

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 817 406**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 51/47 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2017** **PCT/JP2017/019576**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.09.2018** **WO18163448**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017** **E 17737195 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2020** **EP 3392233**

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

30 Prioridad:

08.03.2017 JP 2017044341

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

07.04.2021

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SHIMIZU, MASAHIKO

74 Agente/Representante:

MILTENYI, Peter

ES 2 817 406 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para la producción de ácido acético

5 Campo técnico

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

Técnica anterior

10 Un proceso de carbonilación de un método de metanol (proceso de ácido acético de un método de metanol) se conoce como un método industrial para producir ácido acético. En este procedimiento, por ejemplo, el metanol y el monóxido de carbono se hacen reaccionar en presencia de un catalizador en un recipiente de reacción para producir ácido acético. La mezcla de reacción se evapora en un evaporador, y la fase de vapor se purifica en una columna de
15 eliminación de componentes de punto de ebullición inferior y posteriormente en una columna de deshidratación para preparar el producto ácido acético. Alternativamente, el ácido acético del producto se prepara por medio de una columna de eliminación de componentes con punto de ebullición más alto posterior a la columna de deshidratación, y además, una columna del producto.

20 En dicho proceso para producir ácido acético, los compuestos de yodo orgánico, tal como yoduro de hexilo, se producen como productos secundarios en el sistema de reacción, y se incluyen como una muy pequeña cantidad de impurezas en el ácido acético del producto. Cuando el ácido acético que contiene compuestos de yodo orgánico se utiliza como una materia prima para producir acetato de vinilo, el catalizador de paladio se degrada y por lo tanto existe la necesidad de reducir la concentración del compuesto de yodo orgánico en el ácido acético en un orden de
25 algunos ppb. Por lo tanto, convencionalmente, la concentración del compuesto de yodo orgánico en el ácido acético se ha reducido a lo más bajo posible al utilizar una resina de intercambio de cationes sustituida con iones de plata. Sin embargo, en un método de eliminación por adsorción de los compuestos de yodo orgánico que utiliza una resina de intercambio de iones sustituida con plata, existe el problema de que los metales corroídos (también mencionadas como "metales de corrosión") derivados de la corrosión en un aparato tal como hierro, níquel, cromo y molibdeno y
30 similares presentes en la corriente del proceso sufren intercambio de iones con la plata en la resina de intercambio de iones, por lo que la plata útil se disuelve en el ácido acético y fluye hacia afuera del sistema, provocando que la vida de eliminación del compuesto de yodo orgánico de la resina de intercambio de iones disminuya. Además, como consecuencia de eso, también existe el problema de que la concentración de los metales de corrosión etc. y la concentración de plata en el ácido acético del producto incrementa, provocando que la calidad del ácido acético del
35 producto se deteriore.

La Literatura de Patente 1 describe, un proceso en donde, con el fin de suprimir el deterioro en la vida de una resina de intercambio de iones debido a los metales corroídos, el ácido acético se purifica utilizando una composición de resina de intercambio de iones que incluye una resina de intercambio de iones activada con metal que contiene una
40 cantidad específica de sitios funcionalizados con metal y una resina de intercambio de iones no funcionalizada con metal que contiene sitios no funcionalizados con metal. Además, la Literatura de Patente 2 describe un método en donde, con el fin de suprimir una corrosión de una columna de deshidratación, un componente álcali para neutralizar yoduro de hidrógeno, que es un factor en corrosión del aparato, se agrega y mezcla en la columna de deshidratación o la solución de alimentación de la columna de deshidratación. La literatura de patente 3 describe procesos para la
45 producción de ácido acético y que incluyen la eliminación de un catión, tal como un ion litio, y yoduros de un proceso de carbonilación de baja energía para producir ácido acético purificado. En una realización, el catión, por ejemplo, ion litio, se puede eliminar usando un intercambiador catiónico antes de eliminar los yoduros usando una resina de intercambio iónico intercambiada con metal. Se describe también la eliminación de al menos un catión seleccionado del grupo que consiste en los grupos IA y IIA de la tabla periódica, cationes de nitrógeno cuaternarios y cationes que
50 contienen fósforo. En la literatura de patente 4, la divulgación se dirige a un proceso de carbonilación para producir ácido acético que incluye separar una corriente de producto de vapor de un reactor de carbonilación para producir un producto de ácido bruto que comprende ácido acético que comprende cationes de litio y poner en contacto el producto de ácido bruto con un intercambiador catiónico en la forma ácida en un primer dispositivo de tratamiento para producir un producto de ácido intermedio; y poner en contacto el producto de ácido acético intermedio con una
55 resina de intercambio iónico intercambiada con metal que tiene sitios de intercambio catiónico ácido en un segundo dispositivo de tratamiento para producir un ácido acético purificado. La literatura de patente 5 describe un proceso para producir un producto de ácido acético que tiene un bajo contenido de acetato de butilo por medio de una reacción de carbonilación. La concentración de acetato de butilo en el producto de ácido acético puede ser controlada eliminando el acetaldehído de una corriente derivada del medio de reacción y/o ajustando al menos una
60 de la temperatura de reacción, la presión parcial de hidrógeno y la concentración de catalizador metálico. La literatura de patente 6 describe un aparato para producir ácido acético que comprende: (a) un reactor que contiene un catalizador metálico de grupo VIII homogéneo para realizar la carbonilación de metanol o sus derivados reactivos en la presencia del catalizador metálico de grupo VIII y el promotor de yoduro de metilo para producir una mezcla de reacción líquida que incluye ácido acético, agua, acetato de metilo y yoduro de metilo; (b) un recipiente flash adaptado para recibir una corriente de la mezcla de reacción e impulsar la mezcla de reacción a una presión reducida para producir una corriente de vapor de producto bruto; y (c) un sistema de transferencia de calor acoplado
65

al reactor y el recipiente flash operativo para transferir el calor desde el reactor hasta el recipiente flash para elevar así la temperatura de la corriente de vapor del producto bruto en comparación con la temperatura de una corriente similar que experimenta un flash adiabático. La literatura de patente 7 proporciona un método y dispositivo para fabricar ácido carboxílico de alta pureza del cual se ha eliminado un alto porcentaje de impurezas que contienen metal y/o impurezas que contienen carbonilo. En este método para fabricar ácido carboxílico, se suministra una corriente de ácido carboxílico que contiene impurezas que contienen metal a un primer sistema flash y se vaporiza. La fracción vaporizada se suministra después a un sistema de destilación y se separa en los siguientes: una corriente que consiste en primer lugar en ácido carboxílico; y una fracción que contiene impurezas de alta volatilidad (o impurezas de bajo punto de ebullición). La corriente que consiste en primer lugar en ácido carboxílico se suministra adicionalmente a un segundo sistema flash o a un sistema de adsorción y se recoge el ácido carboxílico purificado. La literatura de patente 8 describe un proceso para la carbonilación de fase líquida de un alcohol alquílico tal como metanol y/o un derivado reactivo del mismo para producir el ácido carboxílico y/o éster correspondientes. En la presencia de un catalizador de iridio, un haluro de alquilo y agua, la reacción se promueve por la presencia de al menos un promotor seleccionado de cadmio, mercurio, zinc, galio, indio y tungsteno, opcionalmente con un copromotor seleccionado entre rutenio, osmio y renio.

Sin embargo, ninguno de los métodos descritos arriba es capaz de suprimir lo suficiente el deterioro en la vida de la resina de intercambio de iones debido a los metales corroídos.

Lista de Referencias

Documentos de Patente

Literatura de Patentes 1: JP-A-2014-508820
 Literatura de Patentes 2: WO 2012/086386
 Literatura de Patentes 3: US 2016/289154 A1
 Literatura de Patentes 4: WO 2016/122728 A1
 Literatura de Patentes 5: WO 2016/076972 A1
 Literatura de Patentes 6: EP 3 002 057 A1
 Literatura de Patentes 7: WO 2014/115826 A1
 Literatura de Patentes 8: JP H09 2993 A

Sumario de la invención

Problema Técnico

Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es proporcionar un método para producir ácido acético capaz de mejorar en gran medida la vida de una resina de intercambio de cationes sustituida con plata para eliminar los compuestos de yodo orgánico en ácido acético.

Solución al Problema

Para lograr el objetivo, los presentes inventores han llevado a cabo estudios diligentes centrados en el material de la columna de deshidratación y las impurezas en la mezcla de carga de la columna de deshidratación para descubrir que, al emplear un material específico para el material de la columna de deshidratación, y controlando las concentraciones de iones metálicos específicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación, las concentraciones de iones metálicos en el ácido acético obtenidas de la columna de deshidratación se pueden mantener en un nivel bajo, las concentraciones de iones metálicos en el ácido acético alimentadas a la resina de intercambio de cationes en un subsiguiente paso de eliminación de adsorción puede controlarse a un nivel bajo, por lo tanto, la vida útil de la resina de intercambio de cationes puede mejorarse enormemente y, por lo tanto, puede evitarse el deterioro de la calidad del producto acético, para completar de este modo la presente invención.

Específicamente, la presente invención proporciona un método para producir ácido acético, que incluye:

- un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en la presencia de un sistema catalizador que contiene un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;
- un paso de evaporación de separar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador;
- un paso de eliminación del componente con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente superior rica en por lo menos un componente con punto de ebullición inferior seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído, y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético;
- un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético; y
- un paso de eliminación por adsorción de tratar la segunda corriente de ácido acético, o una corriente de ácido

acético que ha sido más enriquecida con ácido acético por purificación adicional de la segunda corriente de ácido acético, con una resina de intercambio de cationes, en la que una porción de los protones de salida en un grupo de intercambio se sustituye por plata, en donde una aleación a base de níquel o zirconio se utiliza como un material de una columna de destilación en el paso de deshidratación y como concentraciones del ion de metal en una mezcla de carga de la columna de destilación en el paso de deshidratación, una concentración del ion de hierro es menor que 9.000 ppb en masa, una concentración del ion de cromo es menor que 4.000 ppb en masa, una concentración del ion de níquel es menor que 2.500 ppb en masa, y concentración del ion de molibdeno es menor que 1.700 ppb en masa y en donde para controlar las concentraciones de iones metálicos en la mezcla de carga para estar dentro de los intervalos anteriores, el método incluye al menos uno de (i) emplear una aleación a base de níquel o zirconio como el material de la tubería de carga a la columna de destilación en el paso de deshidratación; (ii) proporcionar una columna o recipiente de resina de intercambio de iones en una posición entre una salida del recipiente de reacción y una entrada a la columna de destilación en el paso de deshidratación, y (iii) utilizar metanol que tiene un contenido de iones de zinc de menos de 10 ppm en masa como el metanol que debe ser alimentado al recipiente de reacción.

El sistema catalizador puede además incluir un yoduro iónico.

Una concentración del ion de zinc en la mezcla de carga de la columna de destilación en el paso de deshidratación sea menor que 800 ppb en masa.

Se prefiere que las condiciones de operación de la columna de destilación en el paso de deshidratación sean una temperatura superior de la columna menor que 165°C y una temperatura inferior de la columna menor que 175°C.

Se prefiere que la separación de la placa entre la placa de alimentación de la mezcla de carga y la placa de extracción del vapor superior de columna de la columna en el paso de deshidratación sea, en términos de las placas reales, no menor a una placa.

Efectos ventajosos de la invención

De conformidad con la presente invención, debido a que la columna de destilación (en lo sucesivo, a veces denominada "columna de deshidratación") en una etapa de deshidratación está formada por un material específico, y las concentraciones de iones metálicos específicos en la mezcla de carga a la columna de deshidratación son especificadas como no más de ciertos valores, las concentraciones de iones metálicos en el ácido acético purificado obtenido en la columna de deshidratación se pueden reducir, y debido a eso, las concentraciones de iones metálicos en el ácido acético alimentado a la etapa de eliminación de adsorción posterior también se pueden reducir. Como resultado, la vida de la resina de intercambio de cationes sustituida con plata utilizada en el peso de eliminación por adsorción se puede mejorar en gran medida, y las concentraciones del ion de metal en el ácido acético del producto también se pueden reducir. El ácido acético resultante que tiene bajas concentraciones del ion de metal se pueden utilizar como ácido acético con bajo contenido de metal que se puede utilizar en aplicaciones de material electrónico.

Breve descripción de las figuras

[Figura 1] La figura 1 es un diagrama de flujo de la producción de ácido acético que muestra una modalidad de la presente invención.

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

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

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

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

Descripción de las realizaciones

El método para producir ácido acético de acuerdo con la presente invención incluye: un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en presencia de un sistema catalizador que contiene un catalizador de metal y yoduro de metilo, así como ácido acético, acetato de metilo y agua para producir ácido acético; un paso de evaporación de separar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador; un paso de eliminación del componente con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación

en una corriente superior rica en por lo menos un componente con punto de ebullición inferior seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído, y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético; un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético; y un paso de eliminación por adsorción de tratar la segunda corriente de ácido acético, o una corriente de ácido acético que se ha enriquecido más con ácido acético por purificación adicional de la segunda corriente de ácido acético, con resina de intercambio de cationes. En este método para producir ácido acético, una aleación a base de níquel o zirconio se utiliza como el material de la columna de destilación (columna de deshidratación) en el paso de deshidratación y las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de deshidratación se controlan de manera que la concentración del ion de hierro sea menor que 9.000 ppb en masa, la concentración del ion de cromo sea menor que 4.000 ppb en masa, la concentración del ion de níquel sea menor que 2.500 ppb en masa, y la concentración del ion de molibdeno sea menor que 1.700 ppb en masa. La concentración del ion de zinc en la mezcla de carga de la columna de deshidratación sea menor que 800 ppb en masa. La expresión "mezcla de carga de la columna de deshidratación" se refiere a toda la corriente alimentada a la columna de deshidratación, incluyendo por lo menos una parte de la primera corriente de ácido acético, y a la cual una corriente diferente a la primera corriente de ácido acético (por ejemplo, una corriente de reciclado de un paso corriente abajo) se puede agregar. El sistema catalizador puede además incluir un yoduro iónico.

La aleación a base de níquel es una aleación a basada en níquel. Ejemplos de la misma pueden incluir Hastelloy (Hastelloy B2, Hastelloy C, etc.), Monel, Inconel, Incoloy, y similares.

Los iones de hierro, iones de cromo, iones de níquel y iones de molibdeno mencionados arriba son iones de metal producidos por corrosión del aparato (es decir, son iones de metal corroído). Por otro lado, los iones de zinc se derivan de iones de zinc contenidos como impurezas en el metanol utilizado como una materia prima de reacción.

Al emplear una aleación a base de níquel o zirconio, que tiene una resistencia a la corrosión más alta que una aleación a base de níquel, para el material de la columna de deshidratación, la corrosión del aparato por el yoduro de hidrógeno o el ácido acético producido por el sistema de reacción y se incluye en la mezcla de carga de la columna de deshidratación y la elución resultante de los iones de metal corroído se puede suprimir en gran medida. Por lo tanto, controlar la cantidad de iones metálicos específicos que fluyen hacia la columna de deshidratación y suprimir la elución de los iones metálicos específicos en la columna de deshidratación permite que la concentración de iones metálicos específicos en el ácido acético purificado obtenido en la columna de deshidratación se reduzca considerablemente. Como resultado, la cantidad de los iones de metal específicos que fluyen al paso de eliminación por adsorción posterior se puede reducir y la vida de la resina de intercambio de cationes sustituida con plata utilizada en el paso se puede mejorar en gran medida. Además, como consecuencia de eso, las concentraciones del ion de metal en el ácido acético purificado obtenido en el paso de eliminación por adsorción se pueden reducir, y el ácido acético del producto de alta calidad se puede producir durante un tiempo largo sin intercambiar la resina de intercambio de cationes durante un largo periodo de tiempo. Cuando se emplea acero inoxidable, por ejemplo, como material de la columna de deshidratación, las porciones internas de la columna de deshidratación están corroídas por el yoduro de hidrógeno y el ácido acético, una gran cantidad de metales corroídos, como hierro, cromo, níquel y molibdeno, se mezclan con el ácido acético purificado, y se reduce la vida útil de la resina de intercambio de cationes usada en los pasos posteriores. Además, cuando las concentraciones de los iones metálicos específicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación también son mayores que los intervalos descritos anteriormente, las concentraciones de metales en el ácido acético purificado mencionado anteriormente aumentan y, como resultado, la vida útil de la resina de intercambio de cationes usada en los pasos posteriores se acorta.

La concentración del ion de hierro en la mezcla de carga de la columna de deshidratación es menor que 9.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 5.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 1.500 ppb en masa, y especialmente menor que 800 ppb en masa (por ejemplo, menor que 400 ppb en masa). La concentración del ion de cromo en la mezcla de carga es menor que 4.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 2.500 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.500 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 750 ppb en masa, y especialmente menor que 400 ppb en masa (por ejemplo, menor que 200 ppb en masa). La concentración del ion de níquel en la mezcla de carga es menor que 2.500 ppb en masa, más preferiblemente menor que 2.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.000 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 500 ppb en masa, y especialmente menor que 250 ppb en masa (por ejemplo, menor que 150 ppb en masa). La concentración del ion de molibdeno en la mezcla de carga es menor que 1.700 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.200 ppb en masa, además preferiblemente menor que 700 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 350 ppb en masa, y especialmente menor que 170 ppb en masa. Además, la concentración del ion de zinc en la mezcla de carga es menor que 800 ppb en masa, preferiblemente menor que 650 ppb en masa, además preferiblemente menor que 500 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 410 ppb en masa, y especialmente menor que 200 ppb en masa.

Ejemplos del método para controlar las concentraciones de los iones de metal específicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación que están dentro de las escalas específicas antes descritas incluyen: al menos uno de (i) una aleación a base de níquel, o zirconio, como el material de la tubería de carga a la columna de destilación en

el paso de deshidratación; (ii) proporcionar una columna de resina de intercambio de iones (en particular, una resina de intercambio de cationes) (o recipiente) para eliminación por adsorción de los iones metal específicos en una posición adecuada entre una salida del recipiente de reacción y una entrada de la columna de deshidratación; y (iii) utilizar metanol que tiene un muy bajo contenido de ion de zinc menor que 10 ppm en masa como el metanol para ser alimentado al recipiente de reacción. Ya que el agua, yoduro de hidrógeno, y ácido acético están presentes, en la mezcla de carga de la columna de deshidratación, la tubería de carga de la columna de deshidratación tiende a corroerse. Sin embargo, al emplear un metal que tiene alta resistencia a la corrosión, tal como una aleación a base de níquel o zirconio, para el material de la tubería de carga, la corrosión de las porciones interiores de la tubería de carga y la elución resultante de los iones de metal corroído en la mezcla de carga de la columna de deshidratación se pueden suprimir, lo que permite que las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de deshidratación se reduzcan. Además, al proporcionar una columna de tratamiento de resina de intercambio de iones (o recipiente) para eliminación por adsorción de los iones de metal específicos en una posición adecuada entre una salida del recipiente de reacción y una entrada de la columna de deshidratación, los iones de metal que han fluido a lo largo de una trayectoria desde el sistema de reacción a inmediatamente antes de la columna de tratamiento de la resina de intercambio de iones (o recipiente) o los iones de metal que se ha generado en la trayectoria se eliminan, y las concentraciones de los iones de metal específicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación se reducen a las escalas específicas antes mencionadas. Además, las superficies interiores del camión cisterna y el tanque que se van a utilizar para transportar y almacenar el metanol se revisten con un material de revestimiento a base de zinc inorgánico con el fin de evitar que ocurra la oxidación del hierro cuando se seca. Sin embargo, el zinc en el material de revestimiento se conoce por eluirse en el metanol durante el transporte y almacenamiento a largo plazo. Por lo tanto, el metanol que se distribuye en el mercado con frecuencia contiene zinc. Este zinc también es un factor para reducir la vida de la resina de intercambio de cationes sustituida con plata utilizada en el paso de eliminación por adsorción. Por lo tanto, como el metanol que se utiliza como una materia prima en el sistema de reacción, se prefiere utilizar ese metanol que contiene tan pocos iones de zinc como es posible. Para el metanol que tiene un alto contenido de ion de zinc, se prefiere que dicho metanol se alimente al sistema de reacción después de reducir la concentración del ion de zinc, por ejemplo, al tratar con resina de intercambio de iones. La concentración del ion de zinc en el metanol de la materia prima utilizado en el sistema de reacción es menor que 10 ppm en masa, preferiblemente menor que 1 ppm en masa, además preferiblemente menor que 500 ppb en masa. Como se describió arriba, los iones de zinc derivados del metanol de la materia prima se eliminan al proporcionar una columna de resina de intercambio de iones (en particular, una resina de intercambio de cationes) (o recipiente) en una posición adecuada entre una salida del recipiente de reacción y una entrada de la columna de deshidratación.

Se prefiere que las condiciones de funcionamiento de la columna de destilación (columna de deshidratación) en la etapa de deshidratación sean una temperatura superior de la columna inferior a 165 °C y una temperatura inferior de la columna inferior a 175 °C. Controlar la temperatura superior de la columna y la temperatura inferior de la columna en los intervalos descritos anteriormente permite que se elimine la corrosión descrita anteriormente de las porciones internas de la columna de destilación por el yoduro de hidrógeno y el ácido acético, y las concentraciones de iones metálicos corroídos en el ácido acético purificado obtenido en la etapa de deshidratación a suprimir. Se prefiere más que la temperatura superior de la columna de la columna de deshidratación sea menor que 163°C, además preferiblemente menor que 161°C, y particularmente de manera preferida menor que 160°C. El límite inferior de la temperatura superior de la columna de la columna de deshidratación es, por ejemplo, 110°C. Es más preferido que la temperatura inferior de la columna de la columna de deshidratación sea menor que 173°C, además preferiblemente menor que 171°C, y particularmente de manera preferida menor que 165°C. El límite inferior de la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, 120°C.

Cuando el número de placas entre la placa de alimentación de la columna de deshidratación y la placa de extracción de vapor superior de la columna es chico, el arrastre hace que los metales corroídos en la mezcla de carga fluyan hacia afuera de la parte superior de la columna, y se reciclen en el sistema de reacción, por ejemplo. Por lo tanto, aunque las concentraciones de metal en el ácido acético purificado disminuyen, la concentración originalmente destinada y la eficiencia de separación del agua se reduce. Como resultado, se prefiere que la separación de la placa (número de placas) entre la placa de alimentación de la mezcla de carga (placa de alimentación) y la placa de extracción del vapor superior de la columna de la columna de deshidratación sea, en términos de las placas reales, no menor a 1 placa, más preferiblemente no menor a 3 placas, además preferiblemente no menor a 5 placas, y particularmente de manera preferida no menor a 8 placas (entre otras cosas, no menor a 10 placas).

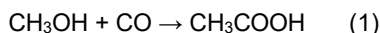
Por lo tanto, en la presente invención, debido a que se emplea un material específico para el material de la columna de deshidratación, y las concentraciones de iones metálicos específicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación se controlan para que no sean más que ciertos valores, las concentraciones de iones metálicos en el segundo vapor de ácido acético, que se obtiene como una corriente lateral o una corriente inferior de la columna de deshidratación, puede reducirse. La concentración del ion de hierro en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 21.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 16.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 6.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 2.000 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 200 ppb en masa. La concentración del ion de cromo en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 7.100 ppb en masa, preferiblemente menor que 5.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.000 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 100 ppb en masa. La concentración del ion de níquel en la segunda

corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 4.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.800 ppb en masa, además preferiblemente menor que 700 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 70 ppb en masa. La concentración del ion de molibdeno en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 3.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 2.500 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.500 ppb en masa, además preferiblemente menor que 500 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 50 ppb en masa. La concentración del ion de zinc en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 1.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 850 ppb en masa, más preferiblemente menor que 710 ppb en masa, además preferiblemente menor que 410 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 150 ppb en masa.

En un aspecto preferido de la presente invención, en una columna de destilación que tiene una aleación a base de níquel o zirconio como material y que tiene una separación de placas entre una placa de alimentación de la mezcla de carga y una placa de extracción de vapor superior de la columna de no menos de una placa en términos de placas reales (el número teórico de placas es, por ejemplo, no menor a 0,5), una corriente aérea rica en agua y ácido acético purificado que tiene una concentración de iones de hierro de menos de 21.000 ppb en masa, una concentración de iones de cromo de menos de 7.100 ppb en masa, una concentración de iones de níquel de menos de 4.000 ppb en masa, una concentración de iones de molibdeno de menos de 3.000 ppb en masa y una concentración de iones de zinc de menos de 1.000 ppb en masa se obtienen al alimentar ácido acético crudo que tiene una concentración de iones de hierro de menos de 9.000 ppb en masa, una concentración de iones de cromo de menos de 4.000 ppb en masa, una concentración de iones de níquel de menos de 2.500 ppb en masa, una concentración de iones de molibdeno de menos de 1.700 ppb en masa, una concentración de iones de zinc de menos de 800 ppb en masa en la placa de alimentación de la mezcla de carga a través de una tubería de carga que tiene una aleación a base de níquel o zirconio como material, y que conduce la destilación a una temperatura superior de la columna de menos de 165 °C y una temperatura inferior de la columna de menos de 175 °C.

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

El recipiente de reacción 1 es una unidad para realizar el paso de reacción. Este paso de reacción es un paso para producir de manera continua ácido acético a través de una reacción (reacción de carbonilación con metanol) representada por la fórmula química (1) que se presenta a continuación. En un estado de operación constante del aparato de producción de ácido acético, por ejemplo, una mezcla de reacción bajo agitación con un agitador está presente en el recipiente de reacción 1. La mezcla de reacción contiene metanol y monóxido de carbono que son materias primas, un catalizador de metal, un co-catalizador, agua, un ácido acético dirigido a producción, y varios productos secundarios y una fase líquida y una fase gaseosa están en equilibrio.



Las materias primas en la mezcla de reacción son metanol es un estado líquido y monóxido de carbono en un estado gaseoso. El metanol se alimenta de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1 desde un depósito de metanol (no se muestra) a través de la línea 11. Como se describió arriba, el metanol que se distribuye en el mercado contiene zinc. Este zinc también es un factor para reducir la vida de la resina de intercambio de cationes sustituida con plata utilizada en el paso de eliminación por adsorción subsiguiente. Por lo tanto, con respecto al metanol que contiene una gran cantidad de zinc, se prefiere que antes de utilizar dicho metanol en la reacción, la concentración del ion de zinc se reduzca al tratar el metanol con una resina de intercambio de cationes por adelantado.

El monóxido de carbono se alimenta de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1 desde un depósito de monóxido de carbono (no se muestra) a través de la línea 12. No se requiere necesariamente que el monóxido de carbono sea monóxido de carbono puro y puede contener, por ejemplo, otros

gases tales como nitrógeno, hidrógeno, dióxido de carbono, y oxígeno, en una pequeña cantidad (por ejemplo, no mayor que 5% en masa, preferiblemente no mayor que 1 % en masa).

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

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

El agua en la mezcla de reacción es un componente necesario para generar ácido acético en el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol, y también es un componente necesario para solubilizar un componente soluble en agua en el sistema de reacción. La concentración de agua en la mezcla de reacción, es, por ejemplo, 0,1 a 15 % en masa, preferiblemente 0,8 a 10 % en masa, además preferiblemente 1 a 6 % en masa, particularmente de manera preferida 1,5 a 4 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. La concentración de agua es preferiblemente no mayor que 15 % en masa para continuar una producción eficiente de ácido acético al reducir la energía que se requiere para la eliminación de agua en el curso de la purificación del ácido acético. Con el fin de controlar la concentración de agua, el agua se puede alimentar de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada al recipiente de reacción 1.

El ácido acético en la mezcla de reacción incluye ácido acético alimentado por adelantado en el recipiente de reacción 1 antes de la operación del aparato de producción de ácido acético, y el ácido acético generado como un producto principal de la reacción de carbonilación de metanol. Dicho ácido acético puede funcionar como un solvente en el sistema de reacción. La concentración del ácido acético en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 50 a 90 % en masa, preferiblemente 60 a 80 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción.

Ejemplos de los productos secundarios principales contenidos en la mezcla de reacción incluyen acetato de metilo. Este acetato de metilo puede ser generado a través de la reacción entre ácido acético y metanol. La concentración del acetato de metilo en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,1 a 30 % en masa, preferiblemente 1 a 10 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otro ejemplo de los productos secundarios contenidos en la mezcla de reacción incluye yoduro de hidrógeno. El yoduro de hidrógeno se genera inevitablemente bajo el mecanismo de reacción de la reacción de carbonilación de metanol en el caso en donde se utiliza el catalizador o el co-catalizador como se mencionó arriba. La concentración del yoduro de hidrógeno en la mezcla de reacción es, por ejemplo, 0,01 a 2 % en masa, con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. Otros ejemplos de los productos secundarios incluyen hidrógeno, metano, dióxido de carbono, acetaldehído, crotonaldehído, 2-etil crotonaldehído, dimetil éter, alcanos, ácido fórmico, y ácido propiónico, y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo. La concentración del yoduro de hexilo es, por ejemplo, 0,1 a 10.000 ppb en masa, normalmente 0,5 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 1 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 2 a 50 ppb en masa) con respecto a toda la fase líquida de la mezcla de reacción. También, la mezcla de reacción puede contener un metal, tal como hierro, níquel, cromo, manganeso, o molibdeno, generado por la corrosión del aparato (metal corroído), y otros metales tal como cobalto, zinc, y cobre. El metal corroído y otros metales también se mencionan colectivamente como "metal corroído, etc."

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

El vapor de una porción de fase gaseosa en el recipiente de reacción 1 durante la operación del aparato contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo,

yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, y ácido propiónico. Este vapor se puede extraer del recipiente de reacción 1 a través de la línea 13. La presión interna del recipiente de reacción 1 se puede controlar por el ajuste de la cantidad de extracción de vapor, y, por ejemplo, la presión interna del recipiente de reacción 1 se mantiene constante. El vapor extraído del recipiente de reacción 1 se introduce al condensador 1a.

El condensador 1a separa el vapor del recipiente de reacción 1 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, y ácido propiónico y se introduce al recipiente de reacción 1 desde el condensador 1a a través de la línea 14 y se recicla. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 1a a través de la línea 15. En el sistema de depuración 8, los componentes útiles (por ejemplo, yoduro de metilo, agua, acetato de metilo y ácido acético) se separan y se recuperan de la porción gaseosa del condensador 1a. En esta separación y recuperación, un método húmedo que se realiza utilizando un líquido de absorción para capturar los componentes útiles en la porción gaseosa se utiliza en la presente modalidad. Un solvente de absorción que contiene por lo menos un ácido acético y/o metanol se prefiere como el líquido de absorción. El líquido de absorción puede contener acetato de metilo. Por ejemplo, una porción del condensado de un vapor de la columna de destilación 6 que se menciona posteriormente se puede utilizar como el líquido de absorción. En la separación y recuperación, un método de adsorción por oscilación de presión se puede utilizar. Los componentes útiles separados y recuperados (por ejemplo, yoduro de metilo) se introducen al recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de la línea de reciclado 48 y se reciclan. Un gas después de la captura de los componentes útiles se desecha a través de la línea 49. El gas descargado de la línea 49 se puede utilizar como una fuente de CO para introducirse a la parte inferior del evaporador 2 que se menciona posteriormente o las líneas de reciclado de la corriente de líquido residual 18 y 19. En cuanto al tratamiento en el sistema de depuración 8 y reciclado posterior al recipiente de reacción 1 y desecho, lo mismo ocurre con las porciones gaseosas descritas posteriormente que se alimentan al sistema de depuración 8 de otros condensadores. Para el método de producción de la presente invención, se prefiere tener un paso de depuración de separar gas de escape del procedimiento en una corriente rica en monóxido de carbono y una corriente rica en ácido acético por tratamiento por absorción con un solvente de absorción que contiene por lo menos ácido acético.

En el recipiente de reacción 1 durante la operación del aparato, como se mencionó arriba, el ácido acético se produce de manera continua. La mezcla de reacción que contiene dicho ácido acético se retira de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada del recipiente de reacción 1 y se introduce al siguiente evaporador 2 a través de la línea 16.

El evaporador 2 es una unidad para realizar el paso de evaporación (paso de destello). Este paso de evaporación es un paso para separar la mezcla de reacción de manera continua introducida al evaporador 2 a través de la línea 16 (línea de alimentación de la mezcla de reacción), en una corriente de vapor (fase volátil) y una corriente de líquido residual (fase volátil baja) por evaporación parcial. La evaporación puede ser causada al reducir la presión sin calentar la mezcla de reacción o la evaporación puede ser causada al reducir la presión mientras calienta la mezcla de reacción. En el paso de evaporación, la temperatura de la corriente de vapor es, por ejemplo, 100 a 260 °C y preferiblemente 120 a 200 °C, y la temperatura de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 80 a 200 °C, preferiblemente 100 a 180 °C. La presión interna del evaporador es, por ejemplo, 50 a 1000 kPa (presión absoluta). La relación entre la corriente de vapor y la corriente de líquido residual que se va a separar en el paso de evaporación es, por ejemplo, 10/90 a 50/50 (corriente de vapor/corriente de líquido residual) en términos de relación en masa. El vapor generado en este paso contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo, y se retira de manera continua a la línea 17 (línea de descarga de la corriente de vapor) del evaporador 2. Una porción de la corriente de vapor extraída del evaporador 2 se introduce de manera continua al condensador 2a, y otra porción de la corriente de vapor se introduce de manera continua a la siguiente columna de destilación 3 a través de la línea 21. La concentración del ácido acético en la corriente de vapor es, por ejemplo, 50 a 85 % en masa, y preferiblemente 55 a 75 % en masa, la concentración de yoduro de metilo es, por ejemplo, 2 a 50 % en masa (preferiblemente 5 a 30 % en masa), la concentración de agua es, por ejemplo, 0,2 a 20 % en masa (preferiblemente 1 a 15 % en masa), y la concentración de acetato de metilo es, por ejemplo, 0,2 a 50 % en masa (preferiblemente 2 a 30 % en masa). La concentración del yoduro de hexilo en la corriente de vapor es, por ejemplo, 0,1 a 10.000 ppb en masa, normalmente 0,5 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 1 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 2 a 50 ppb en masa). La corriente de líquido residual generada en este paso contiene, por ejemplo, el catalizador y el co-catalizador (yoduro de metilo, yoduro de litio, etc.) contenido en la mezcla de reacción y agua, acetato de metilo, ácido acético, ácido fórmico, ácido propiónico que queda sin volatilizarse en este paso y se introduce de manera continua al intercambiador de calor 2b del evaporador 2 a través de la línea 18 utilizando la bomba 57. El intercambiador de calor 2b enfría la corriente del líquido residual del evaporador 2. La corriente de líquido residual enfriada se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 desde el intercambiador de calor 2b a través de la línea 19 y se recicla. La línea 18 y la línea 19 se mencionan de manera colectiva como las líneas de reciclado de

la corriente de líquido residual. La concentración de ácido acético de la corriente de líquido residual es, por ejemplo, 55 a 90% en masa, preferiblemente 60 a 85 % en masa.

El condensador 2a separa la corriente de vapor del evaporador 2 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, y ácido propiónico y se introduce al recipiente de reacción 1 desde el condensador 2a a través de las líneas 22 y 23 y se recicla. La porción gaseosa contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 2a a través de las líneas 20 y 15. Ya que la reacción para producir ácido acético en el paso de reacción que se mencionó arriba es una reacción exotérmica, una porción del calor acumulado en la mezcla de reacción se transfiere al vapor generado desde la mezcla de reacción en el paso de evaporación (paso de destello). La porción del condensado generada por el enfriamiento de este vapor en el condensador 2a se recicla al recipiente de reacción 1. Específicamente, en este aparato de producción del ácido acético, el calor generado a través de la reacción de carbonilación de metanol se elimina de manera eficiente en el condensador 2a.

La columna de destilación 3 es una unidad para realizar el primer paso de destilación y sirve como la denominada columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior en la presente modalidad. El primer paso de destilación es el paso para someter la corriente de vapor introducida de manera continua a la columna de destilación 3 para tratamiento de destilación para separar o eliminar los componentes con punto de ebullición inferior. Más específicamente, en el primer paso de destilación, la corriente de vapor se separa por destilación en una corriente superior rica en por lo menos un componente con punto de ebullición inferior seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído, y una corriente de ácido acético rica en ácido acético. La columna de destilación 3 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 3, el número teórico de los platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50. y la relación de reflujo es, por ejemplo, 0,5 a 3000 de acuerdo con el número teórico de los platos. En el interior de la columna de destilación 3, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de 80 a 160 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de 85 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 3, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 90 a 130 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura de no menos del punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 120 a 165 °C (preferiblemente 125 a 160 °C).

La corriente de vapor del evaporador 2 se introduce de manera continua a la columna de destilación 3 a través de la línea 21. Desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 3, un vapor como la corriente superior se retira de manera continua a la línea 24. Desde la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3, una fracción inferior se retira de manera continua a la línea 25. 3b indica un recalentador. Desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna de destilación 3, la corriente de ácido acético (primera corriente de ácido acético; líquido) como una corriente lateral se retira de manera continua a través de la línea 27.

La extracción del vapor desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 3 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior y la corriente lateral de la columna de destilación 3 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico. Este vapor también contiene ácido acético. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 3a a través de la línea 24.

El condensador 3a separa el vapor de la columna de destilación 3 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se introduce de manera continua al decantador 4 desde el condensador 3a a través de la línea 28. La porción del condensado introducida al decantador 4 se separa en una fase acuosa (fase superior) y una fase orgánica (fase de yoduro de metilo; fase inferior). La fase acuosa contiene agua y, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico. La fase orgánica contiene, por ejemplo, yoduro de metilo y, por ejemplo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico. En la modalidad de la presente, una porción de la fase acuosa se somete a reflujo en la columna de destilación 3 a través de la línea 29, y otra porción de la fase acuosa se introduce al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 29, 30, y 23, y se recicla. Una porción de la fase orgánica se introduce en el recipiente de reacción 1 a través de las líneas 31 y 23 y se recicla. Otra porción de la fase orgánica y/o una porción restante de la fase acuosa se introduce al sistema de separación y eliminación del acetaldehído 9 a través de las líneas 31 y 50 y/o las líneas 30 y 51.

En el paso de eliminación y separación del acetaldehído utilizando el sistema de eliminación y separación del

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

La figura 2 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo del sistema de eliminación y separación del acetaldehído. De acuerdo con este flujo, en el caso de tratar, por ejemplo, la fase orgánica en el paso de eliminación y separación del acetaldehído, la fase orgánica se alimenta a una columna de destilación (primera columna de eliminación del acetaldehído) 91 a través de una línea 101 y se separa en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo (línea 103). La corriente superior se condensa en un condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 91 (línea 104), y la porción restante del condensado se alimenta a una columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento por extracción con agua introducida desde una línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento por extracción se alimenta a una columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de una línea 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en un condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 93 (línea 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en yoduro de metilo, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación del acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92, y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación del acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111, y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del procedimiento y se vuelven a utilizar. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar a la columna de destilación 91 a través de una línea 110. El líquido de la línea 113 por lo general se descarga a la parte exterior como descarga de agua. Un gas que no se ha condensado en el condensador 91a o 93a (línea 106 o 116) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

De acuerdo con el flujo de la figura 2, en el caso de tratar la fase acuosa en el paso de eliminación y separación del acetaldehído, por ejemplo, la fase acuosa se alimenta a la columna de destilación (primera columna de eliminación de acetaldehído) 91 a través de la línea 101 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 102) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 103). La corriente superior se condensa en el condensador 91a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 91 (línea 104), y la porción restante del condensado se alimenta a la columna de extracción 92 (línea 105). El condensado alimentado a la columna de extracción 92 se somete a tratamiento por extracción con agua introducida desde la línea 109. El extracto obtenido por el tratamiento por extracción se alimenta a la una columna de destilación (segunda columna de eliminación de acetaldehído) 93 a través de la línea 107 y se separa por destilación en una corriente superior rica en acetaldehído (línea 112) y una corriente de líquido residual rica en agua (línea 113). Luego, la corriente superior rica en acetaldehído se condensa en el condensador 93a. Una porción del condensado se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 93 (línea 114), y la porción restante del condensado se descarga a la parte exterior del sistema (línea 115). La corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la primera columna de eliminación del acetaldehído 91, un residuo de refinado rico en yoduro de metilo (línea 108) obtenido en la columna de extracción 92, y la corriente de líquido residual rica en agua, que es una fracción inferior de la segunda columna de eliminación del acetaldehído 93 se reciclan al recipiente de reacción 1 a través de las líneas 103, 111, y 113, respectivamente, o se reciclan a un área apropiada del procedimiento y se vuelven a utilizar. Por ejemplo, el residuo de refinado rico en yoduro de metilo, obtenido en la columna de extracción 92, se puede reciclar a la columna de destilación 91 a través de la línea 110. El líquido de la línea 113 por lo general se descarga a la parte exterior como descarga de agua. Un gas que no se ha condensado en el condensador 91a o 93a (línea 106 o 116) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

El acetaldehído derivado de la corriente del procedimiento que contiene por lo menos el agua, el ácido acético (AC), el yoduro de metilo (MeI), y el acetaldehído (AD) también se puede separar y eliminar por el uso de destilación por extracción, además del método descrito arriba. Por ejemplo, la fase orgánica y/o fase acuosa (mezcla de carga) obtenida por la separación de la corriente del procedimiento se alimenta a una columna de destilación (columna de destilación por extracción). Además, un solvente de extracción (por lo general, agua) se introduce a una zona de concentración (por ejemplo, separación de la parte superior de la columna a la posición de alimentación de la mezcla de carga) en donde el yoduro de metilo y acetaldehído en la columna de destilación se concentran. Un líquido (extracto) que cae desde la zona de concentración se retira como una corriente lateral (corriente de corte lateral). Esta corriente lateral se separa en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa se puede destilar para de este modo descargar el acetaldehído a la parte exterior del sistema. En el caso en donde una cantidad relativamente grande del agua está presente en la columna de destilación, el líquido que cae de la zona de concentración se puede retirar como una corriente lateral sin introducir el solvente de extracción a la columna de destilación. Por ejemplo, una unidad (bandeja de chimenea, etc.) que puede recibir el líquido (extracto) que cae de la zona de

concentración se coloca en esta columna de destilación de manera un líquido (extracto) recibido por esta unidad se puede retirar como una corriente lateral. La posición de introducción del solvente de extracción es preferiblemente superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga, más preferiblemente cerca de la parte superior de la columna. La posición de extracción de la corriente lateral es preferiblemente más baja que la posición de introducción del solvente de extracción y más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. De acuerdo con este método, el acetaldehído se puede retirar con una concentración alta de un concentrado de yoduro de metilo y el acetaldehído utilizando un solvente de extracción (por lo general, agua). Además, la región entre el sitio de introducción del solvente de extracción y el sitio de corte lateral se utiliza como una zona de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído se puede retirar de manera eficiente con una pequeña cantidad del solvente de extracción. Por lo tanto, por ejemplo, el número de placas en la columna de destilación puede disminuirse drásticamente en comparación con un método de extracción de un extracto por destilación extractiva desde el fondo de la columna de la columna de destilación (columna de destilación extractiva). Además, la carga de vapor también se puede reducir. Además, la relación del yoduro de metilo a acetaldehído (relación de MeI/AD) en un extracto de agua puede disminuir en comparación con un método para combinar la destilación por eliminación de aldehído de la figura 2 con una extracción de agua utilizando una pequeña cantidad de un solvente de extracción. Por lo tanto, el acetaldehído se puede remover bajo condiciones que pueden suprimir una pérdida de yoduro de metilo a la parte exterior del sistema. La concentración de acetaldehído en la corriente lateral es mucho más alta que la concentración de acetaldehído en la mezcla de carga y la fracción inferior (fracción inferior de la columna). La relación del acetaldehído a yoduro de metilo en la corriente lateral es más grande que la relación de acetaldehído a yoduro de metilo en la mezcla de carga y la fracción inferior. La fase orgánica (fase de yoduro de metilo) obtenida por la separación de la corriente lateral se puede reciclar a esta columna de destilación. En este caso, la posición de reciclado de la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral es preferiblemente más baja que la posición de extracción de la corriente lateral y preferiblemente más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. Un solvente miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente de procedimiento se puede introducir a esta columna de destilación (columna de destilación por extracción). Ejemplos del solvente miscible incluyen ácido acético y acetato de etilo. La posición de introducción del solvente miscible es preferiblemente más baja que la posición de extracción de la corriente lateral y preferiblemente más alta que la posición de alimentación de la mezcla de carga, en la dirección de altura de la columna. También, la posición de introducción del solvente miscible es preferiblemente inferior a una posición de reciclado en el caso en donde la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recicla a esta columna de destilación. La fase orgánica obtenida por la separación de la corriente lateral se recicla a la columna de destilación, o el solvente miscible se introduce a la columna de destilación, por lo que la concentración del acetato de metilo en la extracción del extracto como la corriente lateral puede disminuir, y la concentración del acetato de metilo en la fase acuosa obtenida por la separación del extracto se puede reducir. Por lo tanto, la contaminación de la fase acuosa con yoduro de metilo se puede suprimir.

El número teórico de placas de la columna de destilación (columna de destilación extractiva) es, por ejemplo, de 1 a 100, preferiblemente de 2 a 50, más preferiblemente de 3 a 30, particularmente preferiblemente de 5 a 20. El acetaldehído se puede separar y eliminar de manera eficiente por un número más chico de platos que 80 a 100 platos en una columna de destilación o una columna de destilación por extracción para uso en la eliminación convencional del acetaldehído. La relación en masa entre la velocidad de flujo del solvente de extracción y la velocidad de flujo de la mezcla de carga (la fase orgánica y/o la fase acuosa obtenida por la separación de la corriente del procedimiento) (anterior/posterior) se puede seleccionar de la escala de 0,0001/100 a 100/100 y por lo general es 0,0001/100 a 20/100, preferiblemente 0,001/100 a 10/100, más preferiblemente 0,01/100 a 8/100, además preferiblemente 0,1/100 a 5/100. La temperatura superior de la columna de la columna de destilación (columna de destilación por extracción) es, por ejemplo, 15 a 120 °C, preferiblemente 20 a 90 °C, más preferiblemente 20 a 80 °C, además preferiblemente 25 a 70 °C. La presión superior de la columna es, en el orden de, por ejemplo, 0,1 a 0,5 MPa en términos de la presión absoluta. Otras condiciones para la columna de destilación (columna de destilación por extracción) pueden ser las mismas como aquellas para una columna de destilación o una columna de destilación por extracción para uso en la eliminación del acetaldehído convencional.

La figura 3 es un diagrama de flujo esquemático que muestra otro ejemplo del sistema de eliminación y separación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, la fase orgánica y/o la fase acuosa (mezcla de carga) obtenidas por la separación de la corriente del procedimiento se alimenta a una parte media (posición entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna) de una columna de destilación 94 a través de una línea de alimentación 201, mientras se introduce agua a la misma desde cerca de la parte superior de la columna a través de una línea 202 de manera que la destilación por extracción se realice en la columna de destilación 94 (columna de destilación por extracción). Una bandeja de chimenea 200 para recibir un líquido (extracto) que cae de una zona de concentración en donde se concentran el yoduro de metilo y acetaldehído en la columna se coloca superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga de la columna de destilación 94. En esta destilación por extracción, preferiblemente toda la cantidad, del líquido en la bandeja de la chimenea 200 se retira, se introduce a un decantador 95 a través de una línea 208, y se separa. La fase acuosa (que contiene acetaldehído) en el decantador 95 se introduce a un enfriador 95a a través de una línea 212 y se enfría de manera que el yoduro de metilo disuelto en la fase acuosa se separe en 2 fases en un decantador 96. La fase acuosa en el decantador 96 se alimenta a una columna de destilación 97 (columna de eliminación del acetaldehído) a través de

una línea 216 y se destila. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 97a a través de una línea 217 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, acetaldehído y yoduro de metilo) se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 97, y la porción restante se desecha o se alimenta a una columna de destilación 98 (columna de destilación por extracción) a través de una línea 220. El agua se introduce a la misma desde cerca de la parte superior de la columna de la columna de destilación 98 a través de una línea 222, seguido por destilación por extracción. El vapor en la parte superior de la columna se conduce a un condensador 98a a través de una línea 223 y se condensa. Una porción del condensado (principalmente, yoduro de metilo) se somete a reflujo en la parte superior de la columna, y la porción restante se recicla al sistema de reacción a través de una línea 226, pero se puede descargar desde afuera del sistema. Preferiblemente toda la cantidad, de la fase orgánica (fase de yoduro de metilo) en el decantador 95 se recicla por debajo de la posición de la bandeja de la chimenea 200 de la columna de destilación 94 a través de las líneas 209 y 210. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 y la fase orgánica del decantador 96 se reciclan a la columna de destilación 94 a través de las líneas 213 y 210 y las líneas 214 y 210, respectivamente, pero no se pueden reciclar. Una porción de la fase acuosa del decantador 95 se puede utilizar como un solvente de extracción (agua) en la columna de destilación 94. Una porción de la fase acuosa del decantador 96 se puede reciclar a la columna de destilación 94 a través de la línea 210. En algunos casos (por ejemplo, el caso en donde el acetato de metilo está contenido en la mezcla de carga) un solvente (ácido acético, acetato de etilo, etc.) miscible con los componentes (por ejemplo, acetato de metilo) que constituye la fase orgánica obtenida por la separación de la corriente del procedimiento se puede alimentar a la columna de destilación 94 a través de una línea 215 para de este modo mejorar la eficiencia de la destilación. La posición de alimentación del solvente miscible a la columna de destilación 94 es superior a la posición de alimentación de la mezcla de carga (unión de la línea 201) e inferior a la unión de la línea de reciclado 210. Una fracción inferior de la columna de destilación 94 se recicla al sistema de reacción. Un vapor en la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 se conduce a un condensador 94a a través de una línea 203 y se condensa. El condensado se separa en un decantador 99. La fase orgánica se somete a reflujo a la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 a través de una línea 206, mientras que la fase acuosa se conduce al decantador 95 a través de una línea 207. Una fracción inferior (el agua es un componente principal) de la columna de destilación 97 y una fracción inferior (el agua que contiene una pequeña cantidad de acetaldehído) de la columna de destilación 98 (columna de destilación por extracción) se descargan a la parte exterior del sistema a través de las líneas 218 y 224, respectivamente, o se reciclan al sistema de reacción. Un gas que no se ha condensado en el condensador 94a, 97a, o 98a (línea 211, 221 o 227) se somete a tratamiento por absorción en el sistema de depuración 8 o se desecha.

La figura 4 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de eliminación y separación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, un condensado de un vapor de la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 se conduce a un tanque de retención 100, y toda la cantidad del mismo se somete a reflujo en la parte superior de la columna de la columna de destilación 94 a través de la línea 206. Los otros puntos son los mismos como en el ejemplo de la figura 3.

La figura 5 es un diagrama de flujo esquemático que muestra un ejemplo alternativo adicional del sistema de eliminación y separación del acetaldehído utilizando una destilación por extracción descrita arriba. En este ejemplo, toda la cantidad de un líquido en la bandeja de la chimenea 200 se retira, se introduce directamente al enfriador 95a a través de la línea 208 sin la parte media del decantador 95, se enfría, y se alimenta al decantador 96. Los otros puntos son los mismos como en el ejemplo de la figura 4.

En la figura 1 descrita arriba, la porción gaseosa generada en el condensador 3a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 3a a través de las líneas 32 y 15. Por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico en la porción gaseosa que ha entrado al sistema de depuración 8 se absorben en un líquido de absorción en el sistema de depuración 8. El yoduro de hidrógeno genera yoduro de metilo a través de la reacción con metanol o acetato de metilo en el líquido de absorción. Luego, una porción de líquido que contiene los componentes útiles tal como yoduro de metilo se recicla en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se vuelve a utilizar.

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

La primera corriente de ácido acético que se extrae de manera continua como una corriente lateral de la columna de

destilación 3 se enriquece más con ácido acético que la corriente de vapor introducida de manera continua a la columna de destilación 3. Específicamente, la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la corriente de vapor. La concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, 90 a 99,9 % en masa, preferiblemente 93 a 99 % en masa. También, la primera corriente de ácido acético contiene además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, acetaldehído, ácido fórmico, y ácido propiónico y yoduros de alquilo tales como yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo. En la primera corriente de ácido acético, la concentración de yoduro de metilo es, por ejemplo, 0.1 a 8 % en masa y preferiblemente 0,2 a 5 % en masa, la concentración de agua es, por ejemplo, 0,1 a 8 % en masa y preferiblemente 0,2 a 5 % en masa, y la concentración de acetato de metilo es, por ejemplo, 0,1 a 8 % en masa y preferiblemente 0,2 a 5 % en masa. La concentración del yoduro de hexilo en la primera corriente de ácido acético es, por ejemplo, 0,2 a 10.000 ppb en masa, normalmente 1 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 2 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 3 a 50 ppb en masa). La posición de conexión de la línea 27 a la columna de destilación 3 puede ser, como se muestra en el dibujo, más alta que la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 en la dirección de altura de la columna de destilación 3, pero puede ser más baja que la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3 o puede ser igual a la posición de conexión de la línea 21 a la columna de destilación 3. La primera corriente de ácido acético de la columna de destilación 3 se introduce de manera continua a una velocidad de flujo predeterminada a la siguiente columna de destilación 5 a través de la línea 27. El material de la línea 27 o el material de la columna de destilación 5 (por lo menos el material de las porciones en contacto con los líquidos y gases) es un metal que tiene alta resistencia a la corrosión, seleccionado entre una aleación a base de níquel y zirconio, se utilice con el fin de suprimir la corrosión de las porciones interiores de las tuberías por yoduro de hidrógeno y ácido acético.

A la primera corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 27, se puede alimentar hidróxido de potasio o agregar a través de la línea 55 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar, por ejemplo, como una solución tal como una solución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la primera corriente de ácido acético puede disminuir por la alimentación o adición del hidróxido de potasio a la primera corriente de ácido acético. Específicamente, el yoduro de hidrógeno reacciona con el hidróxido de potasio para formar yoduro de potasio y agua. Esto puede reducir la corrosión de un aparato tal como una columna de destilación adjudicable al yoduro de hidrógeno. En este procedimiento, el hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar a un sitio apropiado en donde está presente el yoduro de hidrógeno. El hidróxido de potasio agregado durante el procedimiento también reacciona con ácido acético para formar acetato de potasio.

La columna de destilación 5 es una unidad para realizar el segundo paso de destilación y sirve como la columna de deshidratación así denominada en la presente modalidad. El segundo paso de destilación es un paso para purificar además el ácido acético por tratamiento de destilación de la primera corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 5. En la presente invención, el material de la columna de destilación 5 (por lo menos el material de la parte de contacto con líquido y la parte de contacto con gas) es una aleación a base de níquel o zirconio. Al utilizar dicho material, la corrosión de las porciones interiores de la columna de destilación por yoduro de hidrógeno y ácido acético se puede suprimir, y la elución de iones de metal corroído se puede suprimir también.

La mezcla de carga de la columna de destilación 5 incluye por lo menos una parte (línea 27) de la primera corriente de ácido acético, a la cual se puede agregar una corriente diferente de la primera corriente de ácido acético [por ejemplo, una corriente de reciclado desde un paso corriente abajo (por ejemplo, una línea 42)]. En la presente invención, como las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de destilación 5, la concentración del ion de hierro es menor que 9.000 ppb en masa, la concentración del ion de cromo es menor que 4.000 ppb en masa, la concentración del ion de níquel es menor que 2.500 ppb en masa, y la concentración del ion de molibdeno es menor que 1.700 ppb en masa. Al emplear el material específico descrito anteriormente para el material de la columna de destilación 5, y al controlar las concentraciones de iones metálicos en la mezcla de carga a la columna de destilación 5 dentro de los intervalos descritos anteriormente, las concentraciones de metal corroído en el ácido acético purificado obtenido en este paso se puede reducir notablemente, las concentraciones de metal en el ácido acético alimentado al siguiente paso de eliminación de adsorción también se pueden reducir, y la vida de la resina de intercambio de cationes sustituida con plata se puede mejorar considerablemente. La concentración del ion de hierro en la mezcla de carga de la columna de destilación 5 es menor que 9.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 5.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 1.500 ppb en masa, y especialmente menor que 800 ppb en masa (por ejemplo, menor que 400 ppb en masa). Se prefiere que la concentración del ion de cromo en la mezcla de carga sea menor que 4.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 2.500 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.500 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 750 ppb en masa, y especialmente menor que 400 ppb en masa (por ejemplo, menor que 200 ppb en masa). La concentración del ion de níquel en la mezcla de carga sea menor que 2.500 ppb en masa, preferiblemente menor que 2.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.000 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 500 ppb en masa, y especialmente menor que 250 ppb en masa (por ejemplo, menor que 150 ppb en masa). La concentración del ion de molibdeno en la mezcla de carga es menor que 1.700 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.200 ppb en masa, además preferiblemente menor que 700 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 350

ppb en masa, y especialmente menor que 170 ppb en masa. Además, la concentración del ion de zinc en la mezcla de carga es menor que 800 ppb en masa, preferiblemente menor que 650 ppb en masa, además preferiblemente menor que 500 ppb en masa, particularmente de manera preferida menor que 410 ppb en masa y especialmente menor que 200 ppb en masa. La concentración del yoduro de hexilo en la mezcla de carga es, por ejemplo, 0,2 a 10,000 ppb en masa, normalmente 1 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 2 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 3 a 50 ppb en masa, y particularmente 5 a 40 ppb en masa).

La columna de destilación 5 consiste, por ejemplo, en una columna de destilación tal como una columna de placa y una columna empaquetada. En el caso de adoptar una columna de placa como la columna de destilación 5, el número teórico de placas de la misma es, por ejemplo, de 5 a 50, y la relación de reflujo es, por ejemplo, de 0,2 a 3.000 de conformidad con el número teórico de placas.

En el interior de la columna de destilación 5 que está en el segundo paso de destilación, la presión superior de la columna se ajusta a, por ejemplo, 0,10 a 0,28 MPa (presión manométrica), preferiblemente 0,15 a 0,23 MPa (presión manométrica) y además preferiblemente 0,17 a 0,21 MPa (presión manométrica). La presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y se ajusta a, por ejemplo, 0,13 a 0,31 MPa (presión manométrica), preferiblemente 0,18 a 0,26 MPa (presión manométrica) y además preferiblemente 0,20 a 0,24 MPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 5 que está en el segundo paso de destilación, se prefiere que la temperatura superior de la columna sea menor que 165 °C, y la temperatura inferior de la columna sea menor que 175 °C. Al ajustar la temperatura superior de la columna y la temperatura inferior de la columna de la columna de deshidratación en las escalas antes descritas, la corrosión de las porciones interiores de la columna de destilación por yoduro de hidrógeno y ácido acético se pueden suprimir más y la elución de los iones de metal corroído también se pueden suprimir más. Se prefiere más que la temperatura superior de la columna sea menor que 163 °C, además preferiblemente menor que 161 °C, particularmente de manera preferida menor que 160 °C y especialmente de manera preferida menor que 155 °C. El límite inferior de la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, 110 °C. Es más preferido que la temperatura inferior de la columna sea menor que 173 °C, además preferiblemente menor que 171 °C, y particularmente de manera preferida menor que 166 °C. El límite inferior de la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, 120 °C.

Con el fin de lograr una concentración suficiente y eficiencia de separación de agua en la columna de deshidratación, se prefiere que la separación de la placa (número de placas) entre la placa de alimentación de la mezcla de carga (placa de alimentación) y la placa de extracción del vapor superior de la columna de la columna de deshidratación sea, en términos de las placas reales, no menor a 1 placa, más preferiblemente no menor a 3 placas, además preferiblemente no menor a 5 placas, y particularmente de manera preferida no menor a 8 placas (entre otras cosas, no menor a 10 placas).

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

La extracción del vapor desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 5 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 5a a través de la línea 33.

El condensador 5a separa el vapor de la columna de destilación 5 en una porción del condensado y una porción gaseosa por enfriamiento y condensación parcial. La porción del condensado contiene, por ejemplo, agua y ácido acético. Una porción de la porción del condensado se somete a reflujo de manera continua a la columna de destilación 5 desde el condensador 5a a través de la línea 35. Otra porción de la porción del condensado se introduce de manera continua al recipiente de reacción 1 desde el condensador 5a a través de las líneas 35, 36, y 23 y se recicla. La porción gaseosa generada en el condensador 5a contiene, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, dióxido de carbono, nitrógeno, oxígeno, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, ácido acético, dimetil éter, metanol, acetaldehído, y ácido fórmico y se alimenta al sistema de depuración 8 desde el condensador 5a a través de las líneas 37 y 15. El yoduro de hidrógeno en la porción gaseosa que ha entrado al sistema de depuración 8 se absorbe en un líquido de absorción en el sistema de depuración 8. El yoduro de metilo se genera a través de la reacción del yoduro de hidrógeno con metanol o acetato de metilo en el líquido de absorción. Luego, una porción de líquido que contiene los componentes útiles tal como yoduro de metilo se recicla en el recipiente de reacción 1 desde el sistema de depuración 8 a través de las líneas de reciclado 48 y 23 y se vuelve a utilizar.

La fracción inferior (o la corriente lateral) extraída de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 5 contiene una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes

con punto de ebullición más alto) que el del ácido acético en comparación con la corriente superior de la columna de destilación 5 y contiene, por ejemplo, ácido propiónico, acetato de potasio (en el caso de alimentar hidróxido de potasio a la línea 27, etc.), y el catalizador arrastrado y co-catalizador mencionados arriba. Esta fracción inferior también puede contener ácido acético. Dicha fracción inferior se introduce de manera continua en la forma de la segunda corriente de ácido acético a la siguiente columna de destilación 6 a través de la línea 34.

Esta segunda corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de destilación 5. Específicamente, la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, 99,1 a 99,99 % en masa siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la primera corriente de ácido acético. También, la segunda corriente de ácido acético puede contener, como se describió arriba, además del ácido acético, por ejemplo, ácido propiónico y yoduro de hidrógeno. En la presente modalidad, en el caso de retirar una corriente lateral, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 5 es más baja que la posición de introducción de la primera corriente de ácido acético a la columna de destilación 5 en la dirección de altura de la columna de destilación 5.

En la presente invención, debido a que se emplea un material específico para el material de la columna de deshidratación, y las concentraciones de iones metálicos en la mezcla de carga de la columna de deshidratación no son más que ciertos valores, las concentraciones de iones metálicos en el segundo vapor de ácido acético, que es obtenido como una corriente lateral o una corriente inferior de la columna de deshidratación, puede reducirse notablemente. La concentración del ion de hierro en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 21.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 16.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 6.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 2.000 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 200 ppb en masa. La concentración del ion de cromo en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 7.100 ppb en masa, preferiblemente menor que 5.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, además preferiblemente menor que 1.000 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 100 ppb en masa. La concentración del ion de níquel en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 4.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 3.000 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.800 ppb en masa, además preferiblemente menor que 700 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 70 ppb en masa. La concentración del ion de molibdeno en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 3.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 2.500 ppb en masa, más preferiblemente menor que 1.500 ppb en masa, además preferiblemente menor que 500 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 50 ppb en masa. La concentración del ion de zinc en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, menor que 1.000 ppb en masa, preferiblemente menor que 850 ppb en masa, más preferiblemente menor que 710 ppb en masa, además preferiblemente menor que 410 ppb en masa y particularmente de manera preferida menor que 150 ppb en masa. La concentración del yoduro de hexilo en la segunda corriente de ácido acético es, por ejemplo, 0,2 a 10.000 ppb en masa, normalmente 1 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 2 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 3 a 50 ppb en masa, y particularmente 5 a 40 ppb en masa).

A la segunda corriente de ácido acético que fluye a través de la línea 34, se puede alimentar hidróxido de potasio o agregar a través de la línea 56 (línea de introducción de hidróxido de potasio). El hidróxido de potasio se puede alimentar o agregar, por ejemplo, como una solución tal como una solución acuosa. El yoduro de hidrógeno en la segunda corriente de ácido acético puede disminuir por la alimentación o adición del hidróxido de potasio a la segunda corriente de ácido acético. Específicamente, el yoduro de hidrógeno reacciona con el hidróxido de potasio para formar yoduro de potasio y agua. Esto puede reducir la corrosión de un aparato tal como una columna de destilación adjudicable al yoduro de hidrógeno.

La columna de destilación 6 es una unidad para realizar el tercer paso de destilación y sirve como la denominada columna de eliminación del componente de mayor punto de ebullición en la presente modalidad. El tercer paso de destilación es un paso para purificar además el ácido acético por tratamiento de purificación de la segunda corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de destilación 6. La columna de destilación 6 consiste en, por ejemplo, una columna de destilación, tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna de destilación 6, el número teórico de los platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50, y la relación de reflujo es, por ejemplo, 0,2 a 3000 de acuerdo con el número teórico de los platos. En el interior de la columna de destilación 6 en el tercer paso de destilación, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -100 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -90 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna de destilación 6 en el tercer paso de destilación, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del agua y menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160 °C.

Un vapor como una corriente superior se extrae de manera continua de la línea 38 desde la parte superior de la

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

La extracción del vapor desde la parte superior de la columna de la columna de destilación 6 contiene una cantidad más grande de componentes que tienen un punto de ebullición más bajo (componentes con punto de ebullición más bajo) que el del ácido acético en comparación con la fracción inferior de la columna de destilación 6 y contiene, además del ácido acético, por ejemplo, yoduro de metilo, yoduro de hidrógeno, agua, acetato de metilo, dimetil éter, metanol, y ácido fórmico. Dicho vapor se introduce de manera continua al condensador 6a a través de la línea 38.

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

La fracción inferior extraída de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 contiene una cantidad más grande de los componentes que tienen un punto de ebullición más alto (componentes con punto de ebullición más alto) que la del ácido acético en comparación con la corriente superior de la columna de destilación 6 y contiene acetato, por ejemplo, ácido propiónico y acetato tal como acetato potasio (en el caso de alimentar álcali tal como hidróxido de potasio a la línea 34, etc.). También, la extracción de la fracción inferior de la parte inferior de la columna de la columna de destilación 6 a través de la línea 39 también contiene, por ejemplo, un metal corroído tal como un metal formado en o liberado de la pared interior de un miembro que constituye este aparato de producción de ácido acético, y un compuesto de yodo derivado de yodo corrosivo y metal corroído, etc. En la presente modalidad, dicha fracción inferior se descarga a la parte exterior de aparato de producción de ácido acético.

La corriente lateral extraída continuamente a la línea 46 de la columna de destilación 6 se introduce de manera continua como una tercera corriente de ácido acético a la siguiente columna de resina de intercambio de iones 7. Esta tercera corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la segunda corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de destilación 6. Específicamente, la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético es, por ejemplo, 99,8 a 99,999 % en masa siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la segunda corriente de ácido acético. La concentración del yoduro de hexilo en la tercera corriente de ácido acético es, por ejemplo, 0,2 a 10.000 ppb en masa, normalmente 1 a 1.000 ppb en masa, y con frecuencia 2 a 100 ppb en masa (por ejemplo, 3 a 50 ppb en masa, y particularmente 5 a 40 ppb en masa). En la presente modalidad, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es más alta que la posición de introducción de la

segunda corriente de ácido acético a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6. En otra modalidad, la posición de extracción de la corriente lateral de la columna de destilación 6 es la misma que o más baja que la posición de introducción de la segunda corriente de ácido acético a la columna de destilación 6 en la dirección de altura de la columna de destilación 6. Un simple destilador (evaporador) se puede utilizar en lugar de la columna de destilación 6. También, la columna de destilación 6 se puede omitir siempre y cuando la eliminación de las impurezas en la columna de destilación 5 se realice de manera adecuada.

La columna de resina de intercambio de iones 7 es una unidad de purificación para realizar el paso de eliminación por adsorción. Este paso de eliminación por adsorción es un paso para purificar además el ácido acético por eliminación por adsorción de, principalmente, yoduros de alquilo (por ejemplo, yoduro de etilo, yoduro de propilo, yoduro de butilo, yoduro de hexilo y yoduro de decilo) contenidos en una cantidad muy chica en la tercera corriente de ácido acético continuamente introducida a la columna de resina de intercambio de iones 7. En la columna de resina de intercambio de iones 7, una resina de intercambio de cationes que tiene la capacidad de adsorber los yoduros de alquilo se empaca en la columna para establecer un lecho de resina de intercambio de iones. En dichas resinas de intercambio de cationes una porción de los protones de salida en un grupo de intercambio tal como un grupo de ácido sulfónico, un grupo carboxilo, o un grupo de ácido fosfónico se sustituye por plata. En el paso de eliminación por adsorción, por ejemplo, la tercera corriente de ácido acético (líquido) fluye a través de la parte interior de la columna de resina de intercambio de iones 7 empacada con dicha resina de intercambio de cationes y en el transcurso de este flujo, las impurezas tales como yoduros de alquilo en la tercera corriente de ácido acético se adsorben a la resina de intercambio de iones y se eliminan de la tercera corriente de ácido acético. En la columna de resina de intercambio de iones 7 en el paso de eliminación por adsorción, la temperatura interna es, por ejemplo, 18 a 100 °C, y la velocidad de la corriente de ácido acético [el rendimiento del ácido acético por m³ del volumen de la resina (m³/h)] es, por ejemplo, 3 a 15 m³/h·m³ (volumen de la resina).

Una cuarta corriente del ácido acético se conduce de manera continua a la línea 47 desde el extremo inferior de la columna de resina de intercambio de iones 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. Específicamente, la cuarta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la tercera corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna de resina de intercambio de iones 7. La concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético es, por ejemplo, 99,9 a 99,999 % en masa o no menor que esta escala siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la tercera corriente de ácido acético. La concentración del yoduro de hexilo en la cuarta corriente de ácido acético es normalmente no mayor que 1 ppb en masa, pero puede ser, por ejemplo, 0 a 30 ppb en masa, y particularmente 0,01 a 10 ppb en masa (por ejemplo, 0,1 a 5 ppb en masa). En este método de producción, esta cuarta corriente de ácido acético puede ser retenida en un tanque de producto (no se muestra).

En este aparato de producción de ácido acético, una columna del producto así denominada o columna de acabado que es una columna de destilación se puede disponer como una unidad de purificación para purificar más la cuarta corriente de ácido acético desde la columna de resina de intercambio de iones 7. En el caso en donde dicha columna del producto se dispone, la columna del producto consiste en, por ejemplo, una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna empacada. En el caso de adoptar una columna de platos como la columna del producto, el número teórico de los platos de la misma es, por ejemplo, 5 a 50, y la relación de reflujo es, por ejemplo, 0,5 a 3000 de acuerdo con el número teórico de los platos. En el interior de la columna del producto en el paso de purificación, la presión superior de la columna se ajusta, por ejemplo, de -195 a 150 kPa (presión manométrica), y la presión inferior de la columna es más alta que la presión superior de la columna y se ajusta, por ejemplo, de -190 a 180 kPa (presión manométrica). En el interior de la columna del producto, la temperatura superior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del agua y menor al punto de ebullición del ácido acético en la presión superior de la columna fijada y se ajusta de 50 a 150 °C, y la temperatura inferior de la columna es, por ejemplo, una temperatura más alta que el punto de ebullición del ácido acético en la presión inferior de la columna fijada y se ajusta de 70 a 160 °C. Un simple destilador (evaporador) se puede utilizar en lugar de la columna del producto o la columna de acabado.

En el caso de disponer la columna del producto, toda o una porción de la cuarta corriente de ácido acético (líquido) de la columna de resina de intercambio de iones 7 se introduce continuamente en la columna de producto. Un vapor como una corriente superior que contiene una muy poca cantidad de los componentes con punto de ebullición inferior (por ejemplo, yoduro de metilo agua, acetato de metilo, dimetil éter, crotonaldehído, acetaldehído, y ácido fórmico) se extrae de manera continua de la parte superior de la columna de dicha columna del producto. Este vapor se separa en una porción del condensado y una porción gaseosa en un condensador predeterminado. Una porción de la porción del condensado se somete a reflujo de manera continua a la columna del producto, y otra porción de la porción del condensado se puede reciclar al recipiente de reacción 1 o desecharse a la parte exterior del sistema, o ambos. La porción gaseosa se alimenta al sistema de depuración 8. Una fracción inferior que contiene una muy pequeña cantidad de componentes con punto de ebullición más alto se extrae de manera continua de la parte inferior de la columna de la columna del producto. Esta fracción inferior se recicla a, por ejemplo, la segunda corriente de ácido acético en la línea 34 antes de la introducción a la columna de destilación 6. Una corriente lateral (líquido) se extrae de manera continua como una quinta corriente de ácido acético desde la posición de altura entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna de la columna del producto. La posición de

extracción de la corriente lateral de la columna del producto es más baja que, por ejemplo, la posición de introducción de la cuarta corriente de ácido acético a la columna del producto en la dirección de altura de la columna del producto. La quinta corriente de ácido acético está más enriquecida con ácido acético que la cuarta corriente de ácido acético introducida continuamente en la columna del producto. Específicamente, la concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es más alta que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de ácido acético de la quinta corriente de ácido acético es, por ejemplo, 99,9 a 99,999 % en masa o no menor que esta escala siempre que sea más alta que la concentración de ácido acético de la cuarta corriente de ácido acético. La concentración de yoduro de hexilo en la quinta corriente de ácido acético es normalmente no mayor que 1 ppb en masa, pero puede ser, por ejemplo, 0 a 30 ppb en masa, y particularmente 0.01 a 10 ppb en masa (por ejemplo, 0.1 a 5 ppb en masa). Esta quinta corriente de ácido acético se retiene en, por ejemplo, un tanque del producto (no se muestra). La columna de resina de intercambio de iones 7 se puede colocar corriente abajo de la columna del producto en lugar de (o además de) su colocación corriente abajo de la columna de destilación 6 para tratar la corriente de ácido acético desde la columna del producto.

15 Ejemplos

En lo sucesivo, la presente invención se describirá con más detalle con referencia a los ejemplos. Las unidades %, ppm, y ppb cada una se expresa en términos de masa. Una concentración del agua se midió por el método de determinación del agua de Karl Fischer, las concentraciones del ion de metal se midieron por medio del análisis de ICP (o análisis de adsorción atómica), y las concentraciones de otros componentes se midieron por cromatografía de gas.

Ejemplo comparativo 1

En un proceso de reacción continua para producir ácido acético, metanol y monóxido de carbono se hicieron reaccionar de manera continua en un reactor de carbonilación, la mezcla de reacción del reactor se alimentó de manera continua en una luz intermitente, un componente volátil que contiene por lo menos ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno producidos por destilación instantánea se alimentó a una primera columna de destilación (columna de eliminación del componente con punto de ebullición inferior), un primer componente con punto de ebullición inferior se separó como un retroproyector, y una corriente que contiene una gran cantidad de componentes con un punto de ebullición más alto que el ácido acético se separó como una fracción inferior de la parte inferior de la columna. La fracción superior (primer componente con punto de ebullición inferior) se recicló directamente al reactor, y la fracción inferior de la parte inferior de la columna se mezcló con la fracción inferior de la luz instantánea y se recicló al reactor. Luego una primera porción de la corriente de líquido se extrajo de una corriente lateral de la primera columna de destilación, pasó a través de una tubería hecha de un material de acero inoxidable (SUS316: no mayor que 2 % de Mn, 10 a 14 % de Ni, 16 a 18 % de Cr, 2 a 3 % de Mo, y no menor que 50 % de Fe), y se alimentó de manera continua a una segunda columna de destilación (columna de deshidratación) (número real de placas: 50, separación de las placas entre una placa de alimentación y una placa de extracción de vapor superior de la columna: 15 placas en términos de la placas reales) hechas del material SUS316. La composición de la primera porción de la corriente de líquido fue 2 % del yoduro de metilo, 2 % de acetato de metilo, 1 % de agua, 9.100 ppb de iones de hierro, 4.000 ppb de iones de cromo, 2.500 ppb de iones de níquel, 1.700 ppb de iones de molibdeno, 410 ppb de iones de zinc, 51 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). En la columna de deshidratación, la destilación se llevó a cabo bajo condiciones de una temperatura superior de la columna de 165 °C y una temperatura inferior de la columna de 175 °C, un segundo componente con punto de ebullición inferior que contiene agua se concentró en la parte superior de la columna y una segunda porción de la corriente de líquido (ácido acético purificado) se obtuvo como una fracción inferior. El destilado de la parte superior de la columna se recicló al reactor. Con base en una cantidad alimentada en la columna de deshidratación de 1, la cantidad de la fracción inferior fue 0,7 y la cantidad del destilado de la parte superior de la columna fue 0,3. La composición de la fracción inferior fue 500 ppm de agua, 21.000 ppb de iones de hierro, 8.300 ppb de iones de cromo, 5.200 ppb de iones de níquel, 2.800 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 50 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). La fracción inferior se enfrió de 40 a 50 °C, y luego pasó a través de una columna de resina de intercambio de cationes sustituida con plata de dos metros de largo para adsorber y eliminar el yoduro de hexilo en el ácido acético. El caudal de la fracción inferior [cantidad de fracción inferior tratada (m³/h) por metro cúbico de resina] fue de 3,8 m³/h·m³ (volumen de resina). Después del tratamiento con resina de intercambio de cationes sustituida con plata, la concentración del ion de plata del ácido acético del producto fue 41 ppb, la concentración del ion de hierro fue 100 ppb, la concentración del ion de cromo fue 15 ppb, la concentración del ion de níquel fue 10 ppb, la concentración del ion de molibdeno fue 6 ppb, la concentración del ion de zinc fue 7 ppb, y la concentración del yoduro de hexilo fue menor que 5 ppb (no mayor que el límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes (tiempo de operación hasta que la concentración del yoduro de hexilo en la salida de la resina excede 5 ppb) bajo esta operación fue de 1,2 años.

Ejemplo comparativo 2

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 1 se realizó salvo que: el material de la columna de deshidratación se cambió a una aleación a base de níquel [Hastelloy B2 (HB2): 28% de Mo, 69 % de Ni, no mayor

que 1 % de Cr, no mayor que 2 % de Fe, no mayor que 1 % de Co, y no mayor que 1% de Mn]; las condiciones de operación de la columna de deshidratación se ajustaron a una temperatura superior de la columna de 160 °C y una temperatura inferior de la columna de 170 °C; y la composición de la mezcla de carga alimentada a la columna de deshidratación fue 2 % de yoduro de metilo, 2 % de acetato de metilo, 1 % de agua, 13.700 ppb de iones de hierro, 6.000 ppb de iones de cromo, 3.800 ppb de iones de níquel, 2.600 ppb de iones de molibdeno, 620 ppb de iones de zinc, 51 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas).

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 490 ppm de agua, 19.700 ppb de iones de hierro, 8.700 ppb de iones de cromo, 7.000 ppb de iones de níquel, 4.300 ppb de iones de molibdeno, 890 ppb de iones de zinc, 51 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio de cationes sustituida con plata, la concentración de iones de plata del ácido acético producto fue de 30 ppb, la concentración de iones de hierro fue de 80 ppb, la concentración de iones de cromo fue de 16 ppb, la concentración de iones de níquel fue de 15 ppb, la concentración de iones de molibdeno fue de 9 ppb, la concentración de iones de zinc fue de 9 ppb y la concentración de yoduro de hexilo fue inferior a 5 ppb (no más del límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 1,1 años.

Ejemplo comparativo 3

Se realizó el mismo experimento que en el Ejemplo Comparativo 1 salvo que las condiciones de operación de la columna de deshidratación se ajustaron a una temperatura superior de la columna de 160 °C y una temperatura inferior de la columna de 170 °C.

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 490 ppm de agua, 19.800 ppb de iones de hierro, 7.900 ppb de iones de cromo, 4.900 ppb de iones de níquel, 2.700 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 49 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio de cationes sustituida con plata, la concentración de iones de plata del producto ácido acético fue de 34 ppb, la concentración de iones de hierro fue de 85 ppb, la concentración de iones de cromo fue de 14 ppb, la concentración de iones de níquel fue de 9 ppb, la concentración de iones de molibdeno fue de 7 ppb, la concentración de iones de zinc fue de 5 ppb y la concentración de yoduro de hexilo fue inferior a 5 ppb (no más del límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 1,2 años.

Ejemplo 1

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 1 se realizó salvo que: el material de la columna de deshidratación se cambió a una aleación a base de níquel [Hastelloy B2 (HB2): 28 % de Mo, 69 % de Ni, no mayor que 1 % de Cr, no mayor que 2 % de Fe, no mayor que 1 % de Co, y no mayor que 1% de Mn]; y las condiciones de operación de la columna de deshidratación se ajustaron a una temperatura superior de la columna de 160 °C y una temperatura inferior de la columna de 170 °C.

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 490 ppm de agua, 13.200 ppb de iones de hierro, 5.800 ppb de iones de cromo, 5.200 ppb de iones de níquel, 3.100 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 52 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio de iones sustituida con plata, la concentración del ion de plata del ácido acético del producto fue 18 ppb, la concentración el ion de hierro fue 25 ppb, la concentración del ion de cromo fue 9 ppb, la concentración del ion de níquel fue 8 ppb, la concentración del ion de molibdeno fue 6 ppb, la concentración del ion de zinc fue 7 ppb, y la concentración del yoduro de hexilo fue menor que 5 ppb (no mayor que el límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 1,8 años.

Ejemplo 2

Se realizó el mismo experimento que en el Ejemplo 1, excepto que una mezcla líquida de 2 % de yoduro de metilo, 2 % de acetato de metilo, 1 % de agua, 500 ppb de iones de hierro, 280 ppb de iones de cromo, 190 ppb de iones de níquel, 110 ppb de iones de molibdeno, 410 ppb de iones de zinc, 51 ppb de yoduro de hexilo y ácido acético como balance (incluida una cantidad muy pequeña de impurezas) obtenido al pasar la primera porción de corriente líquida retirada de una corriente lateral de la primera destilación (columna de eliminación del componente de punto de ebullición inferior) a través de una tubería hecha de un material de aleación de base de níquel [Hastelloy B2 (HB2)] se usó como la mezcla de carga alimentada a la columna de deshidratación.

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 490 ppm de agua, 770 ppb de iones de hierro, 420 ppb de iones de cromo, 1.900 ppb de iones de níquel, 800 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 50 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio iónico sustituido con plata, la concentración

de iones de plata del ácido acético producto fue de 5 ppb, la concentración de iones de hierro fue de 6 ppb, la concentración de iones de cromo fue de 6 ppb, la concentración de iones de níquel fue de 7 ppb, la concentración de iones de molibdeno fue de 4 ppb, la concentración de iones de zinc fue de 4 ppb y la concentración de yoduro de hexilo fue inferior a 5 ppb (no más del límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 6,1 años.

Ejemplo 3

El mismo experimento como en el Ejemplo 1 se realizó salvo que el material de la columna de deshidratación se cambió a una aleación a base de níquel [Hastelloy C (HC276): 16 % de Mo, aproximadamente 57 % de Ni, 16 % de Cr, 5 % de Fe, no mayor que 2,5 % de Co, y no mayor que 1 % de Mn].

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 520 ppm de agua, 13.300 ppb de iones de hierro, 6.400 ppb de iones de cromo, 5.800 ppb de iones de níquel, 3.100 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 48 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio de iones sustituida con plata, la concentración del ion de plata del ácido acético del producto fue 16 ppb, la concentración el ion de hierro fue 28 ppb, la concentración del ion de cromo fue 12 ppb, la concentración del ion de níquel fue 13 ppb, la concentración del ion de molibdeno fue 7 ppb, la concentración del ion de zinc fue 4 ppb, y la concentración del yoduro de hexilo fue menor que 5 ppb (no mayor que el límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 1,7 años.

Ejemplo 4

El mismo experimento como en el Ejemplo Comparativo 1 se realizó salvo que las condiciones de operación de la columna de deshidratación se ajustaron a una temperatura superior de la columna de 155°C y una temperatura inferior de la columna de 165°C.

La composición de la fracción inferior de la columna de deshidratación fue 490 ppm de agua, 13.100 ppb de iones de hierro, 5.800 ppb de iones de cromo, 3.600 ppb de iones de níquel, 2.500 ppb de iones de molibdeno, 590 ppb de iones de zinc, 50 ppb de yoduro de hexilo, y ácido acético como un equilibrio (incluyendo una cantidad muy chica de impurezas). Además, después del tratamiento con resina de intercambio de cationes sustituida con plata, la concentración de iones de plata del producto ácido acético fue de 13 ppb, la concentración de iones de hierro fue de 23 ppb, la concentración de iones de cromo fue de 8 ppb, la concentración de iones de níquel fue de 7 ppb, la concentración de iones de molibdeno fue de 5 ppb, la concentración de iones de zinc fue de 5 ppb y la concentración de yoduro de hexilo fue inferior a 5 ppb (no más del límite de detección). La vida de la resina de intercambio de cationes bajo esta operación fue de 2,0 años.

Discusión de los resultados

A partir del Ejemplo 1, es evidente que al establecer las concentraciones de iones metálicos específicos en la mezcla de carga en la columna de deshidratación para que no superen ciertos valores, y al emplear una aleación a base de níquel que tenga una alta resistencia a la corrosión para el material de la columna de deshidratación, se reduce la cantidad de iones metálicos que fluyen hacia la columna de deshidratación y, además, se suprime la elución de los metales corroídos de la columna de deshidratación, lo que permite reducir en gran medida las concentraciones de iones metálicos en el ácido acético purificado obtenido de la columna de deshidratación. Como resultado, la cantidad de los iones de metal que fluyen al paso de eliminación por adsorción subsiguiente del compuesto de yodo orgánico puede disminuir, la cantidad de otros iones de metal intercambiados para los iones de plata en la resina de intercambio de cationes sustituida con plata se redujo, y la vida de la resina de intercambio de cationes fue muy alta, de 1,8 años. Además, las concentraciones del ion de metal en el ácido acético del producto después del tratamiento de la resina de intercambio de cationes disminuyó, y en conjunto con las de la elución de iones de plata también disminuyó. Como resultado, la calidad del ácido acético del producto mejoró. En contraste, en el Ejemplo Comparativo 2, el material de la columna de deshidratación fue la misma aleación a base de níquel como en el Ejemplo 1, pero porque hubo una gran cantidad de iones de metal fluyendo en la columna de deshidratación, hubo una gran cantidad de iones de metal fluyendo al paso de eliminación por adsorción, y por lo tanto la vida de la resina de intercambio de cationes fue corta, de 1,1 años. Además, en el Ejemplo Comparativo 3, las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga a la columna de deshidratación fueron las mismas como las del Ejemplo 1, pero porque el material de la columna de deshidratación fue acero inoxidable, los metales corroídos se eluyeron de la columna de deshidratación, de este modo incrementando la cantidad de iones de metal que fluyen al paso de eliminación por adsorción. Como resultado, la vida de la resina de intercambio de cationes fue 1,2 años, lo cual es un resultado bajo.

De los Ejemplos 1 y 2, incluso cuando los materiales de las columnas de deshidratación fueron los mismos, reducir las concentraciones de los metales corroídos al controlar las concentraciones de esos metales en la mezcla de carga de la columna de deshidratación también redujo las concentraciones de los metales corroídos en el ácido acético purificado obtenido de la columna de deshidratación, y sustancialmente mejoró la vida de la resina de la

resina de intercambio de cationes sustituida con plata utilizada en el paso de eliminación por adsorción. Además, ya que las concentraciones del ion metal corroído y la concentración del ion de plata en el ácido acético del producto después del tratamiento de la resina de intercambio de cationes también disminuyó, la calidad del ácido acético mejoró incluso más. El hecho de que las concentraciones del ion de metal en la salida de la columna de la resina de intercambio de cationes no fueron muy diferentes a pesar de una amplia separación entre las concentraciones del metal en la mezcla de carga de la columna de resina de intercambio de iones se puede pensar como el resultado de que la resina de intercambio de cationes tenga una capacidad de intercambio suficientemente alta y casi todos los iones de metal que fluyen a la columna de resina de intercambio de iones se eliminan. Además, se puede considerar que si el experimento se lleva a cabo durante un periodo incluso más largo, en el Ejemplo 1, que tuvo concentraciones del ion de metal altas en la mezcla de carga de la columna de resina de intercambio de iones, las concentraciones del ion de metal en la salida de la columna de resina de intercambio de iones puede incrementar en una etapa más temprana que en el Ejemplo, 2, que tuvo concentraciones de ion de metal más bajas.

De los Ejemplos 1 y 3, utilizando "HB2", que tiene una resistencia a la corrosión incluso más alta entre las aleaciones a base de níquel, ya que el material para la columna de deshidratación permitió que la elución de los metales corroídos se suprimiera más. Como resultado, las concentraciones del ion de metal corroído en el ácido acético purificado obtenido de la columna de deshidratación disminuyeron, y la vida de la resina de intercambio de cationes y la calidad del ácido acético del producto mejoraron.

A partir de los Ejemplos 1 y 4, la reducción de la temperatura de funcionamiento de la columna de deshidratación redujo la cantidad de metales corroídos eludidos y mejoró la vida de la resina de intercambio de cationes.

Ya que el material de la columna de destilación no contiene zinc, para todas las condiciones, el incremento en los iones de zinc es solo el incremento en concentración que corresponde a la velocidad de concentración de la concentración en la columna de deshidratación, y la cantidad absoluta de los iones de zinc en el ácido acético purificado fue la misma que la de los iones de zinc alimentados en la columna de deshidratación.

Resumiendo los Ejemplos Comparativos 1 a 3 y los Ejemplos 1 a 4, es evidente que la vida de la resina de una resina de intercambio de iones mejora generalmente en proporción a la disminución en las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de resina de intercambio de iones. Sin embargo, la vida de la resina no es completamente proporcional a las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de la resina de intercambio de iones. Esto es porque la cantidad de los compuestos de yodo orgánico, tal como yoduro de hexilo, en la mezcla de carga de la columna de resina de intercambio de iones y la cantidad de plata que se eluye en el ácido acético de la resina de intercambio de iones también afecta la vida de la resina. Sin embargo, es evidente que las concentraciones del ion de metal en la mezcla de carga de la columna de resina de intercambio de cationes es uno de los factores principales en la reducción de la vida de la resina.

Aplicabilidad industrial

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

Lista de Signos de Referencia

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

99: decantador

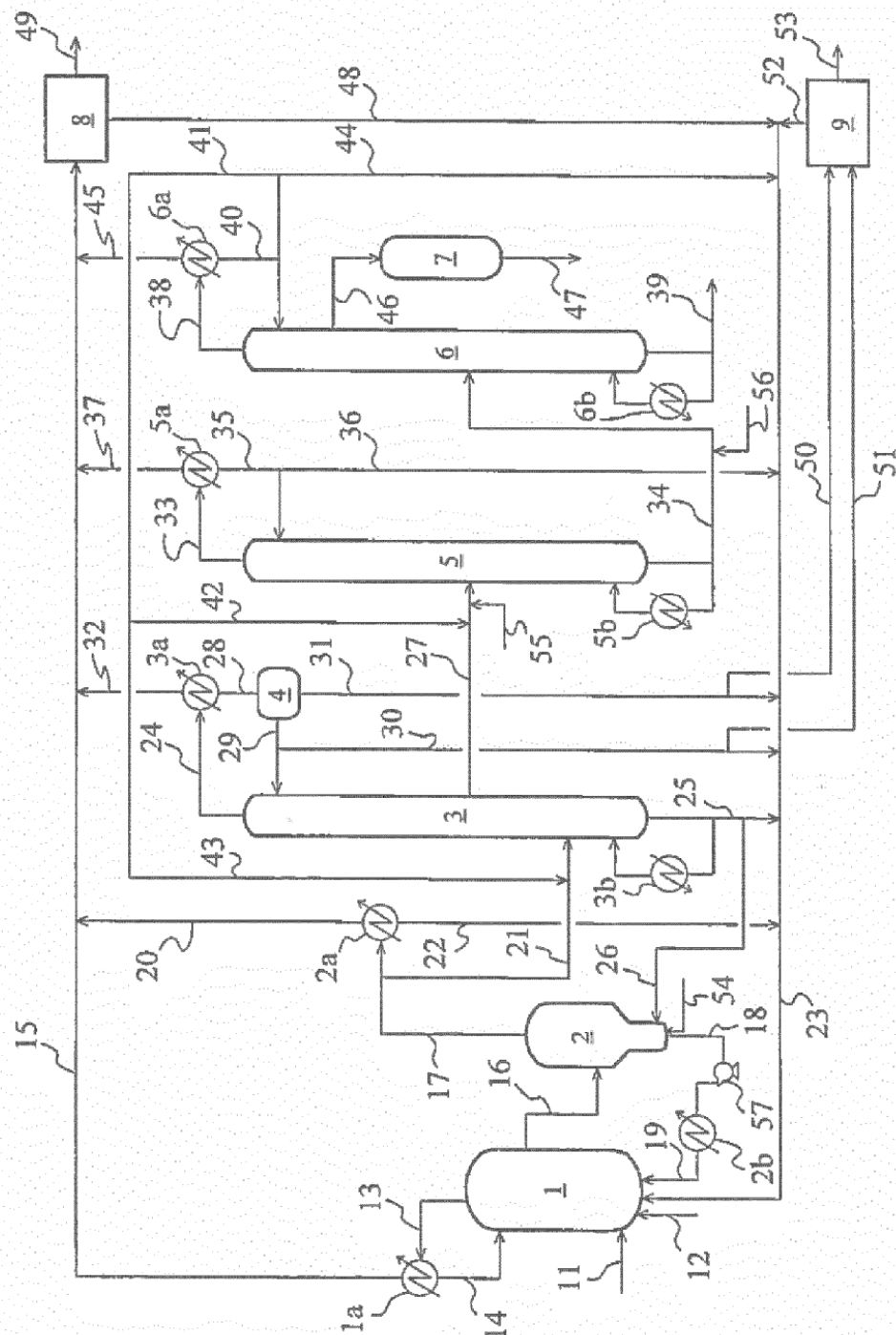
200: bandeja de la chimenea

REIVINDICACIONES

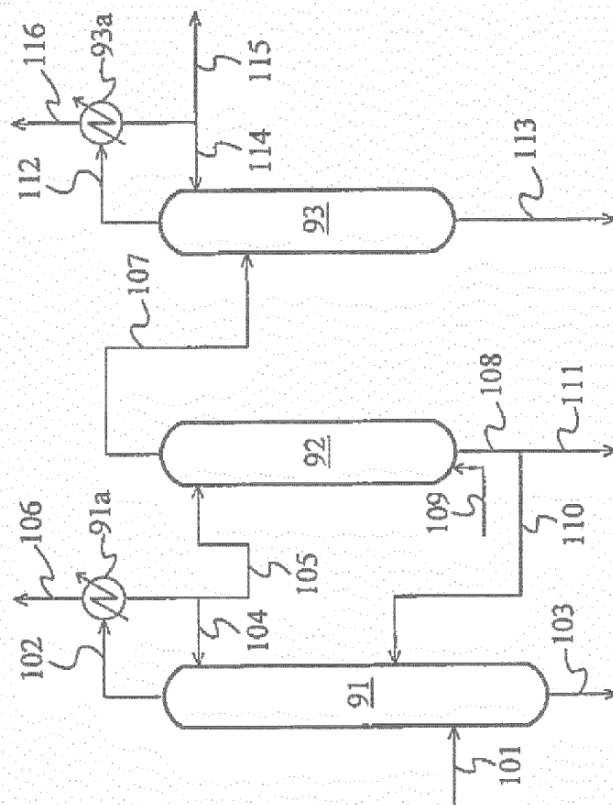
1. Un método para producir ácido acético, que comprende:

- 5 un paso de reacción de carbonilación de hacer reaccionar metanol con monóxido de carbono en un recipiente de reacción en presencia de un sistema catalizador que contiene un catalizador de metal y yoduro de metilo así como ácido acético, acetato de metilo, y agua para producir ácido acético;
- 10 un paso de evaporación de separar una mezcla de reacción obtenida en el paso de reacción de carbonilación en una corriente de vapor y una corriente de líquido residual en un evaporador;
- 15 un paso de eliminación del componente con punto de ebullición inferior de separar la corriente de vapor por destilación en una corriente superior rica en por lo menos un componente con punto de ebullición inferior seleccionado de yoduro de metilo y acetaldehído y una primera corriente de ácido acético rica en ácido acético;
- 20 un paso de deshidratación de separar la primera corriente de ácido acético por destilación en una corriente superior rica en agua y una segunda corriente de ácido acético más enriquecida con ácido acético que la primera corriente de ácido acético; y
- 25 un paso de eliminación por adsorción de tratar la segunda corriente de ácido acético, o una corriente de ácido acético que ha sido más enriquecida con ácido acético por purificación adicional de la segunda corriente de ácido acético, con una resina de intercambio de cationes en la que una porción de los protones de salida en un grupo de intercambio se sustituye por plata,
- 30 en donde una aleación a base de níquel o zirconio se usa como un material de una columna de destilación en el paso de deshidratación y como concentraciones de iones metálicos en una mezcla de carga de la columna de destilación en el paso de deshidratación, una concentración de iones de hierro es menor que 9.000 ppb en masa, una concentración de iones de cromo es menor que 4.000 ppb en masa, una concentración de iones de níquel es menor que 2.500 ppb en masa, y una concentración de iones de molibdeno es menor que 1.700 ppb en masa y una concentración de iones de zinc es menor que 800 ppb en masa, y
- 35 en donde para controlar las concentraciones de iones metálicos en la mezcla de carga para estar dentro de los intervalos anteriores, el método incluye al menos uno de (i) emplear una aleación a base de níquel o zirconio como el material de la tubería de carga a la columna de destilación en el paso de deshidratación; (ii) proporcionar una columna o recipiente de resina de intercambio de iones en una posición entre una salida del recipiente de reacción y una entrada a la columna de destilación en el paso de deshidratación, y (iii) utilizar metanol que tiene un contenido de iones de zinc de menos de 10 ppm en masa como el metanol que debe ser alimentado al recipiente de reacción.
- 40 2. El método para producir ácido acético de conformidad con la reivindicación 1, en donde el sistema catalizador contiene además un yoduro iónico.
- 45 3. El método para producir ácido acético de conformidad con la reivindicación 1 o 2, en donde una concentración de iones de zinc en la mezcla de carga de la columna de destilación en el paso de deshidratación es menor que 650 ppb en masa.
- 50 4. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde las condiciones de operación de la columna de destilación en el paso de deshidratación están a una temperatura superior de la columna menor que 165 °C y una temperatura inferior de la columna menor que 175 °C.
- 55 5. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde una separación de la placa entre una placa de alimentación de la mezcla de carga y una placa de extracción de vapor superior de la columna de la columna de destilación en el paso de deshidratación es no menor que una placa en términos de las placas reales.
6. El método para producir ácido acético de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el material de una tubería de carga a la columna de destilación en el paso de deshidratación es una aleación a base de níquel o zirconio.

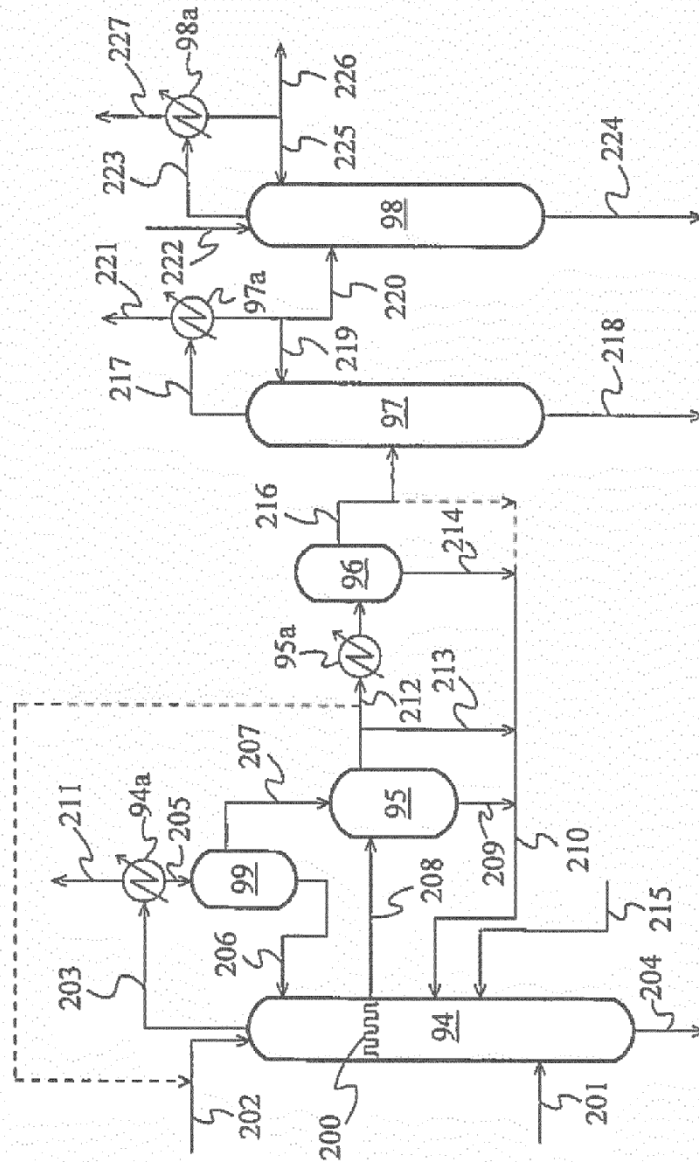
[Figura 1]



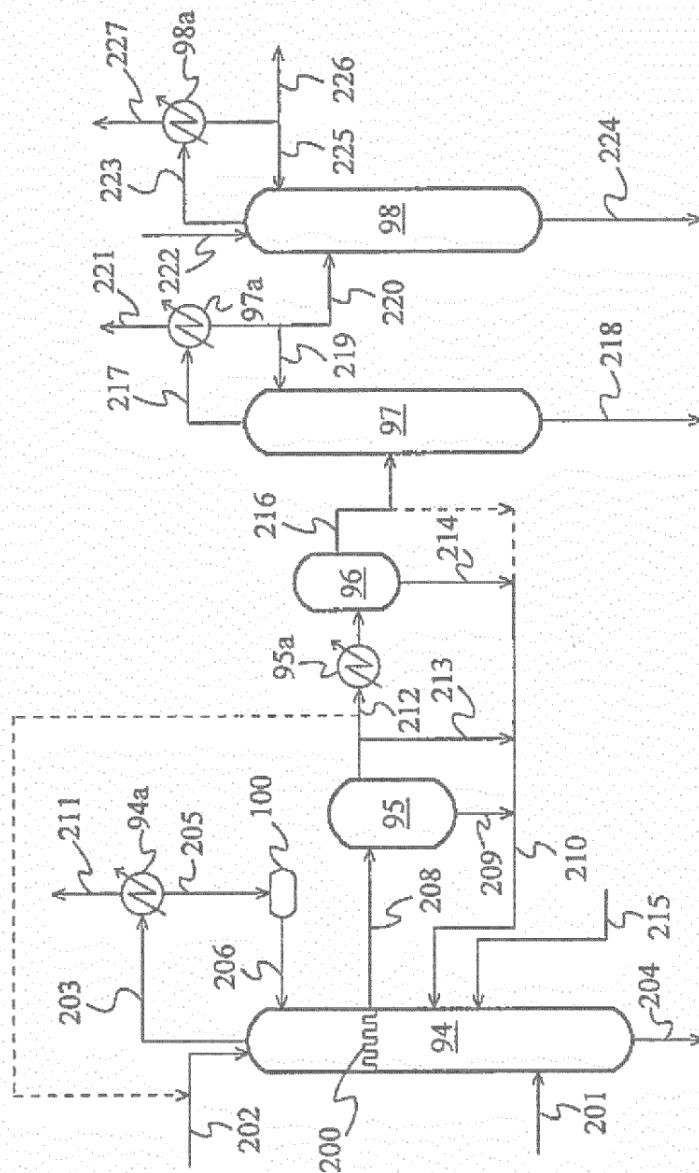
[Figura 2]



[Figura 3]



[Figura 4]



[Figura 5]

