclarse a un plato que tenga el mismo nivel de altura que el puerto de alimentación (o plato de alimentación) para la primera corriente de cabeza o mezcla (3A) o puede reciclarse a un plato por debajo del puerto de alimentación.

10 Si fuera necesario, el líquido (el condensado, la fase acuosa y/o la fase orgánica) formado en la etapa de separación líquido-líquido (6) puede almacenarse o retenerse temporalmente en un tanque de compensación para reducir la fluctuación del caudal de la corriente de proceso.

15 En la etapa de separación líquido-líquido (6), la corriente superior (5A) y/o la corriente superior (5B) pueden separarse de manera bifásica para separar adicionalmente los PRC y el yoduro de metilo entre sí.

20 (Etapas de destilación (7) (8))

Independientemente del uso de ácido acético como disolvente miscible, la corriente superior (5A) (5B) así como la corriente de proceso sucesiva, por ejemplo, el condensado (la fase acuosa y/o la fase orgánica, en particular, la fase acuosa) de la etapa de separación líquido-líquido (6) normalmente contienen ácido acético y acetato de metilo además de acetaldehído y yoduro de metilo. La destilación de la corriente de proceso que contiene tales componentes en la tercera etapa de destilación (7) mencionada anteriormente distribuye el ácido acético o el acetato de metilo al extractor (en particular, agua) de la corriente líquida de fondo (7B) para separar el acetaldehído y el yoduro de metilo del ácido acético. Específicamente, la columna de destilación (7) permite una separación eficiente del ácido acético y el acetato de metilo de la corriente de proceso. Así, al menos una parte o la totalidad de la fase acuosa (o extracto) formada en la segunda etapa de separación líquido-líquido (6) se alimenta prácticamente a la tercera etapa de destilación (columna de destilación) (7). Adicionalmente, la destilación por extracción de agua en la cuarta etapa de destilación (8) después de la tercera etapa de destilación (7) evita que el yoduro de metilo se mezcle en la corriente líquida inferior (8B) debido a una afinidad entre el agua y el acetaldehído para proporcionar la corriente líquida inferior o la solución acuosa (8B) que tiene una relación extremadamente alta (AD/Mel) de acetaldehído (AD) con respecto a yoduro de metilo (Mel). Específicamente, después de eliminar el ácido acético y el acetato de metilo en la tercera etapa de destilación (7) además de en la segunda etapa de destilación (5), se realiza una destilación extractiva con agua adicional en la cuarta etapa de destilación (8); esto permite ahorrar energía y reducir el coste de los equipos en comparación con el proceso convencional y, además, reduce una pérdida por descarga de yoduro de metilo hacia el exterior del sistema. La relación AD/Mel en la corriente líquida de fondo o solución acuosa (8B) puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 20/1 a 2000/1 (p. ej., de aproximadamente 50/1 a 1500/1), preferentemente de aproximadamente 100/1 a 1000/1 (p. ej., de aproximadamente 150/1 a 750/1) y, más preferentemente, de aproximadamente 200/1 a 500/1 (p. ej., de aproximadamente 250/1 a 450/1).

45 Si fuera necesario, una parte de la fase orgánica (o refinado) puede alimentarse a la tercera etapa de destilación (columna de destilación) (7).

Separando el ácido acético o el acetato de metilo como la corriente líquida de fondo (7B), la tercera corriente de cabeza (7A) de la tercera etapa de destilación (7) tiene una capacidad de distribución o solubilidad reducida del yoduro de metilo en agua. Así, si fuera necesario, el acetaldehído puede extraerse con agua de la tercera corriente de cabeza (7A) mediante una o una pluralidad de unidades de extracción con agua provistas de un mezclador y un sedimentador o mediante una columna de extracción, en lugar de la cuarta etapa de destilación (8).

55 El condensado (la fase acuosa y/o la fase orgánica, por ejemplo, la fase acuosa) de la etapa de separación líquido-líquido (6) puede someterse a destilación extractiva con agua en la cuarta etapa de destilación (8) sin someterlo a la tercera etapa de destilación (7). La corriente superior (5A) (5B) o el fluido (tal como la fase acuosa) de la segunda etapa de separación líquido-líquido (6) puede destilarse en la cuarta etapa de destilación (8). La tercera etapa de destilación (7) y/o la cuarta etapa de destilación (8) no son absolutamente necesarias.

60 La fase acuosa obtenida separando bifásicamente la corriente superior (5A) (5B) también contiene yoduro de metilo. Así, al menos una parte de la fase acuosa obtenida separando bifásicamente la corriente superior (5A) (5B) a menudo se somete a extracción de agua en la etapa de extracción o de destilación extractiva (8). Por cierto, la fase acuosa anterior y/o la corriente de cabeza (7A) de la etapa de destilación (7) pueden someterse a extracción con agua en la etapa de extracción o de destilación extractiva (8).

65 En lugar de la cuarta etapa de destilación (8), se puede usar una unidad de extracción (tal como una columna de extracción o un extractor). Puede usarse un disolvente acuoso producido en el proceso como un extractor en la

segunda etapa de destilación (5).

(Impurezas u otros compuestos en la corriente de proceso)

5 Como se ha descrito anteriormente, cada una de las corrientes de proceso (p. ej., una corriente de proceso, tal como la primera mezcla (3A) o las fases separadas de la misma, o la corriente superior (5A) (5B) o las fases separadas de la misma) normalmente contienen inevitablemente otros componentes (incluidas las impurezas). La corriente del proceso puede tener una concentración de metanol de, por ejemplo, aproximadamente del 0 al 5 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,0001 al 3 % en peso), preferentemente aproximadamente del 0,001 al 1 % en peso (p. ej., aproximadamente del 0,01 al 0,5 % en peso) y, más preferentemente, aproximadamente del 0,1 al 0,5 % en peso. La corriente del proceso puede tener una concentración de yoduro de hidrógeno de aproximadamente 0 a 5000 ppm (p. ej., de aproximadamente 1 a 1000 ppm) y preferentemente de aproximadamente 5 a 500 ppm (p. ej., de aproximadamente 10 a 300 ppm). La corriente de proceso puede tener una concentración de cada uno de ácido fórmico y ácidos alcanocarboxílicos C3-8 (tal como ácido propiónico) de, por ejemplo, de aproximadamente 0 a 500 ppm (p. ej., de aproximadamente 1 a 300 ppm) y preferentemente de aproximadamente 0 a 100 ppm (p. ej., de aproximadamente 5 a 50 ppm). La corriente de proceso puede tener una concentración de cada uno de los aldehídos derivados del acetaldehído (tales como crotonaldehído y 2-etilcrotonaldehído) de, por ejemplo, de aproximadamente 0 a 500 ppm (p. ej., de aproximadamente 1 a 300 ppm) y preferentemente de aproximadamente 0 a 100 ppm (p. ej., de aproximadamente 5 a 50 ppm). La corriente de proceso puede tener una concentración de cada uno de los yoduros de alquilo (yoduros de alquilo C₂₋₁₂ tales como yoduro de hexilo) de, por ejemplo, de aproximadamente 0 a 100 ppm (p. ej., de aproximadamente 1 ppb a 50 ppm) y, preferentemente, de aproximadamente 0 a 10 ppm (p. ej., de aproximadamente 10 ppb a 5 ppm).

(Primera mezcla aplicable)

25 En las realizaciones mostradas en la figura 1 y la figura 2, la primera corriente de cabeza (3A) (que incluye un condensado de la misma, y una fase acuosa y/o una fase orgánica líquido-líquido separada de la misma) corresponde a la primera mezcla (o mezcla). La primera mezcla no se limita a la primera corriente de cabeza (3A) o un condensado de la misma y puede ser cualquier mezcla que contenga al menos un PRC (tal como acetaldehído), yoduro de metilo y agua, por ejemplo, una mezcla producida a partir de la etapa de reacción (sistema de reacción o reactor) (1), la etapa de evaporación instantánea (evaporador instantáneo) (2), o la primera etapa de destilación (3); y una mezcla producida a partir de cada una de las etapas que siguen a la segunda etapa de destilación (5) [por ejemplo, la segunda etapa de separación líquido-líquido (6), la tercera etapa de destilación (tercera columna de destilación) (7) y la cuarta etapa de destilación (cuarta columna de destilación) (8)]. En una realización de la presente invención, los PRC (p. ej., acetaldehído) y el yoduro de metilo pueden separarse eficazmente entre sí incluso en una primera mezcla de este tipo (en particular, una primera mezcla que contiene acetato de metilo).

En una realización de la presente invención, el proceso es aplicable a la primera mezcla o corriente de cabeza que contiene, al menos, un PRC y yoduro de metilo, en particular, una primera mezcla separable líquido-líquido (bifásica) o corriente de cabeza, y es aplicable no solo para la segunda columna de destilación (5) sino también para una o una pluralidad de columnas de destilación que siguen a la primera columna de destilación (3) para separar selectivamente los PRC utilizando destilación extractiva en la zona de concentración. En la primera mezcla o corriente de cabeza, se concentra al menos el yoduro de metilo entre los compuestos reductores de permanganato (PRC) y el yoduro de metilo, en comparación con una corriente mixta producido en una operación unitaria anterior [por ejemplo, una corriente alimentada a la primera columna de destilación (3)]. La primera mezcla o corriente de cabeza también puede contener PRC concentrados o puede tener una concentración reducida de agua. La operación unitaria anterior puede incluir una o una pluralidad de operaciones unitarias diversas, p. ej., una etapa de evaporación instantánea, una etapa de destilación (incluyendo una etapa de destilación extractiva con agua), una etapa de extracción, una etapa de condensación y separación líquido-líquido (bifásica), una etapa de absorción y una etapa de separación por membrana.

[Ejemplos]

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

Se muestran a continuación los resultados experimentales. En los Ejemplos y el Ejemplo Comparativo, se usó una columna de destilación Oldershaw que tenía un diámetro de 40 mm como la segunda columna de destilación (5). En los Ejemplos, la segunda etapa de destilación (5), la etapa de separación líquido-líquido (6) y la unidad de separación 6a se proporcionaron de acuerdo con el proceso mostrado en la figura 1. Por consiguiente, la fase orgánica en la unidad de separación 6a se recicló a la etapa de destilación (5) a través de la línea 67, y la fase acuosa en la unidad de separación 6a se descargó a través de la línea 66.

En un proceso del Ejemplo Comparativo 1, se usaron una segunda columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 206, una columna de extracción 207 y una columna de destilación 208, como se muestra en la figura 5.

En el siguiente Ejemplo Comparativo y Ejemplos, los valores numéricos se expresaron como sigue. Los valores medidos se redondearon al penúltimo dígito. Con respecto a los valores medidos en el Ejemplo Comparativo y los Ejemplos, los valores de concentración se expresaron básicamente como un decimal, y los valores de caudal expresados se determinaron redondeando los valores medidos. En las Tablas, la concentración de cada componente se expresó básicamente como dos decimales; para un componente que tiene una concentración más baja, la concentración se expresó como tres o cuatro decimales. En las Tablas, la suma total de las concentraciones de los componentes descritos no es estrictamente 100 % en peso en algunos casos. En esos casos, la cantidad del componente que tiene la concentración máxima se usa como una cantidad equilibrada, de modo que la suma total se expresara como 100 % en peso. La cantidad del componente que tiene la concentración máxima se mostró como una cantidad equilibrada "BL". En la cantidad equilibrada "BL", también se encuentran trazas de impurezas u otros componentes.

Ejemplo Comparativo 1

Se proporcionó una segunda columna de destilación 206 que tiene un número real de platos de 100 [columna de eliminación de acetaldehído; temperatura máxima de la columna de 22 °C, temperatura del fondo de la columna de 48 °C, presión en la parte superior de la columna a presión atmosférica + 10 mmH₂O (aproximadamente 100 Pa)]. Al plato 32^o desde el fondo de la columna de destilación 206, se alimentó un líquido de alimentación (temperatura: 20 °C) a 1295 g/h. Un producto de cabeza 262 (temperatura: 22 °C) producido por la destilación se enfrió a 7 °C en un condensador C3. Una parte del condensado se sometió a reflujo a una velocidad de 987 g/h (a través de una línea de reflujo 263), y la parte residual del condensado se destiló a través de una línea 264 a una velocidad de 6,0 g/h. El líquido de alimentación era una solución de yoduro de metilo (Mel) que tenía una concentración de acetaldehído (AD) de 1960 ppm, una concentración de acetato de metilo (MA) del 14,9 % en peso, una concentración de agua del 0,7 % en peso y una concentración de ácido acético (AC) del 1,9 % en peso. El condensado (la línea 264) del producto de cabeza tenía una concentración de AD del 41,4 % en peso (solución de Mel). La solución de Mel se alimentó a la parte superior de una columna de extracción 207 que tenía un número teórico de platos de 1 [temperatura de la parte superior de la columna de 15 °C, temperatura del fondo de la columna de 15 °C, presión absoluta de aproximadamente 0,1 MPa (presión atmosférica)] a través de la línea 264, se alimentó agua (temperatura: 15 °C) a una velocidad de 6,0 g/h al fondo de la columna de extracción 207 a través de una línea 271, y una solución de extracción agua: (temperatura: 15 °C) que tenía una concentración de AD del 26,4 % en peso se retiró a un caudal de 8,5 g/h desde la parte superior de la columna (una línea 275). La solución de extracción de agua que contiene AD se alimentó a una columna de destilación (columna de separación AD) 208 (temperatura de la parte superior de la columna de 21 °C, temperatura del fondo de la columna de 102 °C, presión en la parte superior de la columna a presión atmosférica + 10 mmH₂O) a través de una línea de alimentación 275 y se destiló para formar un producto de cabeza 282 que tenía una temperatura de 21 °C. El producto de cabeza 282 se enfrió en un condensador C6 para dar un condensado (temperatura: 7 °C). Una parte del condensado se sometió a reflujo a una velocidad de 25 g/h (a través de una línea de reflujo 283), y la parte residual del condensado, que tenía una concentración de AD del 88,8 % en peso y una concentración de Mel del 10,8 % en peso (temperatura: 7 °C), se retiró a un caudal de 2,53 g/h a través de una línea de retirada 284. Desde el fondo de la columna, una corriente de fondo (temperatura: 102 °C) se retiró a través de una línea 281. De acuerdo con el proceso, se eliminaron AD y Mel del proceso a un caudal de 2,25 g/h y un caudal de 0,27 g/h, respectivamente. La segunda columna de destilación (columna de eliminación de acetaldehído) 206 requería una cantidad de calor del calderín de 100,2 kcal/h, y la columna de separación de AD 208 requería una cantidad de calor del calderín de 4,3 kcal/h.

La Tabla 1 muestra el análisis de componentes de cada línea representada en la figura 5.

[Tabla 1]

Tabla 1

Composición de la línea N.º representada en la figura 5 (% en peso)						
Línea N.º	44	261	262/263/264	272	275	282/283/284
AD	0,196	0,0038	41,39	6,79	26,39	BL
Mel	BL	BL	BL	BL	3,22	10,83
MA	14,89	14,96	0,33	0,37	0,08	0,26
H ₂ O	0,70	0,70	0,53	1,27	BL	0,14
AC	1,90	1,91	0,00	0,00	0,00	0,00
Total	100	100	100	100	100	100

En la Tabla 1, AD indica acetaldehído, Mel indica yoduro de metilo, MA indica acetato de metilo, y AC indica ácido acético (se aplica esto mismo en lo sucesivo en el presente documento).

55 Ejemplo 1

Se proporcionó Una segunda columna de destilación 5 que tiene un número real de platos de 30 [temperatura de la parte superior de la columna de 23 °C, temperatura del fondo de la columna de 47 °C, presión de la parte superior de la columna a presión atmosférica + 10 mmH₂O (aproximadamente 100 Pa)]. Al 7º plato desde el fondo de la columna de destilación, se alimentó un líquido de alimentación (temperatura: 20 °C) a una velocidad de 1295 g/h. Un vapor que sube a la parte superior de la columna (un producto de cabeza) se enfrió a 7 °C en un condensador C3 y luego se separó bifásicamente en un decantador 6a en una fase acuosa y una fase orgánica (fase Mel). La fase orgánica sola del decantador 6a se sometió a reflujo a la columna de destilación 5 a una velocidad de reflujo de 590 g/h. La fase acuosa sola se retiró a una velocidad de 12,5 g/h a través de una línea 66, eliminando el AD. El líquido de alimentación usado era una solución de yoduro de metilo que tenía una concentración de AD de 2011 ppm, una concentración de MA del 15,05 % en peso, una concentración de agua del 1,1 % en peso y una concentración de CA del 2,31 % en peso. Desde el fondo de la columna de destilación, una corriente de fondo (temperatura: 47 °C) se retiró a una velocidad de 1280 g/h a través de una línea 52.

De acuerdo con el proceso, AD y Mel en la fase acuosa (línea 66) se eliminaron del proceso a un caudal de 2,53 g/h y un caudal de 0,23 g/h, respectivamente. La segunda columna de destilación 5 requería una cantidad de calor del calderín de 49 kcal/h.

La Tabla 2 muestra los resultados del análisis de componentes de cada línea representada en la figura 1.

[Tabla 2]

Tabla 2

Composición de la línea N.º representada en la figura1 (% en peso)

Línea N.º	44	52	61	66
AD	0,2011	0,0057	12,90	20,20
Mel	BL	BL	BL	1,80
MA	15,05	15,20	3,20	0,95
H ₂ O	1,10	0,366	0,10	BL
AC	2,31	2,34	0,00	0,00
Total	100	100	100	100

La Tabla 3 representa los resultados de la eficiencia de separación y la eficiencia energética en el Ejemplo Comparativo y el Ejemplo 1.

[Tabla 3]

Tabla 3

	Número de platos de destilación	Cantidad de AD eliminada (g/h)	Cantidad de Mel perdida (g/h)	Relación Mel/AD	Coeficiente de utilización del calderín (kcal/h)			Total
					2ª columna de destilación	3ª columna de destilación	4ª columna de destilación	
Ejemplo Comparativo 1	100	2,25	0,27	0,122	100,2	4,3	-	104,5
Ejemplo 1	30	2,53	0,23	0,089	49	-	-	57

Ejemplos 2 y 3

En el proceso mostrado en la figura 4, la primera corriente de cabeza (3A) (el condensado de la etapa de separación líquido-líquido (4)) se alimentó a una columna de destilación (5) que tenía un número real de platos de 10 a través de la línea 44 sin adición de agua (Ejemplo 2) o con adición de agua (Ejemplo 3) como un extractor a través de la línea 50, y se retiró la corriente de corte lateral (5B). No se alimentó ningún disolvente miscible a la columna de destilación (5).

Las Tablas 4 y 5 muestran los resultados del análisis (balance de materiales) de cada componente en cada línea mostrada en la figura 4.

45

[Tabla 4]

Tabla 4 (Ejemplo 2)

Composición de la línea N.º representada en la figura 4 (% en peso)

Línea N.º	44	52	53	Purga C3	61	63	68	69(69a)	65
DME	0,004	0,000	0,79	31,0	0,8	0,1	0,06	0,09	0,1
AD	0,185	0,017	BL	BL	BL	6,7	6,6	21,5	6,6
MeI	BL	BL	11,0	7,1	11,0	BL	BL	1,7	BL
MeOH	0,10	0,073	0,09	0,0	0,1	0,0	0,0	4,0	0,0
MA	14,1	14,2	0,5	2,4	0,5	3,9	3,9	1,8	3,9
H ₂ O	0,73	0,24	0,1	0,0	0,1	0,8	0,13	BL	0,1
AC	2,01	2,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

[Tabla 5]

Tabla 5 (Ejemplo 3)

Composición de la línea N.º representada en la figura 4 (% en peso)

Línea N.º	44	50	52	53	Purga C3	61	63	68	69(69a)	65
DME	0,004	0,0	0,0	0,78	32,4	0,8	0,1	0,06	0,09	0,06
AD	0,185	0,0	0,029	BL	BL	BL	6,6	6,3	20,8	6,3
MeI	BL	0,0	BL	11,1	8,1	11,1	BL	BL	1,7	BL
MeOH	0,10	0,0	0,075	0,09	0,0	0,1	0,1	0,0	3,8	0,0
MA	14,1	0,0	14,1	0,5	2,7	0,5	3,8	3,8	1,5	3,8
H ₂ O	0,73	100,0	0,61	0,1	0,0	0,1	1,5	0,2	BL	0,2
AC	2,01	0,0	2,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

40 Aplicabilidad industrial

De acuerdo con la presente invención, los PRC (p. ej., acetaldehído) se pueden separar y eliminar eficientemente, y se puede proporcionar un proceso significativamente útil para producir ácido acético de alta calidad de manera estable.

45

Lista de símbolos de referencia

- 1... Reactor
- 2... Evaporador instantáneo (Evaporador)
- 50 3... Columna divisora (primera columna de destilación)
- 4... Decantador
- 5... Segunda columna de destilación (columna de separación para PRC tales como acetaldehído)
- 6a... Unidad de separación
- 6b... Tanque de contención y decantador
- 55 6c... Decantador
- 7... Tercera columna de destilación
- 8... Cuarta columna de destilación (columna de destilación extractiva)

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir ácido acético por carbonilación de metanol, donde el proceso incluye separar o eliminar los compuestos reductores de permanganato (PRC) de una primera mezcla que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo y agua,
- 5 comprendiendo el proceso las etapas de:
- 10 alimentar la primera mezcla a un puerto de alimentación de una columna de destilación, y
- destilar y separar la primera mezcla en una corriente superior y una corriente inferior, siendo la corriente superior al menos una corriente seleccionada del grupo que consiste en una corriente de cabeza y una corriente de corte lateral,
- 15 donde la destilación de la primera mezcla permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla suba a una posición más alta que el puerto de alimentación para formar una segunda mezcla que contiene la parte de agua, y el proceso comprende además las etapas de: retirar la segunda mezcla como la corriente superior, y retirar la corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación, siendo un contenido de agua de la corriente inferior menor que el de la primera mezcla, y
- 20 donde la corriente inferior tiene una relación de agua con respecto al yoduro de metilo menor que la primera mezcla.
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la destilación de la primera mezcla permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla suba a una posición más alta que el puerto de alimentación para formar una segunda mezcla azeotrópica que contiene la parte de agua, y el proceso comprende las etapas de: retirar la segunda mezcla como la corriente superior, y retirar la corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación, siendo un contenido de agua de la corriente inferior menor que el de la primera mezcla.
- 25
3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde no menos del 1 % en peso de agua en la primera mezcla se transfiere o distribuye a la corriente superior, y no más del 99 % en peso de agua en la primera mezcla se transfiere o distribuye a la corriente inferior.
- 30
4. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, donde no menos del 5 % en peso de agua en la primera mezcla se transfiere o distribuye a la corriente superior, y no más del 95 % en peso de agua en la primera mezcla se transfiere o distribuye a la corriente inferior.
- 35
5. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde la primera mezcla se separa en la corriente superior y la corriente inferior sin suministro de agua adicional a la columna de destilación.
- 40
6. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, donde la destilación de la primera mezcla forma una zona de concentración de los PRC y el yoduro de metilo en una posición más alta que el puerto de alimentación de la columna de destilación y permite que al menos una parte del agua en la primera mezcla suba a la zona de concentración; y una corriente o fluido en la zona de concentración se retira como la corriente superior.
- 45
7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 6, donde una mezcla que cae de la zona de concentración se retira como la corriente de corte lateral.
8. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, donde los PRC y el yoduro de metilo se concentran en la columna de destilación para formar una zona de concentración, y el proceso comprende además una etapa de añadir agua a la zona de concentración, donde una mezcla de extracción que cae de la zona de concentración se retira como la corriente de corte lateral.
- 50
9. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, donde la primera mezcla contiene de 10 ppm a 30 % en peso de acetaldehído, de 0,1 a 90 % en peso de yoduro de metilo y de 0,1 a 90 % en peso de agua, siempre que la cantidad total de la primera mezcla, incluyendo una impureza o impurezas, sea 100 % en peso.
- 55
10. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, donde la primera mezcla comprende al menos una parte de una fase orgánica, al menos una parte de una fase acuosa, o una mezcla que contiene la fase orgánica y la fase acuosa, y la primera mezcla tiene una composición que puede separarse bifásicamente.
- 60
11. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, donde la primera mezcla comprende acetaldehído, yoduro de metilo y agua y, además, comprende al menos uno de (a) o (b):
- 65 (a) acetato de metilo,
- (b) al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en ácido acético, metanol, dimetil éter y un

subproducto derivado del acetaldehído,

5 donde el subproducto derivado del acetaldehído puede incluir otros aldehídos tales como butiraldehído, crotonaldehído, 2-etilcrotonaldehído y 2-etilbutiraldehído; una cetona, tal como acetona o metil etil cetona; un producto de condensación aldólica de los mismos; un yoduro de alquilo C₂₋₁₂, tal como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de pentilo o yoduro de hexilo; un 3-hidroxiacetal tal como 3-hidroxiacetal; ácido fórmico o un ácido alcanocarboxílico C₃₋₁₂ tal como ácido propiónico, ácido butanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico o ácido octanoico; un alcohol alquílico C₃₋₁₂ tal como alcohol butílico o alcohol 2-etilbutílico; un éster de metanol o el alcohol alquílico anterior con ácido acético o el ácido carboxílico anterior; un éter de metanol y/o el alcohol alquílico anterior (un dialquilo éter tal como dimetil éter); y metano y un hidrocarburo con dos o más átomos de carbono tal como un alcano C₂₋₁₂.

12. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, donde la corriente superior retirada se separa bifásicamente en una fase acuosa que contiene al menos acetaldehído y una fase orgánica que contiene al menos yoduro de metilo, y el proceso comprende además una etapa de reciclar la fase orgánica a la etapa de destilación mediante el siguiente método (a), (b) o (c):

(a) separar la fase acuosa y reciclar la fase orgánica a la columna de destilación;

20 (b) reciclar una parte de la fase acuosa y la fase orgánica a la columna de destilación;

(c) someter al menos una parte de la fase acuosa a al menos uno seleccionado del grupo que consiste en destilación en una etapa de destilación posterior y destilación extractiva con agua en una etapa de destilación sucesiva, y reciclar directa o indirectamente la fase orgánica a la columna de destilación.

25 13. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, donde la corriente superior retirada se separa bifásicamente en una fase acuosa y una fase orgánica, y el proceso comprende además las etapas de:

30 reciclar directa o indirectamente la fase orgánica a la etapa de destilación,

destilar al menos una parte de la fase acuosa en una etapa de destilación posterior, y

35 alimentar directa o indirectamente un disolvente miscible a la columna de destilación, donde el disolvente miscible es miscible con la fase orgánica y es al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en agua, ácido acético, yoduro de metilo y metanol.

14. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-13, comprendiendo el proceso además:

40 una etapa de reacción de carbonilación continua de metanol en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico, un haluro metálico y yoduro de metilo;

45 una etapa de evaporación instantánea de separar continuamente la mezcla de reacción en una fase volátil y una fase menos volátil, conteniendo la fase volátil producto de ácido acético y yoduro de metilo, y conteniendo la fase menos volátil el catalizador metálico y el haluro metálico;

una etapa de destilación de separación continua de la fase volátil en un producto de cabeza y una corriente que contiene ácido acético, conteniendo el producto de cabeza yoduro de metilo y subproducto de acetaldehído; y

50 una etapa de condensar una fase gaseosa para formar dos fases, produciéndose la fase gaseosa a partir de al menos una etapa seleccionada del grupo que consiste en estas etapas y que contiene al menos acetaldehído y yoduro de metilo.

15. Un proceso para producir ácido acético, que comprende las etapas de:

55 destilar una mezcla que contiene al menos un PRC, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético para separar la mezcla en una primera corriente superior y una corriente de ácido acético, conteniendo el primer producto de cabeza al menos un PRC, yoduro de metilo y agua, y conteniendo la corriente de ácido acético el producto de ácido acético;

60 destilar al menos una parte del primer producto de cabeza en una columna de destilación mencionada en la reivindicación 1;

retirar una corriente superior, siendo la corriente superior al menos una seleccionada del grupo que consiste en una segunda corriente de cabeza y una corriente de corte lateral;

65 realizar la separación bifásica de la corriente superior retirada en una fase acuosa y una fase orgánica;

retirar la fase acuosa; y

retirar una corriente inferior desde una posición más baja que el puerto de alimentación,

5 donde la corriente inferior tiene una tasa de contenido y una cantidad de agua menores que las del agua en el primer producto de cabeza, y

10 donde la corriente inferior tiene una relación de agua con respecto al yoduro de metilo menor que la primera mezcla.

16. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 15, comprendiendo el proceso además:

una etapa de reacción de carbonilación continua de metanol en presencia de un sistema catalítico que comprende un catalizador metálico, un haluro metálico y yoduro de metilo;

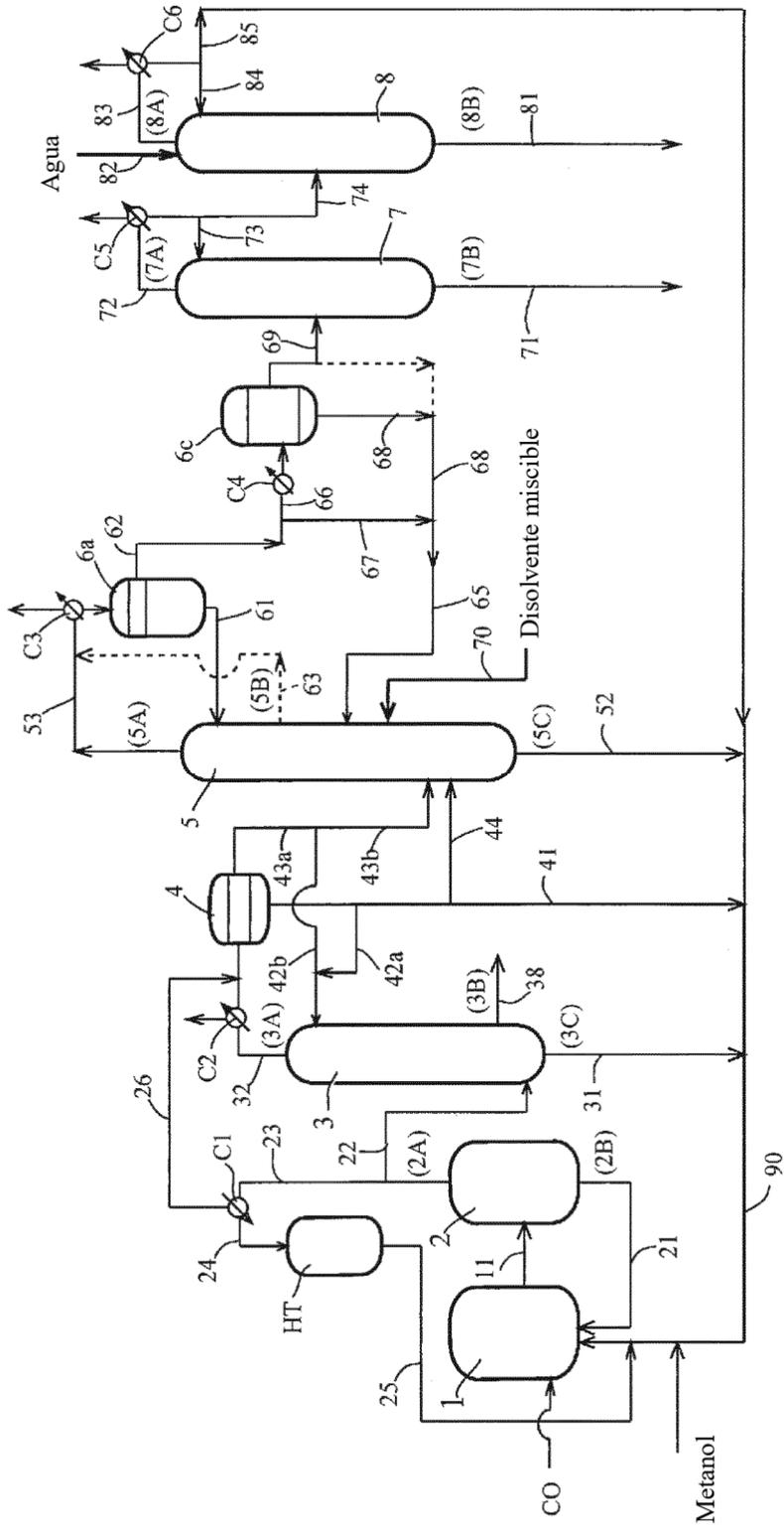
15 una etapa de evaporación instantánea de separar continuamente la mezcla de reacción en una fase volátil y una fase menos volátil, conteniendo la fase volátil producto de ácido acético y yoduro de metilo, y conteniendo la fase menos volátil el catalizador metálico y el haluro metálico;

20 una etapa de destilación de separación continua de la fase volátil en un producto de cabeza y una corriente que contiene ácido acético, conteniendo el producto de cabeza yoduro de metilo, subproducto de acetaldehído y agua; y

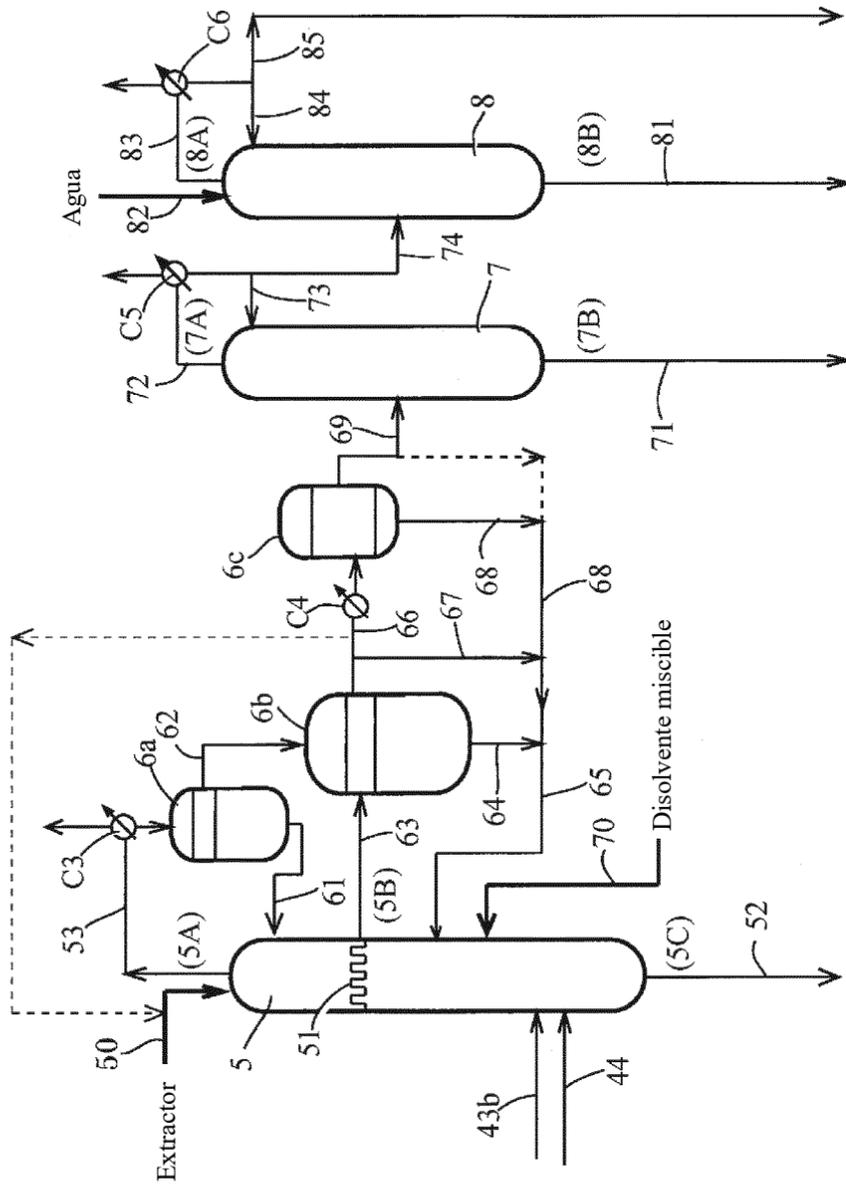
una etapa de destilación para destilar al menos una parte del producto de cabeza en una columna de destilación mencionada en la reivindicación 1.

25

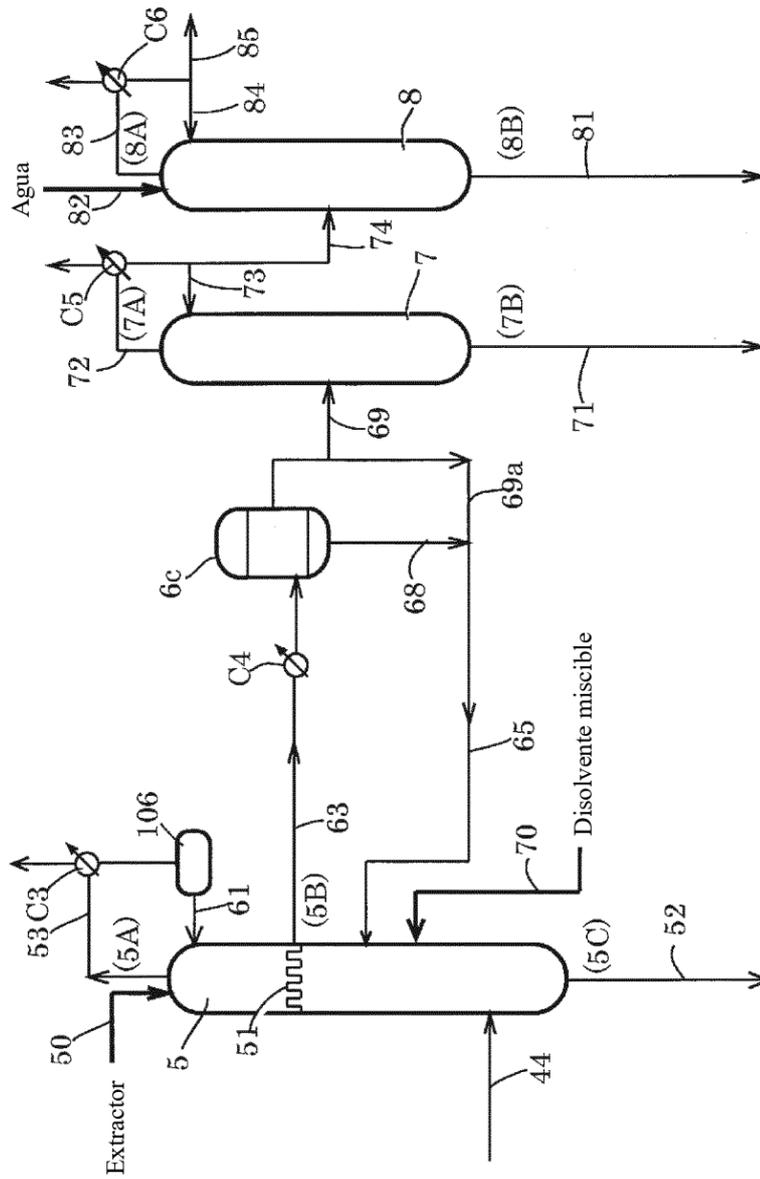
[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 4]



[Fig. 5]

