

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 749**

51 Int. Cl.:

C07C 51/12 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 53/08 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2011 PCT/JP2011/077846**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.06.2012 WO12081418**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2011 E 11848683 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **17.03.2021 EP 2653458**

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

30 Prioridad:

15.12.2010 JP 2010279799

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

21.10.2021

73 Titular/es:

DAICEL CORPORATION (100.0%)

3-1, Ofuka-cho, Kita-ku

Osaka-shi, Osaka 530-0011, JP

72 Inventor/es:

SHIMIZU MASAHIKO;

SAITO RYUJI y

MIURA HIROYUKI

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir ácido acético

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir ácido acético a la vez que se inhibe eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (particularmente, yoduro de hidrógeno y ácido acético) en una columna de destilación de acetaldehído.

Técnica anterior

10 Se conocen diversos procedimientos de producción industrial de ácido acético. Entre otros, un procedimiento industrialmente excelente incluye un procedimiento que comprende permitir de manera continua que reaccione metanol con monóxido de carbono con el uso de un catalizador de metal (tal como un catalizador de rodio) y yoduro de metilo en presencia de agua para dar ácido acético. Además, se ha investigado recientemente la mejora en las condiciones de reacción y los catalizadores, y se ha desarrollado un procedimiento industrial para producir ácido acético con una producción altamente eficaz mediante la adición de un estabilizador de catalizador (tal como una sal de yoduro) y la reacción en una condición de bajo contenido en agua en comparación con la condición convencional.

15 En este procedimiento, se separa un componente volátil cuando se separa el ácido acético de una mezcla de reacción líquida mediante destilación. El componente volátil contiene un componente útil tal como yoduro de metilo, mientras que el componente es un componente líquido que contiene acetaldehído. Por tanto, el componente volátil se recoge o se recircula al sistema de reacción una vez que se separa el acetaldehído mediante destilación (o condensación). El componente volátil contiene un componente ácido (tal como yoduro de hidrógeno o ácido acético) además de yoduro de metilo, acetaldehído, agua y acetato de metilo. Cuando se condensa (o se produce) yoduro de hidrógeno o ácido acético en una columna de destilación de acetaldehído en una condición de destilación (tal como a una presión aplicada o a alta temperatura), puede precipitarse la corrosión de la columna de destilación de acetaldehído. Además, cuando la disolución que contiene yoduro de metilo se somete a destilación y luego se recircula la fracción separada y/o el residuo al sistema de reacción, puede precipitarse la corrosión de una bomba para recircular (bomba de recirculación) o una conducción para recircular. Por tanto, es preferible que se reduzca la concentración del componente ácido (tal como yoduro de hidrógeno o ácido acético) en la columna de destilación para separar acetaldehído.

20 La patente japonesa n.º 3581725 (JP-3581725B, documento de patente 1) da a conocer un procedimiento de recirculación que comprende carbonilar metanol y/o acetato de metilo en un medio de reacción que contiene un catalizador de metal del grupo 8 de la tabla periódica y yoduro de metilo; separar una fase volátil y una fase poco volátil del producto de carbonilación, donde la fase volátil contiene el producto, metanol sin reaccionar y/o acetato de metilo, y yoduro de metilo, y la fase poco volátil contiene el catalizador de metal del grupo 8; destilar la fase volátil para dar un producto de cabeza que contiene el producto, el metanol sin reaccionar y/o acetato de metilo, y yoduro de metilo; y recircular el producto de cabeza al reactor de carbonilación; en el que el producto de cabeza es una mezcla que contiene acetaldehído y yoduro de metilo, el producto de cabeza se recircula al reactor tras la destilación del producto de cabeza en presencia de metanol a una temperatura de parte de arriba de la columna de menos de 55°C y una temperatura del tanque de reflujo de menos de 25°C y la disolución del acetaldehído producido en forma de paraldehído o metaldehído en una disolución mixta que contiene yoduro de metilo y metanol en una razón en peso (yoduro de metilo/metanol) de 5/4 a 1/2 como una composición de una fracción de fondo de la columna de destilación para retirada o separación.

25 Por otro lado, según el procedimiento descrito en el documento, el uso de metanol en la columna de destilación tiene como objetivo la disolución del paraldehído o metaldehído y no se pretende la inhibición de la producción de yoduro de hidrógeno. Además, el procedimiento descrito en el documento necesita metanol de 0,8 a 2 veces el peso del yoduro de metilo altamente rico contenido en el producto de cabeza, y es necesario tratar una gran cantidad de un objeto líquido que va a tratarse compuesto por la cantidad total del producto de cabeza y el metanol. Por tanto, es necesario usar una columna de destilación que tenga un gran diámetro de columna, lo que no es económico.

30 La publicación WO2008/016502 (WO2008/016502, documento de patente 2) da a conocer un procedimiento para disminuir una impureza de aldehído de una corriente de ácido acético, que comprende permitir que una corriente de ácido acético que contiene una impureza de aldehído reaccione con un compuesto de hidroxilo (tal como glicol, poliol, o un alcohol C₄₋₁₀) para convertir la impureza de aldehído en un acetal, y separar el acetal. Específicamente, el documento da a conocer la siguiente técnica de recirculación: se licua un producto de cabeza que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, agua y una impureza de aldehído en un decantador, se trata del 5 al 50% de la fase pesada resultante (fase orgánica), que contiene yoduro de metilo y la impureza de aldehído, con un compuesto de hidroxilo en una razón de 1 a 10 equivalentes del compuesto de hidroxilo en relación con la impureza de aldehído y luego se destila para separar una fracción de acetal y una fracción de yoduro de metilo, y se lava la fracción de acetal y se recircula el yoduro de metilo a la fase pesada en el decantador o la reacción de carbonilación. El documento también da a conocer que el yoduro de metilo que va a usarse para la reacción puede producirse añadiendo yoduro de hidrógeno a un reactor de carbonilo. Por tanto, el documento pretende usar el compuesto de

hidroxilo para la conversión de un aldehído en un acetal, y se usa una resina de intercambio iónico ácida para la acetilación, y el documento nunca pretende la disminución en yoduro de hidrógeno o ácido acético.

La solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2007- 526308 (JP-2007-526308A, documento de patente 3) da a conocer un procedimiento para producir ácido acético, que comprende las etapas de: (a) hacer reaccionar monóxido de carbono con al menos un reactivo seleccionado del grupo que consiste en metanol, acetato de metilo, formiato de metilo, dimetil éter y mezclas de los mismos en un medio de reacción que comprende agua, yoduro de metilo y un catalizador para producir un producto de reacción que comprende ácido acético; (b) realizar una separación de vapor-líquido en el producto de reacción para proporcionar una fase volátil que comprende ácido acético, agua y yoduro de metilo y una fase menos volátil que comprende el catalizador; (c) destilar dicha fase volátil para producir un ácido acético producto purificado y un primer producto de cabeza que comprende agua, acetato de metilo y yoduro de metilo; (d) separar en fases el primer producto de cabeza para proporcionar una primera fase líquida que comprende agua y una segunda fase líquida que comprende yoduro de metilo; (e) añadir dimetil éter al procedimiento en una cantidad eficaz para potenciar la separación del primer producto de cabeza para formar las fases líquidas primera y segunda; y retirar acetaldehído de al menos una de las fases líquidas primera y segunda, en el que el dimetil éter se añade a una corriente asociada con la etapa de retirada de acetaldehído. Según el documento, se usa dimetil éter como componente para separar fácilmente las fases líquidas primera y segunda, y no se pretende la disminución en yoduro de hidrógeno ni ácido acético. Además, el documento no dice nada acerca de la cantidad que va de añadirse de dimetil éter.

La solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n.º 2000-72712 (JP-2000-72712A, documento de patente 4) da a conocer un procedimiento para producir ácido acético, que comprende una primera etapa para permitir que reaccione monóxido de carbono con metanol, dimetil éter o acetato de metilo en presencia de un catalizador de rodio, una sal de yoduro y yoduro de metilo; una segunda etapa para destilar la mezcla de reacción líquida obtenida en la primera etapa para separar una fase muy volátil que contiene un compuesto de carbonilo y una fase poco volátil; una tercera etapa para destilar la fase muy volátil que contiene el compuesto de carbonilo obtenido en la segunda etapa para separar un producto que contiene ácido acético y una impureza que contiene el compuesto de carbonilo; una cuarta etapa para permitir que la impureza que contiene el compuesto de carbonilo obtenido en la tercera etapa entre en contacto con agua para separar una fase orgánica que contiene un yoduro de alquilo y una fase acuosa que contiene el compuesto de carbonilo; y una quinta etapa para enviar de nuevo la fase orgánica obtenida en la cuarta etapa a la etapa de reacción; en el que el contacto de la impureza que contiene el compuesto de carbonilo con agua en la cuarta etapa se lleva a cabo a de 30 a 60°C. El documento da a conocer que el procedimiento puede comprender una etapa 3b, entre la tercera etapa y la cuarta etapa, para destilar la impureza que contiene el compuesto de carbonilo obtenido en la tercera etapa mediante una columna de destilación de múltiples fases y que puede alimentarse metanol en de 0,1 a 55 veces en moles la cantidad de ion yoduro que sale de la columna de destilación de múltiples fases en la destilación.

Además, el documento da a conocer que (i) en la etapa 3b, el yoduro de hidrógeno producido por la reacción de yoduro de metilo con agua en ocasiones produce la corrosión de un metal usado para la columna de destilación, (ii) puesto que la reacción es una reacción de equilibrio, la adición de metanol a la columna de destilación inhibe la producción de yoduro de hidrógeno y luego la corrosión del metal, y (iii) puesto que el metanol es un componente de punto de ebullición menor y la temperatura azeotrópica del yoduro de hidrógeno y el agua es de 127°C, se añade preferiblemente metanol al fondo o en las proximidades del mismo de la columna de destilación. Además, el documento da a conocer en los ejemplos que, en la etapa 3b, se añade metanol en 10 veces en moles la concentración de ion yoduro en una columna de destilación de 80 platos a 10 g/h a una fase gaseosa de fondo en la columna de destilación, y se continúa la destilación a 82°C, y por consiguiente la concentración del ion yoduro en la columna de destilación de múltiples fases no era de más de 1 ppm; y esa adición de una cantidad predeterminada de metanol a la mezcla líquida como disolución modelo que contiene yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno reduciría la concentración del ion yoduro.

Sin embargo, en el procedimiento descrito en el documento se usa una mezcla líquida que contiene sólo yoduro de metilo, agua y yoduro de hidrógeno como disolución modelo, y no se investiga el efecto del metanol añadido a la disolución modelo que contiene ácido acético y acetato de metilo. Además, la alimentación de metanol aproximadamente de 0,1 a 55 veces en moles la cantidad del ion yoduro es insuficiente para disminuir la concentración de ácido en una disolución de proceso real que contiene no sólo yoduro de hidrógeno, sino también ácido acético o acetato de metilo y que tiene una composición complicada. Además, según el procedimiento descrito en el documento, puesto que el metanol se añade a la fase gaseosa de fondo, es difícil inhibir eficazmente la corrosión de toda la columna de destilación. Por tanto, el procedimiento no es eficaz.

55 Documentos de la técnica relacionada

Documentos de patente

Documento de patente 1: JP-3581725B (reivindicaciones)

Documento de patente 2: WO2008/016502 (reivindicaciones, página 4, líneas 22 a 28, de página 5, línea 30 a página 7, línea 12, y ejemplos)

Documento de patente 3: JP-2007-526308A (reivindicaciones 1 y 4)

Documento de patente 4: JP-2000-72712A (reivindicaciones, párrafos n.ºs [0028] y [0029] y ejemplos)

Documento de patente 5: WO 2005/087698 A1

Sumario de la invención

5 Problemas que van a resolverse mediante la invención

Por tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para producir ácido acético a la vez que se inhibe (o se impide) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (particularmente, yoduro de hidrógeno y ácido acético) en una columna de destilación de acetaldehído.

10 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético, inhibiendo (o impidiendo) el procedimiento la corrosión de una columna de destilación de acetaldehído.

Todavía otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético, separando el procedimiento eficazmente acetaldehído incluso usando una columna de destilación de acetaldehído compuesta por un material económico.

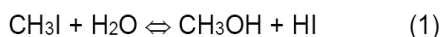
15 Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir de manera estable ácido acético (ácido acético con alta pureza) a la vez que se retira eficazmente acetaldehído.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir ácido acético a la vez que se recircula yoduro de metilo como catalizador con alta eficacia.

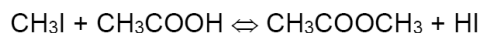
Medios para resolver los problemas

20 Los inventores de la presente invención investigaron un método para reducir la concentración de yoduro de hidrógeno en una columna de destilación de acetaldehído con respecto a un procedimiento que comprende someter el metanol a una reacción de carbonilación con un sistema de catalizador que contiene un catalizador de metal, una sal de haluro y yoduro de metilo, separar una corriente que contiene un ácido acético producto del componente volátil resultante, y retirar acetaldehído del componente de punto de ebullición menor (producto de cabeza) resultante que contiene yoduro de metilo y acetaldehído mediante destilación (y recoger eficazmente además un
25 componente útil tal como yoduro de metilo para recircular el componente útil al sistema de reacción); y encontraron que la concentración de yoduro de hidrógeno no puede reducirse suficientemente mediante la simple adición de metanol a la columna de destilación de acetaldehído, lo que se realiza según sólo la concentración del ion yoduro tal como se describe en el documento JP-2000-72712A.

30 Específicamente, según el documento JP-2000-72712A, puede disminuirse el yoduro de hidrógeno añadiendo metanol considerando la siguiente reacción de equilibrio (1) en la que está implicada yoduro de hidrógeno:



35 Sin embargo, puesto que el producto de cabeza contiene ácido acético, acetato de metilo y agua además de yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno, se produce una pluralidad de reacciones de equilibrio incluyendo las siguientes reacciones en las que participa metanol, además de la reacción (1). Por tanto, el sistema de reacción es altamente complicado.



40 Por consiguiente, en el sistema que contiene ácido acético, acetato de metilo, etc., es difícil reducir la concentración de yoduro de hidrógeno aunque simplemente se detecte la reacción (1). Además, no sólo el yoduro de hidrógeno sino también el ácido acético es también un componente ácido, y es preferible disminuir el ácido acético ya que el ácido acético es un factor causante de la corrosión de la columna de destilación de acetaldehído. Desde los puntos de vista de la reducción de la concentración de yoduro de hidrógeno (adicionalmente, la reducción la concentración de ácido acético) y una recogida eficaz de yoduro de metilo, se encuentra además que no basta con considerar sólo la reacción (1). Además, el uso de una gran cantidad de metanol no sólo requiere una gran columna de destilación de acetaldehído, sino que también reduce significativamente la eficacia del procedimiento debido a una gran
45 cantidad de una disolución de proceso que va a destilarse.

Por consiguiente, los inventores de la presente invención realizaron estudios exhaustivos para lograr los objetos anteriores y finalmente encontraron que, en una columna de destilación de acetaldehído, la destilación de una disolución de proceso que comprende un producto de cabeza que contiene ácido acético y acetato de metilo además de yoduro de metilo, acetaldehído y yoduro de hidrógeno y una cantidad específica de metanol y/o dimetil

éter añadido al producto de cabeza inhibe o impide eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (adicionalmente, en la concentración de ácido acético) en la columna de destilación de acetaldehído; que se impide o se inhibe la corrosión de la columna de destilación de acetaldehído, y el uso de un material económico para la columna de destilación de acetaldehído reduce el coste del procedimiento de producción de ácido acético; y que la separación de acetaldehído (y la recogida de yoduro de metilo) se realiza eficazmente a la vez que se inhibe un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (y de ácido acético). La presente invención se logró basándose en los hallazgos anteriores.

Es decir, el procedimiento de la presente invención incluye un procedimiento para producir ácido acético, comprendiendo el procedimiento una etapa de reacción para permitir de manera continua que reaccione metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que comprende un catalizador de metal, una sal de haluro y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación; una etapa de evaporación instantánea para alimentar de manera continua un aparato de evaporación instantánea con una mezcla de reacción desde el reactor para separar un componente volátil (2A) que contiene ácido acético producto, acetato de metilo, yoduro de metilo y agua, y un componente poco volátil (2B) que contiene el catalizador de metal y la sal de haluro; una etapa de recogida de ácido acético para alimentar una columna de destilación con el componente volátil (2A), y separar un producto de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, agua, acetaldehído subproducto y yoduro de hidrógeno, y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético; y una etapa de separación de acetaldehído para alimentar una columna de destilación de acetaldehído (columna de retirada o columna de separación) con el producto de cabeza condensado (3A) (parte o todo el producto de cabeza (3A)) y destilar un objeto líquido que va a tratarse que contiene el producto de cabeza (3A) (o un componente condensado o condensado en el producto de cabeza (3A)) para separar un componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición mayor (4B); en el que, en la etapa de separación de acetaldehído, el objeto líquido que contiene al menos una fuente de metanol seleccionada del grupo que consiste en metanol y dimetil éter en una concentración del 2 al 25% en peso se somete a destilación, y en el que la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en el objeto líquido no es de menos de 70 mol en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno.

En el procedimiento, en el objeto líquido, la proporción de yoduro de metilo puede ser aproximadamente del 1 al 98% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 95% en peso), la proporción de acetato de metilo puede ser aproximadamente del 0,5 al 50% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 30% en peso), la proporción de ácido acético puede ser aproximadamente del 0,2 al 50% en peso, la proporción de agua puede ser aproximadamente del 0,1 al 90% en peso, y la proporción de yoduro de hidrógeno puede ser aproximadamente de 1 a 1000 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 300 ppm) partiendo de una base en peso.

En el procedimiento, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ser del 2 al 25% en peso. Además, en el procedimiento, en el objeto líquido, la concentración de ácido acético puede ser aproximadamente del 0,3 al 50% en peso, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) puede ser aproximadamente del 0,1 al 40 mol en relación con 1 mol de una cantidad total de ácido acético y yoduro de hidrógeno. Además, en el procedimiento, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en el objeto líquido puede ser de no menos de 80 mol (por ejemplo, no menos de 200 mol) en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno. De manera representativa, en el procedimiento, en el objeto líquido, la concentración de ácido acético puede ser aproximadamente del 0,5 al 50% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 40% en peso), la concentración de yoduro de hidrógeno puede ser aproximadamente de 5 a 1000 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 5 a 200 ppm), la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) puede ser aproximadamente de 1 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 5 mol) en relación con 1 mol de una cantidad total de ácido acético y yoduro de hidrógeno.

En el procedimiento de la presente invención, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ajustarse con la condición de reacción o la cantidad de alimentación de antemano. La concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido se ajusta habitualmente añadiendo o mezclando la fuente de metanol y/o acetato de metilo al producto de cabeza (3A) dentro o fuera de la columna de destilación de acetaldehído (por ejemplo, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido se ajusta a del 2 al 25% en peso). Por otro lado, aunque el acetato de metilo no es una fuente de metanol, el acetato de metilo puede producir metanol mediante equilibrio químico. Por tanto, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ajustarse mediante la adición de acetato de metilo. De manera representativa, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ajustarse añadiendo o mezclando la fuente de metanol y/o acetato de metilo de la manera (A) y/o la manera (B) siguientes:

(A) la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) antes de alimentar el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación de acetaldehído [es decir, la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) antes de alimentar a la columna de destilación de acetaldehído],

(B) en la columna de destilación de acetaldehído, la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) en el mismo nivel de altura (o la misma posición, por ejemplo, en la columna de destilación, el mismo plato) que el nivel de altura (o una posición o un plato) en el que se alimenta el producto de

cabeza (3A) o en un nivel de altura (por ejemplo, en la columna de destilación, un plato) superior que el nivel de altura (por ejemplo, en la columna de destilación, un plato) en el que se alimenta el producto de cabeza (3A).

En la manera (A), una temperatura de una mezcla que contiene el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo puede regularse a de 20 a 100°C, y un tiempo desde cuando se mezclan el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo hasta cuando se alimenta la mezcla a la columna de destilación de acetaldehído puede regularse a no menos de 5 segundos; y la concentración de la fuente de metanol puede ajustarse al menos de la manera (A). De manera representativa, en la manera (A), una temperatura de una mezcla que contiene el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo puede regularse a de 30 a 85°C, y un tiempo desde cuando se mezclan el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo hasta cuando se alimenta la mezcla a la columna de destilación de acetaldehído puede regularse a no menos de 10 segundos; y la concentración de la fuente de metanol puede ajustarse al menos de la manera (A). La alimentación de la columna de destilación de acetaldehído con el producto de cabeza (3A) al que se añade la fuente de metanol y/o acetato de metilo en una condición de este tipo puede inhibir eficazmente además el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído.

Según el procedimiento de la presente invención, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse directamente a la etapa de separación de acetaldehído (o columna de destilación de acetaldehído), y el producto de cabeza (3A) puede mantenerse (o retenerse) habitualmente en un decantador y luego descargarse para alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído. Es decir, el procedimiento de la presente invención puede comprender además una etapa de condensación para contener temporalmente el producto de cabeza (3A) en un decantador (o recipiente de almacenamiento) con condensación, y descargar el producto de cabeza (3A) del decantador. El producto de cabeza (3A) descargado del decantador en la etapa de condensación puede alimentarse a la columna de destilación de acetaldehído. Cuando el procedimiento comprende la etapa de condensación, en la manera (A) la fuente de metanol habitualmente se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) en un momento desde cuando el producto de cabeza (3A) se descarga del decantador hasta cuando el producto de cabeza (3A) se alimenta a la columna de destilación de acetaldehído.

En la etapa de condensación, la cantidad que va a contenerse del producto de cabeza (3A) puede ajustarse o controlarse basándose en una velocidad de flujo fluctuante (o cambiante o variable) del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador. Es decir, según el procedimiento de producción de ácido acético, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador fluctúa significativamente a lo largo de todo el procedimiento. Un control de este tipo de la velocidad de flujo permite que el procedimiento se realice de manera estable y eficaz. Por tanto, combinación de un procedimiento este tipo con el ajuste de la concentración de la fuente de metanol garantiza eficazmente tanto el funcionamiento estable del procedimiento como la inhibición de un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído. Con respecto a la fluctuación (o cambio o variación), por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del componente de punto de ebullición menor (3A) que va a alimentarse al decantador es de 100 en lo que se refiere al volumen de líquido, la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición menor (3A) que va a alimentarse al decantador puede ser aproximadamente de 80 a 120 a lo largo de todo el procedimiento.

Un método concreto para ajustar (o controlar) la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse incluye, por ejemplo, (1) un método en el que el producto de cabeza (3A) se descarga de modo que la fluctuación de la cantidad o nivel de líquido del producto de cabeza (3A) que va a contenerse en el decantador puede inhibirse (o mantenerse sustancialmente constante) y/o (2) un método en el que se usa un decantador que tiene una función de compensación como decantador para aliviar (o disipar) la fluctuación de la cantidad del producto de cabeza (3A) alimentado dentro del decantador.

Según el método (1), por ejemplo, en la etapa de condensación, suponiendo que el nivel de líquido promedio (o cantidad promedio) y/o nivel de superficie de contacto del producto de cabeza (3A) contenido en el decantador es de 100, el nivel de líquido (o cantidad promedio) y/o el nivel de superficie de contacto del producto de cabeza (3A) contenido en el decantador puede ajustarse (específicamente, el producto de cabeza (3A) puede descargarse para ajustar el nivel de líquido) a aproximadamente de 95 a 105 a lo largo de todo el procedimiento. El nivel de líquido significa un nivel de altura de la superficie de contacto del producto de cabeza condensado (3A) con gas (fase gaseosa) en el decantador. Cuando el producto de cabeza (3A) se separa en dos fases (fase superior y fase inferior), el nivel de superficie de contacto significa un nivel de altura del límite entre dos fases (o un nivel de altura de la fase inferior). Por tanto, el concepto del nivel de superficie de contacto se usa para el producto de cabeza condensado separado en capas (separado en fases) (3A).

Además, según el método de ajuste (2), en la etapa de condensación, puede usarse un decantador que tiene una función de compensación como decantador. En particular, el tiempo de retención (o tiempo de contención) del producto de cabeza (3A) en un decantador de este tipo puede regularse para que sea de no menos de 6 minutos. El uso del decantador que permite un tiempo de retención suficiente de este tipo puede aliviar eficazmente la fluctuación del producto de cabeza (3A) en el decantador.

Según la presente invención, con el fin de llevar a cabo todo el procedimiento de manera estable, en la etapa de condensación, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse puede ajustarse o controlarse

habitualmente basándose en la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador, y adicionalmente puede ajustarse la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído. Específicamente, en la etapa de condensación, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído puede ajustarse para que sea constante o casi constante (o para que se mantenga sustancialmente constante) [por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) es de 100, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído puede ajustarse a de 95 a 105 a lo largo de todo el procedimiento].

Los ejemplos representativos del método para ajustar o controlar la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído (o columna de destilación de acetaldehído) incluyen al menos uno seleccionado de los métodos (a), (b) y (c) siguientes: (a) un método para hacer circular parte del producto de cabeza (3A) descargado del decantador a una etapa diferente de la etapa de separación de acetaldehído [por ejemplo, al menos una seleccionada del grupo que consiste en la etapa del sistema de reacción (etapa de reacción o reactor) y de recogida de ácido acético (o columna de destilación), particularmente al menos la etapa del sistema de reacción (o reactor) o de reacción]; (b) un método para alimentar la etapa de separación de acetaldehído con el producto de cabeza (3A) descargado del decantador a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación; y (c) un método para ajustar la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a descargarse del decantador para que se mantenga constante (o casi constante, por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) que va a descargarse del decantador es de 100, la cantidad del componente de punto de ebullición menor (3A) que va a descargarse del decantador a lo largo de todo el procedimiento se ajusta a de 95 a 105).

Para el método (a), en la etapa de condensación, la cantidad (o velocidad de flujo) del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído puede ajustarse haciendo circular parte del producto de cabeza (3A) descargado del decantador a una etapa diferente de la etapa de separación de acetaldehído. En el método (a), puede hacerse circular no menos del 20% (por ejemplo, aproximadamente del 20 al 90%) de la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador, en particular, puede hacerse circular aproximadamente del 40 al 90% de la velocidad de flujo promedio. Además, en el método (a), el producto de cabeza (3A) puede separarse en una capa superior y una capa inferior en el decantador, y pueden hacerse circular la capa superior y la capa inferior.

Para el método (b), el tiempo de retención del producto de cabeza (3A) en el recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación puede ser de no menos de 1 minuto (por ejemplo, no menos de 2 minutos). Además, en el método (b), el tiempo total del tiempo de retención del producto de cabeza (3A) en el decantador y el tiempo de retención del producto de cabeza (3A) en el recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación puede ser de no menos de 3 minutos (por ejemplo, no menos de 4 minutos).

Para el método (c), normalmente, se usa un decantador que tiene una función de compensación como decantador, y el tiempo de retención del producto de cabeza (3A) en el decantador puede ser de no menos de 3 minutos.

Los métodos (a) a (c) pueden llevarse a cabo solos o en combinación (por ejemplo, al menos el método (a) o el método (b)).

Según la presente invención, no sólo se logra eficazmente la retirada de acetaldehído sino también la recogida (recirculación) de yoduro de metilo. Por ejemplo, la presente invención puede comprender además una etapa de recirculación para alimentar la columna de destilación de acetaldehído con el producto de cabeza (3A), separando un componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición mayor (4B) que contiene yoduro de metilo mediante destilación, para recircular el componente de punto de ebullición mayor (4B) como una disolución separada (o una disolución) [por ejemplo, para recircular el componente a una etapa del sistema de reacción (o etapa de reacción o reactor) para la separación de acetaldehído (por ejemplo, al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en el sistema de reacción (etapa de reacción o reactor), la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación) y la columna de retirada de acetaldehído; particularmente al menos el etapa de reacción o reactor)].

Además, según la presente invención, en la etapa de recirculación, puede recircularse la disolución separada a la vez que se reduce la fluctuación de la velocidad de flujo de la disolución separada. Específicamente, en la etapa de recirculación, puede recircularse la disolución separada a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación.

El componente de punto de ebullición menor (4A) en ocasiones contiene yoduro de metilo debido a separación insuficiente. Por tanto, según la presente invención, cuando el componente de punto de ebullición menor (4A) contiene yoduro de metilo, en la etapa de recirculación puede recircularse yoduro de metilo recogido del componente de punto de ebullición menor (4A) [recircularse a una etapa desde el sistema de reacción hasta la separación de acetaldehído, por ejemplo, recircularse a al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en el sistema de reacción (etapa de reacción o reactor), la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación) y la columna de destilación de acetaldehído].

En el procedimiento de la presente invención, el material de (o para la formación de) la columna de destilación de acetaldehído puede comprender una aleación [por ejemplo, una aleación a base de níquel, una aleación a base de hierro (por ejemplo, un acero inoxidable y una aleación bifásica a base de hierro (tal como un acero inoxidable bifásico))]. La presente invención logra la inhibición de la corrosión, e incluso puede usarse preferiblemente una columna de destilación de acetaldehído compuesta por un material relativamente corrosivo de este tipo.

Por otro lado, a lo largo de esta descripción, el término “objeto líquido que va a tratarse” (u “objeto líquido”) significa una disolución de proceso antes de destilarse en la columna de destilación de acetaldehído a menos que se indique otra cosa. A lo largo de la descripción, el total de la(s) proporción (proporciones) de cualquier componente que sale en el mismo sistema de mezcla (tal como el objeto líquido que va a tratarse) es de no más del 100% en peso; y las proporciones de todos los componentes son del 100% en peso en total.

Efectos de la invención

Según el procedimiento de la presente invención, puede producirse ácido acético a la vez que se inhibe (o se impide) eficazmente un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (en particular, yoduro de hidrógeno y ácido acético) en la columna de destilación de acetaldehído. Además, según el procedimiento de la presente invención, puede inhibirse (o impedirse) la corrosión de la columna de destilación de acetaldehído. Además, según el procedimiento de la presente invención, puede retirarse eficazmente acetaldehído aunque la columna de destilación de acetaldehído no esté compuesta por un material de alta calidad que tenga una alta resistencia a la corrosión. Por tanto, según el procedimiento de la presente invención, puede separarse eficazmente acetaldehído aunque se use una columna de destilación de acetaldehído compuesta por un material económico o de baja calidad. Por tanto, la presente invención permite el uso de un material económico o de baja calidad para obtener la columna de destilación de acetaldehído, de modo que puede reducirse eficazmente el coste del procedimiento de producción de ácido acético.

Además, según la presente invención, puede producirse de manera estable ácido acético (ácido acético con alta pureza) a la vez que se inhibe un aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído ajustando la cantidad del producto de cabeza que va a almacenarse en el decantador en respuesta a la fluctuación de la cantidad de alimentación del producto de cabeza que contiene yoduro de metilo y acetaldehído, así como a la vez que se retira eficazmente acetaldehído.

Además, según la presente invención, puesto que puede separarse acetaldehído del producto de cabeza de manera eficaz y fiable, puede producirse ácido acético a la vez que se recircula eficazmente el catalizador yoduro de metilo separado del producto de cabeza.

Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 es un diagrama para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según una realización de la presente invención.

[Figura 2] La figura 2 es un diagrama para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según otra realización de la presente invención.

Descripción de realizaciones

A continuación en el presente documento, se explicará la presente invención en detalle con referencia a los dibujos. La figura 1 es un diagrama (un diagrama de flujo, un dibujo de procedimiento esquemático o un dibujo de disposición en planta esquemático) para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según una realización de la presente invención.

La realización de la figura 1 muestra un procedimiento (o aparato) continuo para producir ácido acético a partir de un medio de reacción (o mezcla de reacción) líquido generado mediante una reacción de carbonilación continua de metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que comprende un catalizador de rodio como catalizador de metal y un cocatalizador [yoduro de litio como sal de haluro y yoduro de metilo], así como ácido acético, acetato de metilo y una cantidad finita de agua.

El procedimiento (o aparato de producción) comprende un reactor (sistema de reacción) 1 para llevar a cabo la reacción de carbonilación de metanol; un aparato de evaporación instantánea 2 para separar un componente volátil o fase volátil (2A) que contiene ácido acético producto, yoduro de metilo, acetato de metilo y agua, y un componente poco volátil o fase poco volátil (2B) que contiene el catalizador de rodio y yoduro de litio de un medio de reacción líquido (o una mezcla de reacción o una disolución de reacción) que contiene ácido acético generado mediante la reacción; una columna de separación 3 para separar un producto de cabeza (un primer producto de cabeza) (3A) que contiene yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, agua, acetaldehído subproducto, yoduro de hidrógeno, etc., una corriente o fase de ácido acético (3B) que contiene ácido acético como corriente lateral, y una corriente de punto de ebullición mayor o componente de punto de ebullición mayor (3C) que contiene ácido acético, agua, ácido propiónico, etc., del componente volátil (2A) alimentado al aparato de evaporación instantánea 2; un decantador 4 para contener o almacenar temporalmente el producto de cabeza condensado (3A); un tanque

compensador 5 para almacenar (o retener) temporalmente el producto de cabeza (3A) alimentado o descargado del decantador 4; una columna de destilación de acetaldehído (columna de separación o columna de retirada) 6 para separar el producto de cabeza (3A) alimentado o descargado del decantador 4 o el tanque compensador 5 en un componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído y yoduro de metilo y un componente de punto de ebullición mayor (4B) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, ácido acético, etc.; un tanque compensador 7 para almacenar (o retener) temporalmente el componente de punto de ebullición mayor (4B) separado en la columna de destilación 6; un aparato de extracción o extractor 8 para separar acetaldehído del componente de punto de ebullición menor (4A) mediante extracción para recircular yoduro de metilo; conducciones 51 y 52 para alimentar metanol y/o dimetil éter; diversas conducciones para alimentar o hacer circular cada componente a ese aparato.

A continuación en el presente documento, se explicará en más detalle el procedimiento mostrado en la figura 1.

Al reactor 1, se alimenta de manera continua metanol como componente líquido a una velocidad predeterminada, y se alimenta de manera continua monóxido de carbono como reactivo gaseoso. Además, al reactor 1, puede alimentarse una mezcla de catalizador (mezcla de catalizador líquida) que contiene un sistema de catalizador de carbonilación [un sistema de catalizador que comprende un componente de catalizador de metal principal (por ejemplo, un catalizador de rodio) y un cocatalizador (por ejemplo, yoduro de litio y yoduro de metilo)] y agua. Además, se alimenta una corriente (por ejemplo, en forma de líquido) que contiene componente(s) de punto de ebullición menor o componente(s) de punto de ebullición mayor procedentes de la(s) etapa(s) subsiguiente(s) al reactor 1 a través de una conducción 13 y/o una conducción 40.

Entonces, dentro del reactor 1, un sistema de reacción en fase líquida que contiene el reactivo y el componente de punto de ebullición mayor tal como el componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio y yoduro de litio) está en equilibrio con un sistema en fase de vapor que comprende monóxido de carbono, subproductos mediante la reacción (hidrógeno, metano, dióxido de carbono), y un componente vaporizado de punto de ebullición menor (por ejemplo, yoduro de metilo, ácido acético como producto y acetato de metilo), y avanza una reacción de carbonilación de metanol. Con el fin de mantener constante la presión interna del reactor 1 (por ejemplo, presión de reacción, presión parcial de monóxido de carbono, presión parcial de hidrógeno, presión parcial de metano y presión parcial de nitrógeno) puede retirarse vapor y descargarse de la parte de arriba del reactor 1. Además, la retirada de vapor del reactor 1 puede enfriarse mediante un intercambiador de calor para dar un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, etc.) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, etc.). El componente líquido resultante puede recircularse al reactor 1 (no mostrado) y el componente gaseoso resultante (gas residual) puede descargarse.

Si es necesario, puede alimentarse hidrógeno al reactor 1 con el fin de aumentar la actividad catalítica. El hidrógeno puede alimentarse junto con monóxido de carbono o puede alimentarse por separado. Además, puesto que el sistema de reacción es un sistema de reacción exotérmica que acompaña a la generación de calor, el reactor 1 puede estar equipado con una unidad de eliminación de calor (o eliminación térmica) o una unidad de enfriamiento (por ejemplo, una camisa) para controlar una temperatura de reacción.

Los componentes contenidos en la mezcla de reacción (disolución de reacción en bruto) generados en el reactor 1 pueden incluir ácido acético, un componente de punto de ebullición menor o impureza de punto de ebullición menor que tiene un punto de ebullición menor que el del ácido acético (por ejemplo, yoduro de metilo como cocatalizador, acetato de metilo como producto de reacción de ácido acético con metanol, agua y acetaldehído, un yoduro superior (tal como yoduro de hexilo) como subproductos), y un componente de punto de ebullición mayor o impureza de punto de ebullición mayor que tiene un punto de ebullición mayor que el del ácido acético [por ejemplo, un componente de catalizador de metal (por ejemplo, un catalizador de rodio), yoduro de litio como cocatalizador, ácido propiónico y agua].

Con el fin de separar principalmente el componente de punto de ebullición mayor (tal como el componente de catalizador de metal) de la mezcla de reacción, parte de la mezcla de reacción se retira de manera continua del reactor 1 y se introduce o se alimenta en el aparato de evaporación instantánea (columna de destilación o columna de separación de catalizador) 2 a través de una conducción de alimentación 11.

La cantidad de la mezcla de reacción que va a alimentarse desde el reactor 1 al aparato de evaporación instantánea 2 no es constante y fluctúa (o varía) en el procedimiento continuo debido a la fluctuación de presión producida mediante el burbujeo de monóxido de carbono que va a alimentarse a la fase líquida, etc. Por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea 2 es de 100, la velocidad de flujo (o caudal, a continuación en el presente documento, se aplica lo mismo en la velocidad de flujo) de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea 2 es aproximadamente de 98 a 102 a lo largo de todo el procedimiento. Tal como se describe más adelante, para un procedimiento cerrado, la fluctuación de la cantidad de alimentación afecta a la(s) etapa(s) subsiguiente(s) y en ocasiones puede ser un factor que produce una fluctuación de la cantidad de alimentación del producto de cabeza que va a alimentarse al decantador.

En el aparato de evaporación instantánea (columna de destilación instantánea) 2, de la mezcla de reacción, se

separan un componente poco volátil (2B) (que contiene principalmente el componente de catalizador de metal tal como el catalizador de rodio o yoduro de litio, etc.) y una corriente de punto de ebullición menor o componente volátil (2A) (que contiene principalmente ácido acético que es un producto y también funciona como disolvente de reacción, acetato de metilo, yoduro de metilo, agua, acetaldehído, etc.), y el componente poco volátil (2B) se retira del fondo del aparato de evaporación instantánea a través de una conducción de fondo 13 y se recircula al reactor 1, y el componente volátil (2A) (corriente de ácido acético) se retira de la parte de arriba o parte superior de la columna del aparato de evaporación instantánea 2 a través de una conducción de alimentación 12 y se alimenta o se introduce en la columna de separación (o columna de destilación) 3. Por otro lado, el componente poco volátil (2B) también contiene el catalizador de metal (el catalizador de rodio) y la sal de haluro (yoduro de litio), y además componentes que permanecen sin evaporación (por ejemplo, yoduro de metilo, acetato de metilo, agua, y una pequeña cantidad de ácido acético). La proporción en volumen del componente volátil (2A) que va a separarse en el aparato de evaporación instantánea 2 es aproximadamente del 20 al 40% en toda la mezcla de reacción.

Puede retirarse calor de parte del componente de punto de ebullición menor (2A) y recircularse al reactor. En una realización de la figura 1, parte del componente vaporizado de punto de ebullición menor (2A) (por ejemplo, aproximadamente del 10 al 30% en volumen) se alimenta a un recipiente de almacenamiento (tanque de contención) y/o al intercambiador de calor 9 a través de una conducción 12a y se condensa mediante eliminación de calor, y se recircula al reactor 1 a través de una conducción 12b. De esta manera, la eliminación de calor de parte del componente de punto de ebullición menor (2A) y la circulación del componente al reactor permiten que se reduzca el tamaño (o se miniaturice) de un aparato tal como una columna de destilación (por ejemplo, una columna de separación) incluso para una planta de gran tamaño. Por tanto, puede producirse ácido acético con una alta pureza y un alto rendimiento en un equipo de ahorro de recursos y ahorro de energía.

La cantidad (cantidad de alimentación) del componente volátil (2A) que va a alimentarse desde el aparato de evaporación instantánea 2 a la columna de separación 3 también fluctúa en el procedimiento continuo con la fluctuación de la cantidad (cantidad de alimentación) de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea 2. Por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio de componente volátil (2A) que va a alimentarse a la columna de separación 3 es de 100, la velocidad de flujo del componente volátil (2A) que va a alimentarse a la columna de separación 3 es aproximadamente de 98 a 102 a lo largo de todo el procedimiento.

En la columna de separación 3, habitualmente, se separa un producto de cabeza (o componente de punto de ebullición menor) (3A) (que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, acetaldehído, agua, ácido acético, yoduro de hidrógeno, etc.) de la parte de arriba de la columna o parte superior de la columna a través de una conducción de retirada 14, y se separa (o se retira) una corriente de punto de ebullición mayor o componente de punto de ebullición mayor (3C) (un componente que contiene agua, ácido propiónico, etc.) del fondo o parte inferior de la columna a través de una conducción de fondo 16. El componente separado de punto de ebullición mayor (3C) puede descargarse a través de una conducción 16, o puede recircularse parcialmente o en su totalidad al reactor 1 a través de una conducción 40. Se recoge una corriente lateral o fase de corriente de ácido acético (3B) (corriente de ácido acético) que contiene principalmente ácido acético de la columna de separación 3 a través de una conducción de alimentación 15 mediante corte lateral. Por otro lado, la corriente (3B) que contiene ácido acético recogida mediante corte lateral puede alimentarse habitualmente a otra columna de destilación (no mostrada) a través de la conducción 15 y entonces destilarse para purificación (no mostrado). La proporción del producto de cabeza (3A) separado en la columna de separación 3 es aproximadamente del 35 al 50% en peso en todo el componente volátil (2A). Tal como se describe más adelante, cuando se hace circular o se recircula una disolución de proceso desde la(s) etapa(s) subsiguiente(s) a la columna de separación 3, la cantidad total del componente que va a alimentarse desde el aparato de evaporación instantánea 2 y el componente recirculado desde la(s) etapa(s) subsiguiente(s) se somete a destilación en la columna de separación 3 para separar el producto de cabeza (3A).

La cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse desde la columna de separación 3 al decantador 4 resulta afectada por la fluctuación de la cantidad de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea 2 y la fluctuación de la cantidad del componente volátil (2A) que va a alimentarse desde el aparato de evaporación instantánea 2 a la columna de separación 3, y fluctúa en el procedimiento continuo. Por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4 es de 100, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4 es aproximadamente 90 a 110 a lo largo de todo el procedimiento (es decir, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) fluctúa dentro del intervalo de aproximadamente el 0 a \pm el 10% en volumen). El producto de cabeza (3A) se alimenta al decantador 4 con una fluctuación relativamente grande de este tipo.

El producto de cabeza (3A) separado a través de la conducción 14 se condensa, se alimenta de manera continua al decantador (recipiente de almacenamiento) 4, y se mantiene (se almacena) temporalmente en el decantador 4. Dentro del decantador 4, el producto de cabeza condensado (3A) se separa en una capa superior y una capa inferior; la capa superior (capa acuosa o fase acuosa) contiene principalmente agua, ácido acético, acetato de metilo, etc. y la capa inferior (capa orgánica o fase orgánica) contiene principalmente yoduro de metilo, acetato de metilo, etc. Ambas capas contienen acetaldehído, yoduro de metilo y yoduro de hidrógeno. La capa superior (capa acuosa) contiene una cantidad mayor de acetaldehído en comparación con la capa inferior. En muchos casos, el yoduro de hidrógeno está contenido principalmente en la capa superior. En el producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4, la razón en volumen de la capa superior (o componente de capa superior) en relación

con la capa inferior (o componente de capa inferior) [el primero/el segundo] es, por ejemplo, aproximadamente de 0,5/1 a 1,5/1 (por ejemplo, aproximadamente de 0,7/1 a 1,3/1). La fluctuación de la cantidad de alimentación en la capa superior y la capa inferior está dentro del mismo intervalo que se mencionó anteriormente.

5 El producto de cabeza (3A) mantenido en el decantador 4 se alimenta a la columna de destilación de acetaldehído 6 a través de una conducción de alimentación 17 y/o una conducción de alimentación 18. En la realización de la figura 1, se restringe significativamente la fluctuación del almacenamiento del producto de cabeza (3A) que va a contenerse en el decantador 4 (o la fluctuación del nivel de líquido) haciendo circular (o recirculando) parte del producto de cabeza (3A) al sistema de reacción u otros a través de una conducción 17a (subconducción 17a) ramificada a partir de la conducción 17 o una conducción 18a (subconducción 18a) ramificada a partir de la
10 conducción 18 basándose en la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4.

Es decir, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse de manera continua al decantador 4 (por ejemplo, la cantidad que va a alimentarse por unidad de tiempo) no es constante en la reacción continua, y tal como se describió anteriormente, la cantidad fluctúa a través de la reacción de carbonilación, la destilación instantánea y la recirculación del yoduro de metilo (por ejemplo, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse por
15 unidad de tiempo aumenta o disminuye). Por consiguiente, la alimentación directa del producto de cabeza (3A) al decantador 4 produce una gran fluctuación del nivel de líquido del producto de cabeza (3A) condensado y almacenado en el decantador 4, y, en ocasiones no puede hacerse funcionar el procedimiento dependiendo de la fluctuación. Con el fin de aliviar (o reducir) la fluctuación, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse del
20 decantador 4 a la columna de destilación de acetaldehído 6 a una velocidad de flujo suficiente para aliviar la fluctuación de la velocidad de flujo. Sin embargo, una alimentación de este tipo produce un procedimiento insuficiente en la columna de destilación de aldehído 6.

Entonces, en la realización de la figura 1, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse en el decantador 4 se ajusta o se controla recirculando parte del producto de cabeza (3A) a una etapa (en la realización de la figura 1, el reactor 1 y/o la columna de separación 3) diferente de la etapa de separación de acetaldehído sin
25 alimentación del decantador 4 a la columna de destilación 6 basándose en la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4.

Específicamente, en la realización de la figura 1, el producto de cabeza (3A) se descarga de la capa superior y la
30 capa inferior en el decantador 4 a través de la conducción 17 y la conducción 18, respectivamente. La velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a descargarse del decantador 4 se regula de modo que cada uno de los niveles de líquido de la capa superior y la capa inferior puede ser constante (o casi constante) incluso bajo la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador 4. Es decir, el decantador 4 está dotado de sensores de nivel de líquido para detectar la fluctuación del nivel de líquido (no mostrados), y uno de los sensores detecta la fluctuación del nivel de líquido de la capa superior y el otro detecta la
35 de la capa inferior. La cantidad del producto de cabeza (3A) que va a descargarse de la capa superior y la capa inferior en el decantador 4 se regula basándose en la información del nivel de líquido detectada por los sensores de modo que pueden mantenerse los niveles de líquido predeterminados de estas capas. Más específicamente, basándose en la información obtenida por los sensores de nivel de líquido, cuando la velocidad de flujo que va a alimentarse al decantador es grande, aumenta la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a descargarse para impedir que se eleve el nivel de líquido; cuando la velocidad de flujo que va a alimentarse al
40 decantador es pequeña, disminuye la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a descargarse. De este modo, el nivel de líquido (o nivel de líquido de la capa superior) del producto de cabeza (3A) en el decantador 4 (el nivel de líquido de la capa superior y el de la capa inferior) se mantiene constante o casi constante ajustando (controlando) la velocidad de flujo a lo largo de todo el procedimiento [por ejemplo, suponiendo que el nivel de líquido promedio es de 100, cada uno del nivel de líquido de la capa superior y el de la capa inferior se regula (o se
45 ajusta) a aproximadamente de 99 a 101 a lo largo de todo el procedimiento, es decir, la fluctuación del nivel de líquido se ajusta a como mucho aproximadamente el 1% en todo el procedimiento].

Además, una parte del producto de cabeza (3A) descargado a través de la conducción 17 y la conducción 18 se
50 alimenta a una conducción 19 a través de la conducción 17b y la conducción 18b. La velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 se ajusta (se controla) para mantenerse constante o casi constante ajustando la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a hacerse circular a través de la conducción 17a y/o la conducción 18a. Es decir, en la realización de la figura 1, tal como se describió anteriormente, la cantidad del producto de cabeza (3A) descargada de cada una de la capa superior y la capa inferior en el decantador 4 fluctúa de modo que el nivel de líquido en el decantador 4 puede ser constante o casi constante. Cambiando la cantidad del
55 producto de cabeza (3A) que va a hacerse circular a través de la conducción 17a y/o la conducción 18a en respuesta a la fluctuación, se regula la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 para evitar (o casi evitar) que fluctúe [por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 es de 100 en lo que se refiere al volumen de líquido, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) se regula (o se ajusta) a aproximadamente de 98 a 102 a lo
60 largo de todo el procedimiento, es decir, la fluctuación de la velocidad de flujo se ajusta a como mucho aproximadamente el 2% en todo el procedimiento]. Por otro lado, en la realización de la figura 1, la fluctuación de la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición menor (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 puede

controlarse principalmente haciendo fluctuar la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a hacerse circular, y adicionalmente puede controlarse además regulando el tiempo de retención del producto de cabeza (3A) en el decantador 4.

5 Es suficiente con que la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 se regule fluctuando la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a hacerse circular a la conducción 17a y/o la conducción 18a. Siempre que no se produzca una gran fluctuación de la velocidad de flujo que va a alimentarse a la conducción 19, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a hacerse circular a la conducción 17a o la conducción 18a puede mantenerse constante (en otras palabras, la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 17b o la conducción 18b puede fluctuar).

10 Además, en la realización de la figura 1, el producto de cabeza (3A) se descarga a través de la conducción 17 y la conducción 18. La velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 puede regularse descargando el producto de cabeza (3A) a través de sólo una de las conducciones 17 y 18 y haciendo circular parte del producto de cabeza (3A). Además, sin referencia a la capa superior y la capa inferior, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse o descargarse a través de una sola conducción.

15 El producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 17a puede alimentarse a una conducción 30 a través de una conducción 17a1 y hacerse circular a la columna de separación 3, puede alimentarse a una conducción 40 a través de una conducción 17a2 y recircularse (o devolverse) al reactor 1, o puede recircularse a través de ambas conducciones 17a1 y 17a2. Además, el producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 18a se alimenta a la conducción 40 y se recircula al reactor 1.

20 Puesto que la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la conducción 19 se inhibe significativamente tal como se describió anteriormente, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse directamente a la columna de destilación 6. En la realización de la figura 1, con el fin de aliviar adicionalmente (o reducir) la fluctuación de la velocidad de flujo, el producto de cabeza (3A) se alimenta a la columna de destilación 6 a través de un recipiente de almacenamiento (tanque compensador) 5 que tiene una función de compensación. Es decir, el producto de cabeza (3A) alimentado a la conducción 19 se alimenta al tanque compensador 5 y luego se alimenta a la columna de destilación 6 a través de una conducción 20. Reteniendo temporalmente el producto de cabeza (3A) en el tanque compensador 5 de este modo, aunque se mantenga constante (o casi constante) la cantidad que va a alimentarse desde el tanque compensador 5 a la conducción 20, puede aliviarse (o reducirse) eficazmente la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) alimentado desde la conducción 19 en el tanque compensador 5.

30 Al producto de cabeza (3A) que va a someterse a destilación en la columna de destilación 6, se le añade o se mezcla una cantidad predeterminada de una fuente de metanol (metanol y/o dimetil éter) a través de una conducción 51 y/o una conducción 52. Es decir, la cantidad predeterminada de la fuente de metanol (metanol y/o dimetil éter) puede añadirse o mezclarse en la conducción 19 a través de la conducción 51. Específicamente, el producto de cabeza (3A), que contiene ácido acético, acetato de metilo, agua y yoduro de hidrógeno además de yoduro de metilo y acetaldehído, se alimenta en forma de una mezcla (objeto líquido que va a tratarse, disolución de proceso) que contiene la fuente de metanol al tanque compensador 5 y entonces a la columna de destilación 6 a través de la conducción 20. En la realización de la figura 1, la fuente de metanol se añade en la conducción 19 antes de alimentarse al tanque compensador 5. La fuente de metanol puede añadirse en la conducción 20 a través de la conducción 51 justo antes de alimentarse a la columna de destilación 6.

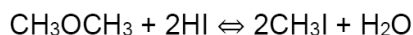
35 Además, la fuente de metanol se alimenta a través de la conducción 52 en el mismo plato (o nivel de altura o posición) que un plato (o nivel de altura o posición) en el que se alimenta el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación 6 a través de la conducción 20 o en un plato (o nivel de altura o posición) superior en relación con ese plato (o nivel de altura o posición); y puede someterse a destilación una mezcla que contiene la fuente de metanol y el producto de cabeza (3A). La alimentación de la fuente de metanol a la columna de destilación 6 en tal posición relativa también puede inhibir de manera fiable el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (y de ácido acético) en el plato (o nivel de altura o posición) que alimenta el producto de cabeza (3A) o en un plato (o nivel de altura o posición) superior del mismo. Por tanto, también puede inhibirse eficazmente la corrosión de toda la columna de destilación 6.

45 A la conducción 51 y/o a la conducción 52, puede añadirse acetato de metilo en lugar de la fuente de metanol o puede añadirse junto con la fuente de metanol.

50 Considerando la concentración de la fuente de metanol en la columna de destilación 6, puede regularse la cantidad de la fuente de metanol (y/o acetato de metilo; se aplica lo mismo en otras) que va a añadirse en cada una de la conducción 51 y/o la conducción 52, de modo que la fuente de metanol puede tener una concentración predeterminada en una proporción apropiada.

55 La mezcla, que contiene el producto de cabeza (3A), alimentada a la columna de destilación 6 se separa en una corriente de punto de ebullición menor o componente de punto de ebullición menor (o un segundo producto de cabeza) (4A) y una corriente de punto de ebullición mayor o componente de punto de ebullición mayor (4B) en la

columna de destilación 6 mediante destilación; en la que la corriente de punto de ebullición menor (4A) contiene una pequeña cantidad de yoduro de metilo, monóxido de carbono, hidrógeno, etc., además de acetaldehído, y la corriente de punto de ebullición mayor (4B) contiene acetato de metilo, agua, etc., además de yoduro de metilo. El aumento en las concentraciones de yoduro de hidrógeno y ácido acético en la columna de destilación 6 se inhibe significativamente por la destilación del producto de cabeza (3A) junto con la fuente de metanol. Debido a la adición de dimetil éter, el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno parece inhibirse en asociación con una pluralidad de reacciones incluyendo la siguiente reacción.



El componente separado de punto de ebullición menor (4A) se alimenta desde la parte de arriba o parte superior de la columna a un aparato de extracción de acetaldehído (columna de extracción de agua) 8 a través de una conducción (conducción de descarga) 21, y se extrae acetaldehído del componente de punto de ebullición menor (4A) usando agua. El acetaldehído extraído (disolución acuosa de aldehído) se descarga a través de una conducción 21b. Por otro lado, parte del componente de punto de ebullición menor (4A) puede devolverse a la columna de destilación 6 a través de una conducción 21a. Además, el refinado que contiene una pequeña cantidad de yoduro de metilo, etc., puede descargarse del sistema. En la realización de la figura 1, el refinado descargado a través de una conducción 24 se alimenta a la columna de destilación 6 a través de una conducción 24a, y/o se alimenta a una conducción 40 a través de una conducción 24b que va a recircularse al reactor 1. De esta manera, la destilación o la recirculación del refinado pueden mejorar adicionalmente el porcentaje de recuperación de yoduro de metilo.

Además, el componente separado de punto de ebullición mayor (4B) se alimenta como una disolución separada (fracción de fondo o fracción de fondo de la columna) a través de una conducción 22 a una conducción 40, que conduce al reactor 1 o a la columna de separación 3. De esta manera, el componente útil que contiene yoduro de metilo se hace circular (o se recircula) al sistema de reacción, etc. El componente de punto de ebullición mayor (4B) puede alimentarse directamente a la conducción 40 a través de la conducción 22. En la realización de la figura 1, el componente de punto de ebullición mayor (4B) se alimenta al tanque compensador 7 y luego a la conducción 40 a través de una conducción 23. Es decir, aunque se inhibe la fluctuación de la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición mayor (4B) que va a alimentarse a través de la conducción 22 con la velocidad de flujo altamente controlada del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la columna de destilación 6 tal como se describió anteriormente, la recirculación del refinado tras la extracción del acetaldehído mencionada anteriormente, y otros factores producen en ocasiones la fluctuación de la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición mayor (4B). Sin embargo, aunque la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición mayor (4B) fluctúa, la retención temporal del componente de punto de ebullición mayor (4B) que va a alimentarse a través de la conducción 22 en el tanque compensador 7 permite que se alivie la fluctuación en el tanque compensador 7. Por tanto, el componente de punto de ebullición mayor (4B) puede alimentarse a la conducción 40 a la vez que se mantiene constante (o casi constante) la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición mayor (4B) que va a alimentarse a la conducción 23. Por tanto, puede inhibirse (o reducirse) la fluctuación de la velocidad de flujo del componente de punto de ebullición mayor (4B) que va a recircularse.

El componente de punto de ebullición mayor (4B) alimentado a la conducción 40 puede recircularse parcialmente o en su totalidad a la columna de separación 3 a través de una conducción 40a. El componente de punto de ebullición mayor (4B) alimentado a la conducción 40a puede alimentarse parcialmente o en su totalidad a la columna de destilación 6 a través de una conducción 40a1 siempre que pueda garantizarse un funcionamiento estable de la columna de destilación 6.

La figura 2 es un diagrama para explicar un procedimiento de producción (o aparato de producción) de ácido acético según otra realización de la presente invención. El procedimiento (o aparato) de la figura 2 es igual que el de la figura 1 excepto en que se usa un decantador 4A que tiene una función de compensación en lugar del decantador 4 en la figura 1 y en que el producto de cabeza (3A) se alimenta directamente a la columna de destilación 6 a través de la conducción 17.

Es decir, como la realización de la figura 1, habitualmente, el decantador no puede aliviar completamente la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse desde la columna de separación 3. En cambio, en una realización de la figura 2, se usa el decantador 4A que tiene una gran capacidad suficiente para aliviar (reducir) la fluctuación de la velocidad de flujo, y la velocidad de flujo que va a descargarse a la conducción 17 puede mantenerse constante o casi constante aliviando la fluctuación de la velocidad de flujo dentro del decantador 4A (por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a través de la conducción 14 es de 100 en lo que se refiere al volumen de líquido, puede regularse (o ajustarse) la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a descargarse o alimentarse a la conducción 17 a lo largo de todo el procedimiento a aproximadamente de 98,5 a 101,5, es decir, la fluctuación de la velocidad de flujo puede ajustarse a como mucho aproximadamente el 1,5%).

En la realización de la figura 2, el producto de cabeza (3A) se alimenta como la capa superior a la columna de destilación 6 a través de la conducción 17. El producto de cabeza (3A) puede alimentarse como la capa inferior a través de la conducción 18 tal como se muestra en la realización de la figura 1, o puede alimentarse a través tanto de la conducción 17 como de la conducción 18 (no mostrada). Además, sin referencia a la capa superior y la capa

inferior, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse a través de una sola conducción.

(Etapa de reacción)

5 En la etapa de reacción (etapa de reacción de carbonilación), se carbonila metanol con monóxido de carbono en presencia del sistema de catalizador. Por otro lado, puede alimentarse metanol nuevo al sistema de reacción de manera directa o indirecta, o puede recircularse metanol y/o un derivado del mismo de diversas etapas de destilación y alimentarse al sistema de reacción.

10 El sistema de catalizador puede comprender habitualmente un catalizador de metal, un cocatalizador y un acelerador. Los ejemplos del catalizador de metal pueden incluir un catalizador de metal de transición, en particular, un catalizador de metal que contiene un metal del grupo 8 de la tabla periódica (por ejemplo, un catalizador de cobalto, un catalizador de rodio y un catalizador de iridio). El catalizador puede ser un metal como sustancia simple o puede usarse en forma de un óxido de metal (incluyendo un óxido de metal complejo), un hidróxido, un haluro (por ejemplo, un cloruro, un bromuro y un yoduro), un carboxilato (por ejemplo, un acetato), una sal de un ácido inorgánico (por ejemplo, un sulfato, un nitrato y un fosfato), un complejo, etc. Estos catalizadores de metal pueden usarse solos o en combinación. El catalizador de metal preferido incluye un catalizador de rodio y un catalizador de iridio (particularmente, un catalizador de rodio).

15 Además, se prefiere usar el catalizador de metal en forma que puede disolverse en una disolución de reacción. Por otro lado, puesto que el rodio habitualmente existe como complejo en la disolución de reacción, la forma del catalizador de rodio no se limita particularmente a una específica siempre que el catalizador pueda cambiar a un complejo en la disolución de reacción, y que pueda usarse en diversas formas. Como catalizador de rodio de este tipo, se prefiere particularmente un complejo de yoduro de rodio [por ejemplo, RhI_3 , $[RhI_2(CO)_4]^-$ y $[Rh(CO)_2I_2]^-$], un complejo de carbonilo de rodio o similar. Además, el catalizador puede estabilizarse en la disolución de reacción mediante la adición de una sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro) y/o agua.

20 La concentración del catalizador de metal es, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 5000 ppm (partiendo de una base en peso, lo mismo se aplica a continuación en el presente documento), de manera preferible aproximadamente de 100 a 4000 ppm, de manera más preferible aproximadamente de 200 a 3000 ppm, y de manera particular aproximadamente de 300 a 2000 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 500 a 1500 ppm) en toda la fase líquida en el reactor.

25 Como cocatalizador o acelerador contenido en el sistema de catalizador, se usa una sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro). La sal de yoduro se añade con el fin de estabilizar el catalizador de rodio e inhibir reacciones secundarias, particularmente, con un contenido en agua bajo. La sal de yoduro no se limita particularmente a una específica siempre que la sal de yoduro produzca un ion yoduro en la disolución de reacción. La sal de yoduro puede incluir, por ejemplo, un haluro de metal [por ejemplo, un yoduro de metal tal como un yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio, yoduro de sodio, yoduro de potasio, yoduro de rubidio y yoduro de cesio), un yoduro de metal alcalinotérreo (por ejemplo, yoduro de berilio, yoduro de magnesio y yoduro de calcio), o un yoduro de metal del grupo 3B de la tabla periódica (por ejemplo, yoduro de boro y yoduro de aluminio), un bromuro correspondiente al yoduro y un cloruro correspondiente al yoduro], un haluro orgánico [por ejemplo, un yoduro orgánico tal como una sal de fosfonio de un yoduro (un yoduro de fosfonio) (por ejemplo, una sal con tributilfosfina y trifenilfosfina) o una sal de amonio de un yoduro (un yoduro de amonio) (por ejemplo, una sal de amina terciaria, un compuesto de piridina, un compuesto de imidazol, un compuesto de imida o similar con un yoduro), un bromuro correspondiente al yoduro y un cloruro correspondiente al yoduro]. Por otro lado, el yoduro de metal alcalino (por ejemplo, yoduro de litio) también funciona como estabilizador para el catalizador de carbonilación (por ejemplo, un catalizador de rodio). Estas sales de haluro pueden usarse solas o en combinación. Entre estas sales de haluro, se prefiere un yoduro de metal alcalino (tal como yoduro de litio).

30 En el sistema de reacción (mezcla de reacción líquida) en el reactor, la concentración de la sal de haluro (por ejemplo, una sal de yoduro) es, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 25% en peso, de manera preferible aproximadamente del 2 al 22% en peso, y de manera más preferible aproximadamente del 3 al 20% en peso en toda la fase líquida en el reactor. Además, la concentración del ion yoduro en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 0,07 a 2,5 mol/litro y de manera preferible aproximadamente de 0,25 a 1,5 mol/litro.

35 Como acelerador contenido en el sistema de catalizador, se utiliza un yoduro de alquilo (por ejemplo, un yoduro de alquilo C_{1-4} tal como yoduro de metilo, yoduro de etilo o yoduro de propilo), particularmente yoduro de metilo. Puesto que la reacción se promueve a concentraciones superiores del acelerador, puede seleccionarse de manera adecuada una concentración ventajosa económicamente considerando la recuperación del acelerador, el tamaño de planta de una etapa para hacer circular el acelerador recuperado al reactor, la cantidad de energía necesaria para la recuperación o circulación, etc. En el sistema de reacción, la concentración del yoduro de alquilo (particularmente yoduro de metilo) es, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 20% en peso, de manera preferible aproximadamente del 5 al 20% en peso y de manera más preferible aproximadamente del 6 al 16% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 8 al 14% en peso) en toda la fase líquida en el reactor.

La reacción es una reacción continua, y la disolución de reacción contiene acetato de metilo. La proporción de

acetato de metilo puede ser aproximadamente del 0,1 al 30% en peso, de manera preferible aproximadamente del 0,3 al 20% en peso, y de manera más preferible aproximadamente del 0,5 al 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 6% en peso) en toda la disolución de reacción.

5 El monóxido de carbono que va a alimentarse al sistema de reacción puede usarse como gas puro o puede usarse como gas diluido con un gas inactivo (por ejemplo, nitrógeno, helio y dióxido de carbono). Además, el(los) componente(s) del gas de escape que contiene monóxido de carbono obtenidos de la(s) etapa(s) subsiguiente(s) puede(n) recircularse al sistema de reacción. La presión parcial de monóxido de carbono en el reactor puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 2 a 30 atmósferas y de manera preferible aproximadamente de 4 a 15 atmósferas.

10 En la reacción de carbonilación, se forma (o se genera) hidrógeno mediante una reacción de desplazamiento entre monóxido de carbono y agua. Puede alimentarse hidrógeno al sistema de reacción. El hidrógeno puede alimentarse como un gas mixto con monóxido de carbono como material de partida al sistema de reacción. Además, el hidrógeno puede alimentarse al sistema de reacción recirculando el(los) componente(s) gaseoso(s) (incluyendo hidrógeno, monóxido de carbono, etc.) de escape en la(s) etapa(s) de destilación subsiguiente(s) (columna de destilación), si es necesario tras purificar de manera adecuada el(los) componente(s) gaseoso(s). La presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 250 kPa, de manera preferible aproximadamente de 1 a 200 kPa y de manera más preferible aproximadamente de 5 a 150 kPa (por ejemplo, aproximadamente de 10 a 100 kPa) en lo que se refiere a presión absoluta.

20 La presión parcial de monóxido de carbono o la presión parcial de hidrógeno en el sistema de reacción puede ajustarse, por ejemplo, ajustando de manera adecuada la cantidad del monóxido de carbono y el hidrógeno alimentados y/o recirculados al sistema de reacción, la cantidad de sustancias de partida (por ejemplo, metanol) alimentadas al sistema de reacción, la temperatura de reacción, la presión de reacción, etc.

25 En la reacción de carbonilación, la temperatura de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 150 a 250°C, de manera preferible aproximadamente de 160 a 230°C, y de manera más preferible aproximadamente de 180 a 220°C. Además, la presión de reacción (presión total del reactor), incluyendo presiones parciales de subproductos, puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 15 a 40 atmósferas.

30 La reacción puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. El disolvente de reacción no se limita a uno específico siempre que la reactividad, o la eficacia de separación o purificación no disminuya, y puede usarse una variedad de disolventes. En casos habituales, puede utilizarse como disolvente de manera práctica ácido acético como producto. Es decir, en la disolución de reacción, el componente principal restante puede ser ácido acético, que es un producto de reacción y sirve como disolvente de reacción.

35 La concentración de agua en el sistema de reacción no se limita a una específica, y puede ser una concentración baja. La concentración de agua en el sistema de reacción es, por ejemplo, de no más del 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 12% en peso), preferiblemente no más del 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 8% en peso), y de manera más preferible aproximadamente del 0,1 al 5% en peso y puede ser habitualmente aproximadamente del 1 al 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 2 al 10% en peso) en toda la fase líquida del sistema de reacción. La solubilidad del monóxido de carbono en la disolución alimentada al aparato de evaporación instantánea se disminuye llevando a cabo la reacción a la vez que se mantiene una concentración especificada de cada componente [particularmente, una sal de yoduro (yoduro de litio) y agua] en el sistema de reacción, y puede reducirse la pérdida de monóxido de carbono.

40 En la reacción de carbonilación anterior, la producción de ácido acético va acompañada por la producción de un éster del ácido acético producido con metanol (acetato de metilo), agua generada con la reacción de esterificación, adicionalmente acetaldehído, ácido propiónico, etc.

45 Por otro lado, puesto que se separa acetaldehído mediante la etapa de separación de acetaldehído mencionada a continuación, la concentración de acetaldehído en el reactor se mantiene reducida y es relativamente baja a pesar de la reacción continua. Por ejemplo, la concentración de acetaldehído en el reactor (o sistema de reacción) puede ser, partiendo de una base en peso, de no más de 1000 ppm (por ejemplo, de 0 o límite de detección a 700 ppm) y preferiblemente no más del 400 ppm (por ejemplo, de 5 a 300 ppm) en la fase líquida en el reactor a lo largo de todo el procedimiento.

50 Además, dentro del reactor, también se producen subproductos derivados de acetaldehído (por ejemplo, crotonaldehído, que es una sustancia reductora, producida por condensación aldólica de acetaldehído; 2-etilcrotonaldehído producido por condensación aldólica de acetaldehído y crotonaldehído hidrogenado; y yoduro de hexilo producido a través de condensación aldólica de tres moléculas de acetaldehído, hidrogenación y yodación). Según la presente invención, puesto que también se inhibe la fluctuación de la concentración de acetaldehído en el reactor, la combinación de la inhibición y la baja concentración de acetaldehído mencionadas anteriormente puede disminuir significativamente los subproductos derivados de acetaldehído. Es decir, estos subproductos se producen a menudo en proporción a de la segunda a la tercera potencia de la concentración de acetaldehído, y la fluctuación y la concentración de acetaldehído inhibidas (o disminuidas) puede inducir eficazmente inhibición de formación de

55

subproductos.

El rendimiento de espacio-tiempo del ácido acético objetivo en el sistema de reacción puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 mol/lh a 50 mol/lh, de manera preferible aproximadamente de 8 mol/lh a 40 mol/lh, y de manera más preferible aproximadamente de 10 mol/lh a 30 mol/lh.

- 5 El componente de vapor puede retirarse de la parte de arriba del reactor a efectos de controlar la presión del reactor, etc., y el componente de vapor retirado puede enfriarse con un condensador, un intercambiador de calor u otros medios para retirar parte del calor de reacción. El componente de vapor enfriado puede separarse para dar un componente líquido (que contiene ácido acético, acetato de metilo, yoduro de metilo, acetaldehído, agua, etc.) y un componente gaseoso (que contiene monóxido de carbono, hidrógeno, etc.), y el componente líquido puede recircularse al reactor.

10

(Etapa de evaporación instantánea)

En la etapa de destilación instantánea (aparato de evaporación instantánea), de la mezcla de reacción alimentada desde la etapa de reacción o el reactor al aparato de evaporación instantánea (evaporador o columna de destilación instantánea), se separa un componente poco volátil o fase poco volátil (2B) que contiene al menos un componente de catalizador de punto de ebullición mayor (un componente de catalizador de metal, por ejemplo, un catalizador de rodio y una sal de haluro) como un líquido (componente), y se separa un componente volátil o fase volátil (2A) que contiene ácido acético y yoduro de metilo como vapor (componente).

15

Tal como se describió anteriormente, la cantidad de alimentación de la mezcla de reacción al aparato de evaporación instantánea fluctúa. Con respecto al grado de la fluctuación, suponiendo que la velocidad de flujo promedio (en lo que se refiere al volumen de líquido; lo mismo se aplica en otros a menos que se indique otra cosa) de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea es de 100, la velocidad de flujo de la mezcla de reacción que va a alimentarse al aparato de evaporación instantánea es aproximadamente de 90 a 110 (por ejemplo, aproximadamente de 93 a 107), de manera preferible aproximadamente de 95 a 105 (por ejemplo, aproximadamente de 97 a 103), y de manera más preferible aproximadamente de 98 a 102 (por ejemplo, aproximadamente de 98,5 a 101,5) a lo largo de todo el procedimiento.

20

25

La separación (destilación instantánea) del componente de catalizador de metal puede realizarse mediante un método de separación convencional o un aparato de separación convencional, y puede llevarse a cabo habitualmente con el uso de una columna de destilación instantánea. Además, el componente de catalizador de metal puede separarse por medio de destilación instantánea en combinación con método de recogida de niebla o un método de recogida de sólidos que se usa ampliamente en la aplicación industrial.

30

En la etapa de evaporación instantánea, la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor (o corriente vaporizada) y el componente líquido (o corriente de líquido) con o sin calentamiento. Por ejemplo, en la evaporación instantánea adiabática, la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido sin calentamiento y con presión reducida, y en la evaporación instantánea termostática, la mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido con calentamiento (y presión reducida). La mezcla de reacción puede separarse para dar el componente de vapor y el componente líquido combinando estas condiciones de evaporación instantánea. Estas etapas de destilación instantánea pueden llevarse a cabo, por ejemplo, a una temperatura aproximadamente de 80 a 200°C a una presión (presión absoluta) aproximadamente de 50 a 1.000 kPa (por ejemplo, aproximadamente de 100 a 1.000 kPa), de manera preferible aproximadamente de 100 a 500 kPa, y de manera más preferible aproximadamente de 100 a 300 kPa.

35

40

La etapa de separación de la mezcla de catalizador líquida puede componerse de una sola etapa, o puede componerse de una pluralidad de etapas en combinación. La mezcla de catalizador líquida o componente de catalizador de punto de ebullición mayor (componente de catalizador de metal) separada mediante etapa(s) de este tipo puede recircularse habitualmente al sistema de reacción, tal como se muestra en la realización de la figura.

45

Además, parte del componente volátil (2A) puede recircularse al reactor o al sistema de reacción, tal como se describió anteriormente. Puede eliminarse calor del componente volátil (2A) que va a recircularse y condensarse mediante un método adecuado que va a recircularse al reactor. La proporción del componente volátil (2A) que va a recircularse puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 50% en volumen (por ejemplo, aproximadamente del 5 al 45% en volumen), de manera preferible aproximadamente del 10 al 40% en volumen, de manera más preferible aproximadamente del 10 al 30% en volumen.

50

El componente separado volátil (2A) contiene ácido acético producto, además, yoduro de hidrógeno, un cocatalizador (tal como yoduro de metilo), acetato de metilo, agua, subproducto(s) (por ejemplo, un aldehído tal como acetaldehído y ácido propiónico) y otros, y se alimenta a una columna de destilación para recoger ácido acético. La proporción del componente volátil (2A) que va a alimentarse a la etapa de recogida de ácido acético en toda la mezcla de reacción puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 5 al 50% en peso, de manera preferible aproximadamente del 8 al 40% en peso, y de manera más preferible aproximadamente del 10 al 35% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 12 al 30% en peso).

55

(Etapa de recogida de ácido acético)

En la etapa de recogida de ácido acético, el componente volátil (2A) se alimenta a la columna de destilación (columna de separación) y se separa en un producto de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, acetaldehído subproducto y yoduro de hidrógeno y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético. Específicamente, en la columna de destilación, el producto de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, ácido acético, acetaldehído, yoduro de hidrógeno, agua, etc., se separa como un vapor del componente volátil (2A) (corriente de ácido acético) alimentado desde el aparato de evaporación instantánea; y se retira la corriente de líquido (3B) (corriente de corte lateral, corriente lateral) que contiene ácido acético. La corriente de líquido (3B) que contiene ácido acético puede retirarse mediante corte lateral o puede retirarse del fondo de la columna de destilación. Por otro lado, en la columna de destilación, puede separarse un componente de punto de ebullición mayor (3C) que contiene agua, ácido propiónico, un componente de catalizador de metal arrastrado, la sal de haluro, etc. El componente de punto de ebullición mayor (3C) puede retirarse (descargarse) del fondo de la columna de destilación. Puesto que el componente de punto de ebullición mayor (3C) contiene un componente útil tal como el componente de catalizador de metal o ácido acético que permanece sin evaporarse, el componente (3C) puede recircularse al reactor (o etapa de reacción), a la etapa de evaporación instantánea (o columna de destilación), o a otras como la realización de la figura. Por otro lado, antes de la recirculación, puede eliminarse el ácido propiónico, que deteriora la calidad del ácido acético como producto final. La corriente de ácido acético (disolución de ácido acético en bruto) habitualmente se deshidrata en la siguiente columna de destilación y entonces se introduce en una columna de purificación de ácido acético para separar componentes de punto de ebullición mayor y menor mediante destilación para dar ácido acético producto.

Además, tal como se describe más adelante, el componente de punto de ebullición mayor (3C) que va a recircularse puede recircularse al sistema de reacción o a otros a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación.

Tal como se describió anteriormente, la cantidad del componente de punto de ebullición menor (2A) que va a alimentarse a la columna de destilación también resulta afectada por la fluctuación de la cantidad alimentada desde el reactor y fluctúa en muchos casos. Con respecto al grado de la fluctuación, por ejemplo, suponiendo que la velocidad de flujo promedio del componente volátil (2A) que va a alimentarse a la columna de destilación es de 100, la velocidad de flujo del componente volátil (2A) que va a alimentarse a la columna de destilación (2A) es aproximadamente de 90 a 110 (por ejemplo, aproximadamente de 93 a 107), de manera preferible aproximadamente de 95 a 105 (por ejemplo, aproximadamente de 97 a 103), y de manera más preferible aproximadamente de 98 a 102 (por ejemplo, aproximadamente de 98,5 a 101,5) a lo largo de todo el procedimiento.

En la columna de destilación (columna de separación), la posición de un orificio de alimentación para alimentar el componente de punto de ebullición menor (2A) no se limita particularmente a una específica. Por ejemplo, la posición del orificio de alimentación puede estar en una parte superior, una parte media o una parte inferior de la columna de destilación. Además, en la columna de destilación, el componente de punto de ebullición menor (2A) puede alimentarse en una posición superior o en una posición inferior en relación con un orificio de corriente lateral para el corte lateral de la corriente de ácido acético. Además, la posición del orificio de corriente lateral para el corte lateral de la corriente de ácido acético puede estar en una parte superior, una parte media o una parte inferior de la columna de destilación, y habitualmente, la posición del orificio de corriente lateral está preferiblemente en una parte media o una parte inferior de la columna de destilación.

Como columna de destilación, puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno, y una columna de destilación instantánea. Habitualmente puede emplearse una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno. Por otro lado, el material de (o para formar) la columna de destilación no se limita a uno específico y puede usarse vidrio, metal, cerámica u otros. En casos habituales, puede usarse de manera práctica una columna de destilación compuesta por un metal.

La temperatura y la presión de destilación en la primera columna de destilación pueden seleccionarse de manera adecuada dependiendo de condiciones tales como la especie de la columna de destilación, o del objeto (objetivo) principal que va a retirarse seleccionado del componente de punto de ebullición menor y el componente de punto de ebullición mayor. Por ejemplo, en la columna de destilación, la temperatura interna de la columna (habitualmente, la temperatura de la parte de arriba de la columna) puede ajustarse ajustando la presión interna de la columna, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 20 a 180°C, de manera preferible aproximadamente de 50 a 150°C, y de manera más preferible aproximadamente de 100 a 140°C.

Además, para la columna de platos, el número de platos teóricos no se limita particularmente a uno específico, y, dependiendo de la especie del componente que va a separarse, es aproximadamente de 5 a 50, de manera preferible aproximadamente de 7 a 35, y de manera más preferible aproximadamente de 8 a 30. Además, con el fin de separar acetaldehído de manera elevada (o con alta precisión) en la columna de destilación, el número de platos teóricos puede ser aproximadamente de 10 a 80, de manera preferible de 12 a 60 y de manera más preferible de 15 a 40. Además, en la columna de destilación, la razón de reflujo puede seleccionarse, por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 3.000, y de manera preferible aproximadamente de 0,8 a 2.000 dependiendo del número de platos teóricos mencionados anteriormente, o puede reducirse aumentando el número de platos teóricos.

El producto de cabeza separado (3A) contiene de manera práctica yoduro de metilo, acetaldehído, yoduro de hidrógeno, y además ácido acético, acetato de metilo, agua, etc. La proporción del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de condensación (o decantador) o la etapa de retirada de acetaldehído (o columna de retirada de acetaldehído) puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 5 al 70% en volumen, de manera preferible aproximadamente del 10 al 65% en volumen, y de manera más preferible aproximadamente del 12 al 60% en volumen (por ejemplo, aproximadamente del 15 al 50% en volumen) en todo el componente volátil (2A).

(Etapa de condensación y descarga)

Según el procedimiento de la presente invención, el producto de cabeza (3A) puede alimentarse directamente a la etapa de separación de acetaldehído (4) (o columna de destilación de acetaldehído). El producto de cabeza (3A) puede condensarse habitualmente y luego alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído. Normalmente, el procedimiento de la presente invención puede comprender además una etapa de condensación y descarga para contener temporalmente el producto de cabeza (3A) en un decantador (o recipiente de almacenamiento) y descargar el producto de cabeza (3A) del decantador (la etapa puede denominarse simplemente una etapa de condensación o similar).

En la etapa de condensación, el componente separado de punto de ebullición menor (3A) se mantiene (o se almacena) temporalmente en el decantador (o recipiente de almacenamiento) a la vez que se condensa, y luego se descarga para someterse a al menos la etapa de separación de acetaldehído. En particular, según la presente invención, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse (o la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a descargarse) en la etapa de condensación y descarga puede regularse (o controlarse) a lo largo de todo el procedimiento basándose en la fluctuación de la velocidad de flujo del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador.

Es decir, tal como se describió anteriormente, la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador a menudo fluctúa ampliamente a través de una serie de etapas. Con el fin de aliviar la fluctuación de la velocidad de flujo, puede ajustarse la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse en el decantador.

Los ejemplos concretos del método para ajustar (o controlar) la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a contenerse pueden incluir (1) un método en el que el producto de cabeza (3A) se descarga de modo que puede reducirse la fluctuación de la cantidad o el nivel de líquido del producto de cabeza (3A) que va a contenerse en el decantador (por ejemplo, un método mostrado en la figura 1) y (2) un método en el que se usa un decantador que tiene una función de compensación como decantador para aliviar la fluctuación de la cantidad de alimentación del producto de cabeza (3A) en el decantador (por ejemplo, un método mostrado en la figura 2). Estos métodos pueden combinarse.

El producto de cabeza (3A) descargado del decantador se alimenta a la etapa de separación de acetaldehído (o columna de destilación de acetaldehído). Cuando el producto de cabeza (3A) se alimenta directamente sin ajuste de la velocidad de flujo, en ocasiones se inhibe la separación estabilizada de acetaldehído bajo la influencia de la fluctuación de la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse al decantador. Por tanto, según la presente invención, puede ajustarse la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído (la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol). Tal como se describe más adelante, cuando se mezclan el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y luego se alimentan a la etapa de separación de acetaldehído, estrictamente hablando, en ocasiones se ajusta la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol. Sin embargo, puesto que la cantidad de alimentación de la fuente de metanol se fija (o se mantiene constante) fácilmente, la fluctuación controlada de la cantidad del producto de cabeza (3A) conduce a la fluctuación controlada de la cantidad del objeto líquido que va a alimentarse a la columna de destilación de acetaldehído. Por tanto, también de esta manera, basta con ajustar la cantidad del producto de cabeza (3A). Por tanto, incluso en el caso en que se ajusta la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol, el total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol se denomina en ocasiones el producto de cabeza (3A).

El método para ajustar o controlar la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la etapa de separación de acetaldehído puede incluir, por ejemplo, (a) un método para hacer circular parte del producto de cabeza (3A) (o la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol) descargado del decantador a una etapa diferente de la etapa de separación de acetaldehído (particularmente, al menos la etapa de reacción o reactor) (por ejemplo, la realización mostrada en la figura 1), (b) un método para alimentar la etapa de separación de acetaldehído con el producto de cabeza (3A) (o la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol) descargado del decantador a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación (por ejemplo, la realización mostrada en la figura 1), y (c) un método para ajustar la cantidad del producto de cabeza (3A) que va a descargarse del decantador (o la cantidad total del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol) para mantenerla constante (o casi constante) (por ejemplo, la realización mostrada en la figura 2). Estos métodos pueden combinarse.

(Objeto líquido que va a tratarse (u objeto líquido) que va a someterse a etapa de separación de acetaldehído)

Tal como se describe más adelante, en la etapa de separación de acetaldehído (o columna de destilación de acetaldehído), el objeto líquido que va a tratarse (u objeto líquido) que contiene el producto de cabeza (3A) se somete a destilación. En la presente invención, el objeto líquido que va a someterse a la destilación contiene una concentración predeterminada de la fuente de metanol. La destilación del objeto líquido bajo la condición permite que se inhiba eficazmente el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (y de ácido acético) en la columna de destilación de acetaldehído.

Basta con que el objeto líquido contenga al menos el producto de cabeza (3A) (tal como se describió anteriormente, parte del producto de cabeza (3A) cuando se hace circular el producto de cabeza (3A)). Tal como se describe más adelante, la fuente de metanol puede añadirse al producto de cabeza (3A). El objeto líquido puede contener un componente líquido que se ha hecho circular o recircular tras la etapa de separación de acetaldehído (por ejemplo, un componente de punto de ebullición menor (4A), un componente de punto de ebullición menor (4A) tras retirar el acetaldehído, y un componente de punto de ebullición mayor (4B)), etc.

Habitualmente, el objeto líquido comprende principalmente el producto de cabeza (3A) y contiene una variedad de componentes tales como yoduro de metilo y acetato de metilo, además de acetaldehído y ácido acético.

La concentración de yoduro de metilo en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 1 al 98% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 95% en peso), de manera preferible aproximadamente del 1,5 al 95% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 10 al 90% en peso), y de manera más preferible aproximadamente del 20 al 80% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 30 al 70% en peso). Además, la concentración de yoduro de metilo puede ser, por ejemplo, aproximadamente de no menos del 60% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 70 al 98% en peso), preferiblemente no menos del 70% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 80 al 97% en peso), y más preferiblemente no menos del 85% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 87 al 95% en peso). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de yoduro de metilo está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Además, la concentración del yoduro de metilo puede ser, por ejemplo, de no más del 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 15% en peso), preferiblemente no más del 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 10% en peso), y más preferiblemente no más del 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 6% en peso). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de yoduro de metilo está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Por otro lado, en lo que se refiere a la inhibición de la corrosión, es preferible que la concentración del componente (por ejemplo, yoduro de metilo) que produce yoduro de hidrógeno en una reacción de equilibrio en la columna de destilación de acetaldehído sea baja.

La concentración de acetato de metilo en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo del 0,5 al 50% en peso, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 25% en peso), de manera preferible aproximadamente del 2 al 25% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 3 al 20% en peso), y de manera más preferible aproximadamente del 3 al 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 4 al 10% en peso). Además, la concentración de acetato de metilo puede ser, por ejemplo, de no más del 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 25% en peso), preferiblemente no más del 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 18% en peso), y más preferiblemente de no más del 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 3 al 13% en peso). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de acetato de metilo está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Además, la concentración de acetato de metilo puede ser, por ejemplo, de no más del 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 15% en peso), preferiblemente no más del 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 10% en peso), y más preferiblemente no más del 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 8% en peso). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de acetato de metilo está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

La concentración de ácido acético en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo del 0,1 al 50% en peso (por ejemplo, del 0,2 al 50% en peso y preferiblemente del 0,3 al 50% en peso), y puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,2 al 40% en peso, de manera preferible aproximadamente del 0,5 al 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,8 al 25% en peso), y de manera más preferible aproximadamente del 1 al 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 3 al 15% en peso). Además, la concentración de ácido acético puede ser, por ejemplo, de no más del 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 15% en peso), preferiblemente no más del 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,3 al 8% en peso), y más preferiblemente no más del 8% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 5% en peso). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de ácido acético está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Además, la concentración de ácido acético puede ser, por ejemplo, de no más del 50% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 45% en peso), preferiblemente no más del 40% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 5 al 35% en peso), y más preferiblemente no más del 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 8 al 25% en peso). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de ácido acético está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

La concentración de agua en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo del 0,05 al 95% en peso, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 90% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,2 al 80% en peso), de manera preferible aproximadamente del 0,5 al 80% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,8 al 75% en peso), y de manera más preferible aproximadamente del 1 al 75% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1,5 al 70% en peso). Además, la concentración de agua puede ser, por ejemplo, de no más del 5% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,01 al 3% en peso), preferiblemente no más del 3% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,05 al 2% en peso), y más preferiblemente no más del 2% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 1% en peso). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de agua está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Además, la concentración de agua puede ser, por ejemplo, de no menos del 40% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 45 al 95% en peso), preferiblemente no menos del 50% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 55 al 90% en peso), y más preferiblemente no menos del 60% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 65 al 80% en peso). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza (3A) se usa principalmente como objeto líquido, la concentración de agua está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

La concentración de yoduro de hidrógeno en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo de 1 a 2000 ppm (por ejemplo, de 1 a 1000 ppm y preferiblemente de 5 a 1000 ppm) partiendo de una base en peso, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 3 a 1500 ppm, de manera preferible aproximadamente de 4 a 1000 ppm, y de manera más preferible aproximadamente de 5 a 800 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 7 a 600 ppm) y puede ser de manera habitual aproximadamente de 1 a 500 ppm [por ejemplo, aproximadamente de 1 a 300 ppm, de manera preferible aproximadamente de 5 a 200 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 5 a 150 ppm), de manera más preferible aproximadamente de 10 a 120 ppm, y de manera particular aproximadamente de 15 a 100 ppm]. Por otro lado, la concentración de yoduro de hidrógeno en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 3 a 100 ppm y de manera preferible aproximadamente de 5 a 80 ppm (por ejemplo, aproximadamente de 5 a 50 ppm) partiendo de una base en peso. Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de yoduro de hidrógeno está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo. Además, la concentración de yoduro de hidrógeno en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 30 a 150 ppm y de manera preferible aproximadamente de 50 a 100 ppm partiendo de una base en peso. Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de yoduro de hidrógeno está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

La concentración de yoduro de hidrógeno puede medirse directamente o puede medirse (o calcularse) indirectamente. Por ejemplo, la concentración del ion yoduro derivado de la sal de yoduro [por ejemplo, un yoduro derivado del cocatalizador tal como Lil, y un yoduro de metal (por ejemplo, un yoduro de un metal corroído (tal como Fe, Ni, Cr, Mo, o Zn) producido en el procedimiento de la producción de ácido acético)] puede restarse de la concentración total de iones yoduro (I-) para determinar (o calcular) la concentración de yoduro de hidrógeno.

La concentración de acetaldehído en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,001 al 5% en peso, de manera preferible aproximadamente del 0,005 al 3% en peso, y de manera más preferible aproximadamente del 0,01 al 1% en peso y puede ser de manera habitual aproximadamente del 0,02 al 0,7% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,03 al 0,6% en peso). Por otro lado, la concentración de acetaldehído en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, de 200 a 6000 ppm y de manera preferible aproximadamente de 400 a 4000 ppm partiendo de una base en peso. Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de acetaldehído está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo. Además, la concentración de acetaldehído en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 500 a 20000 ppm y de manera preferible aproximadamente de 1000 a 16000 ppm partiendo de una base en peso. Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de acetaldehído está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

El objeto líquido contiene al menos una fuente de metanol seleccionada del grupo que consiste en metanol y dimetil éter. La fuente de metanol puede ser metanol solo, dimetil éter solo, o combinación de metanol y dimetil éter. Por otro lado, la fuente de metanol también incluye metanol obtenido mediante hidrólisis de acetato de metilo. Para la combinación de metanol y dimetil éter, la razón (razón en peso) de metanol en relación con dimetil éter [el primero/el segundo] puede ser aproximadamente de 99,9/0,1 a 0,1/99,9 (por ejemplo, aproximadamente de 99/1 a 1/99), de manera preferible aproximadamente de 95/5 a 5/95, y de manera más preferible aproximadamente de 90/10 a 10/90 (por ejemplo, aproximadamente de 85/15 a 15/85). Por otro lado, cuando la fuente de metanol contiene un componente (o bien metanol o bien dimetil éter) en una cantidad relativamente grande, la razón (razón en peso) de un componente en relación con el otro componente [el primero/el segundo] puede ser aproximadamente de 99,9/0,1

a 30/70 (por ejemplo, aproximadamente de 99,5/0,5 a 40/60), de manera preferible aproximadamente de 99/1 a 45/55 (por ejemplo, aproximadamente de 98,5/1,5 a 50/50), de manera más preferible aproximadamente de 98/2 a 55/45 (por ejemplo, aproximadamente de 97/3 a 60/40), y de manera particular aproximadamente de 96/4 a 65/35 (por ejemplo, aproximadamente de 95/5 a 70/30).

- 5 Las concentraciones de metanol por debajo del 2% en peso y por encima del 25% en peso son comparativas. La concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo del 2 al 25% en peso (por ejemplo, del 0,2 al 50% en peso), y puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 40% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,2 al 30% en peso), de manera preferible aproximadamente del 0,2 al 25% en peso, de manera más preferible aproximadamente del 0,2 al 20% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 18% en peso), y de manera particular aproximadamente del 0,7 al 17% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 1 al 15% en peso) y de manera preferible aproximadamente del 2 al 15% en peso) y puede ser de manera habitual aproximadamente del 1 al 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 2 al 25% en peso).

- 15 Por otro lado, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ser aproximadamente del 0,1 al 35% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 28% en peso), de manera preferible aproximadamente del 0,15 al 21% en peso, de manera más preferible aproximadamente del 0,2 al 17% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 13% en peso), y de manera particular aproximadamente del 0,6 al 12% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,7 al 10% en peso). Es preferible una concentración de este tipo, en particular, cuando la fuente de metanol contiene dimetil éter en gran cantidad, o en otros casos.

- 20 Por otro lado, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,1 al 20% en peso y de manera preferible aproximadamente del 0,2 al 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 13% en peso). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de la fuente de metanol está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo. Además, la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ser, por ejemplo, aproximadamente del 0,3 al 50% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,5 al 40% en peso) y de manera preferible aproximadamente del 1 al 30% en peso. Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de la fuente de metanol está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

- 30 Además, en el objeto líquido, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en relación con 1 mol de la cantidad total de ácido acético y yoduro de hidrógeno en el objeto líquido (o el producto de cabeza (3A)) puede seleccionarse del intervalo de aproximadamente 0,1 a 40 mol, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 0,1 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,3 a 15 mol), de manera preferible aproximadamente de 0,4 a 10 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 10 mol), de manera más preferible aproximadamente de 0,7 a 7 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 5 mol), y de manera particular aproximadamente de 1,1 a 4 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,2 a 3 mol) y puede ser de manera habitual aproximadamente de 1 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,5 a 5 mol). Por otro lado, la razón mencionada anteriormente se expresa en lo que se refiere al metanol. Es decir, para el uso de dimetil éter como fuente de metanol, puesto que se producen 2 mol de metanol mediante la hidrólisis de 1 mol de dimetil éter, la razón se calcula como 2 mol de metanol por mol de dimetil éter.

- 40 Además, en el objeto líquido, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno en el objeto líquido no es de menos de 70 mol [por ejemplo, no menos de 80 mol (por ejemplo, aproximadamente de 100 a 300000 mol)], preferiblemente no menos de 200 mol (por ejemplo, aproximadamente de 300 a 200000 mol), más preferiblemente no menos de 500 mol (por ejemplo, aproximadamente de 700 a 100000 mol), particularmente no menos de 1000 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1500 a 80000 mol), y de manera habitual aproximadamente de 300 a 100000 mol (por ejemplo, aproximadamente de 500 a 70000 mol) y de manera preferible aproximadamente de 1000 a 50000 mol).

- 45 Además, en el objeto líquido, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en relación con 1 mol de ácido acético en el objeto líquido puede seleccionarse del intervalo de aproximadamente 0,1 a 40 mol, y puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 0,1 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,3 a 15 mol), de manera preferible aproximadamente de 0,4 a 10 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 10 mol), de manera más preferible aproximadamente de 0,7 a 7 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 5 mol), y de manera particular aproximadamente de 1,1 a 4 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,2 a 3 mol) y puede ser de manera habitual aproximadamente de 1 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,5 a 5 mol).

- 55 Además, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en relación con 1 mol de ácido acético en el objeto líquido puede ser aproximadamente de 0,1 a 40 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,3 a 35 mol), de manera preferible aproximadamente de 0,4 a 30 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,5 a 25 mol), de manera más preferible aproximadamente de 0,7 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 15 mol), y de manera particular aproximadamente de 1,1 a 10 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,2 a 7 mol). Cuando la parte de capa inferior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de la fuente de metanol está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

Además, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en relación con 1 mol de ácido acético en el objeto líquido puede ser aproximadamente de 0,05 a 20 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,1 a 15 mol), de manera preferible aproximadamente de 0,2 a 10 mol (por ejemplo, aproximadamente de 0,3 a 8 mol), de manera más preferible aproximadamente de 0,5 a 6 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1 a 5 mol), y de manera particular aproximadamente de 1,1 a 4 mol (por ejemplo, aproximadamente de 1,2 a 3 mol). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de la fuente de metanol está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

La concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido puede ajustarse con la reacción o la cantidad de alimentación. La concentración de la fuente de metanol puede ajustarse habitualmente añadiendo o mezclando la fuente de metanol y/o acetato de metilo al/con el producto de cabeza (3A) dentro o fuera de la columna de destilación de acetaldehído. Normalmente, el procedimiento de la presente invención puede comprender una etapa (en ocasiones denominada etapa de adición o etapa de mezclado) para añadir o mezclar la fuente de metanol (metanol y/o dimetil éter) y/o acetato de metilo al producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la columna de destilación de acetaldehído. Tal como se describió anteriormente, puesto que el metanol puede producirse a partir de acetato de metilo, también puede añadirse o mezclarse acetato de metilo con el producto de cabeza (3A) siempre que pueda ajustarse la concentración de la fuente de metanol en la columna de destilación de acetaldehído. En particular, al menos la fuente de metanol puede añadirse al producto de cabeza (3A).

La fuente de metanol puede mezclarse con el producto de cabeza (3A) en cualquier fase del sistema de reacción siempre que pueda destilarse la fuente de metanol mediante la columna de destilación de acetaldehído junto con el producto de cabeza (3A) separado en la etapa de recogida de ácido acético. La fuente de metanol puede mezclarse con el producto de cabeza (3A) en la columna de destilación de acetaldehído. En particular, desde el punto de vista de que se inhibe eficazmente el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (y la concentración de ácido acético) en la columna de destilación de acetaldehído, la fuente de metanol y/o acetato de metilo puede añadirse o mezclarse de la manera (A) y/o la manera (B) siguientes:

(A) la fuente de metanol se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) antes de alimentar el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación de acetaldehído (por ejemplo, la realización de la figura 1),

(B) en la columna de destilación de acetaldehído, la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) en el mismo nivel de altura o posición [por ejemplo, el mismo plato (o sitio)] que el nivel de altura o posición en el que se alimenta el producto de cabeza (3A) o en un nivel de altura [por ejemplo, un plato (o sitio)] superior que (o en un nivel de altura superior por encima de) el nivel de altura en el que se alimenta el producto de cabeza (3A) (por ejemplo, la realización de la figura 1 y la realización de la figura 2).

En la manera (A), la posición de mezclado de la fuente de metanol con respecto al producto de cabeza (3A) no se limita particularmente a una específica siempre que la fuente de metanol se mezcle con el producto de cabeza (3A) antes de alimentar el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación de acetaldehído. Por ejemplo, la fuente de metanol puede mezclarse con el producto de cabeza (3A) antes de alimentarse al decantador, tras la descarga del decantador, o tras la descarga del tanque compensador (por ejemplo, realizaciones de la figura 1 y la figura 2). La fuente de metanol y/o acetato de metilo puede mezclarse en una pluralidad de posiciones. De manera representativa, la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade habitualmente tras la descarga del decantador (cuando se hace circular parte del producto de cabeza (3A), tras la circulación). En particular, es preferible que la fuente de metanol y/o acetato de metilo se mezcle con el producto de cabeza (3A) en una conducción desde la descarga del decantador hasta la alimentación a la columna de destilación de acetaldehído [una conducción del decantador (si es necesario, a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación) a la columna de retirada de acetaldehído]].

El tiempo desde cuando el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo se mezclan hasta cuando se alimenta la mezcla a la columna de destilación de acetaldehído (el tiempo de retención de la fuente de metanol y/o acetato de metilo) puede seleccionarse del intervalo de no menos de 1 segundo (por ejemplo, de 3 segundos a 40 minutos), y por ejemplo puede ser de no menos de 5 segundos (por ejemplo, aproximadamente de 7 segundos a 35 minutos), preferiblemente no menos de 10 segundos (por ejemplo, aproximadamente de 10 segundos a 30 minutos), y de manera más preferible aproximadamente de 15 segundos a 20 minutos (por ejemplo, aproximadamente de 20 segundos a 10 minutos) y puede ser de manera habitual aproximadamente de 10 segundos a 5 minutos [por ejemplo, aproximadamente de 10 segundos a 3 minutos (por ejemplo, aproximadamente de 10 segundos a 1 minuto)]. El aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído se inhibe además fácilmente regulando el tiempo de retención en un intervalo de este tipo (en particular, en combinación con la temperatura de líquido mencionada posteriormente).

Además, en la manera (B), la fuente de metanol y/o acetato de metilo puede mezclarse en la misma posición que un plato en el que se alimenta el producto de cabeza (3A) o un plato superior que ese plato, y habitualmente se mezcla en una posición inferior que la parte de arriba de la columna (una posición que no es la parte de arriba de la columna).

Para la combinación de la manera (A) con la manera (B), basta con que la cantidad total de la fuente de metanol y/o acetato de metilo que va a mezclarse se ajuste en cada posición de mezclado de modo que la cantidad total puede estar en el intervalo mencionado anteriormente en la columna de destilación de acetaldehído.

- 5 La temperatura (temperatura de líquido) del producto de cabeza (3A) que va a alimentarse a la columna de destilación de acetaldehído (la mezcla del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol, cuando se añade la fuente de metanol y/o acetato de metilo al producto de cabeza (3A)) puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 100°C, de manera preferible aproximadamente de 15 a 95°C (por ejemplo, aproximadamente de 20 a 90°C), y de manera más preferible aproximadamente de 25 a 85°C (por ejemplo, aproximadamente de 30 a 80°C) y puede ser de manera habitual aproximadamente de 20 a 100°C (por ejemplo, aproximadamente de 30 a 85°C).
- 10 En particular, puesto que un intervalo de este tipo de la temperatura de líquido (es decir, la temperatura de líquido de la mezcla del producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol) en la combinación con la manera (A) permite probablemente que avance la reacción de la fuente de metanol con yoduro de hidrógeno o ácido acético en cierto grado antes de alimentar el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación de acetaldehído o promueve probablemente una reacción de este tipo en la columna de destilación de acetaldehído, el aumento en la
- 15 concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído pueden inhibirse además eficazmente.

(Etapa de separación de acetaldehído)

- 20 En la etapa de separación de acetaldehído, el objeto líquido que contiene el producto de cabeza (3A) alimentado a la columna de destilación de acetaldehído (columna de retirada o columna de separación) se separa en un componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición mayor (4B) mediante destilación. Tal como se describió anteriormente, el objeto líquido se somete a destilación como un objeto líquido que va a tratarse que contiene una concentración predeterminada de la fuente de metanol. Es decir, en la etapa de separación de acetaldehído, el objeto líquido se destila y se separa en el componente de
- 25 punto de ebullición menor (4A) y el componente de punto de ebullición mayor (4B). Antes de la separación de acetaldehído, puede retirarse de antemano un componente de gas de descarga del producto de cabeza (3A) usando un condensador, un enfriador u otros.

- Como columna de destilación de acetaldehído, puede usarse una columna de destilación convencional, por ejemplo, una columna de platos, una columna de relleno y una columna de destilación instantánea. Puede emplearse habitualmente una columna de destilación tal como una columna de platos o una columna de relleno. El material de
- 30 (o para la formación de) la columna de destilación de acetaldehído no se limita particularmente a uno específico, y puede ser un metal, una cerámica, etc. En particular, según la presente invención, puesto que se inhibe significativamente el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (y de ácido acético) dentro de la columna de destilación, también puede inhibirse la corrosión de la columna de destilación con un alto nivel. Por tanto, como
- 35 columna de destilación de acetaldehído en la presente invención, puede usarse no sólo una columna de destilación compuesta por un material caro que tiene una alta resistencia a la corrosión (tal como zirconio) sino también una columna de destilación compuesta por un material relativamente económico, por ejemplo, una aleación [por ejemplo, una aleación a base de metal de transición tal como una aleación a base de hierro (o una aleación que contiene
- 40 hierro como componente principal, por ejemplo, un acero inoxidable (incluyendo un acero inoxidable que contiene cromo, níquel, molibdeno, etc.)), una aleación bifásica a base de hierro (por ejemplo, un acero inoxidable bifásico (o dúplex)), un aleación a base de níquel (o una aleación que contiene níquel como componente principal, por ejemplo, HASTELLOY (nombre de marca) e INCONEL (nombre de marca)), o una aleación a base de cobalto (o una aleación que contiene cobalto como componente principal)].

- La temperatura (la temperatura de la parte de arriba de la columna) y la presión (la presión de la parte de arriba de la columna) en la columna de destilación de acetaldehído pueden seleccionarse dependiendo de la especie de la
- 45 columna de destilación, etc., y no se limita particularmente a una específica siempre que el componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene al menos acetaldehído y el componente de punto de ebullición mayor (4B) puedan separarse del producto de cabeza (3A) o el objeto líquido (o disolución de proceso) utilizando la diferencia entre el acetaldehído y otros componentes (particularmente yoduro de metilo) en el punto de ebullición.

- Por ejemplo, la presión de la parte de arriba de la columna es aproximadamente de 10 a 1000 kPa, de manera preferible aproximadamente de 10 a 700 kPa, y de manera más preferible aproximadamente de 100 a 500 kPa en lo que se refiere a la presión absoluta.
- 50

- La temperatura interna de la columna puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 150°C, de manera preferible aproximadamente de 30 a 140°C, y de manera más preferible aproximadamente de 40 a 130°C y puede ser de manera habitual aproximadamente de 30 a 100°C (por ejemplo, aproximadamente de 50 a 90°C). Además, la
- 55 temperatura de la parte de arriba de la columna puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 10 a 100°C, de manera preferible aproximadamente de 30 a 120°C, y de manera más preferible aproximadamente de 40 a 100°C. Además, la temperatura del fondo de la columna puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 30 a 150°C, de manera preferible aproximadamente de 50 a 130°C, y de manera más preferible aproximadamente de 60 a 120°C.

El número (número teórico) de platos de la columna de destilación puede ser, por ejemplo, aproximadamente de 5 a 150, de manera preferible aproximadamente de 10 a 120, y de manera más preferible aproximadamente de 20 a 100 y puede ser de manera habitual aproximadamente de 30 a 120 (por ejemplo, aproximadamente de 40 a 100).

5 En la columna de destilación de acetaldehído, la razón de reflujo puede seleccionarse desde aproximadamente 1 hasta 1000, de manera preferible aproximadamente de 10 a 800, de manera más preferible aproximadamente de 50 a 600 (por ejemplo, aproximadamente de 100 a 500), y de manera particular aproximadamente de 150 a 400 (por ejemplo, aproximadamente de 200 a 350) dependiendo del número de platos teóricos mencionado anteriormente.

10 De este modo, el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno o ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído puede inhibirse mediante destilación en presencia de la fuente de metanol. Por ejemplo, en la reacción continua, la concentración de yoduro de hidrógeno en la columna de destilación de acetaldehído (parte de arriba de la columna y/o fondo de la columna) es de no más de 100 ppm (por ejemplo, aproximadamente 0 o límite de detección a 70 ppm), preferiblemente no más de 50 ppm (por ejemplo, aproximadamente 0 o límite de detección a 30 ppm), más preferiblemente no más de 10 ppm (por ejemplo, aproximadamente 0 o límite de detección a 5 ppm), y particularmente no más de 3 ppm (por ejemplo, aproximadamente 0 o límite de detección a 1 ppm).

15 Además, en la reacción continua, la concentración de ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído (parte de arriba de la columna y/o fondo de la columna) puede ser, por ejemplo, de no más del 50% en peso (por ejemplo, 0 (o no más del límite de detección, lo mismo se aplica en otras) al 30% en peso), de manera preferible aproximadamente del 0 al 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,001 al 5% en peso), de manera más preferible aproximadamente del 0 al 3% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0,01 al 2% en peso), y de
20 manera particular aproximadamente del 0,005 al 1% en peso.

Por otro lado, la concentración de ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído (parte de arriba de la columna y/o fondo de la columna) puede ser de no más del 10% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 7% en peso), preferiblemente no más del 7% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 6% en peso), y más preferiblemente no más del 5% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 4% en peso). Cuando la parte de
25 capa inferior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de acetaldehído, la concentración de ácido acético está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo. Además, la concentración de ácido acético en la columna de destilación de acetaldehído (parte de arriba de la columna y/o fondo de la columna) puede ser de no más del 30% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 25% en peso), preferiblemente no más del 15% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 10% en peso), y más
30 preferiblemente no más del 8% en peso (por ejemplo, aproximadamente del 0 al 5% en peso). Cuando la parte de capa superior del producto de cabeza condensado (3A) se somete principalmente a la etapa de separación de ácido acético, la concentración de acetaldehído está habitualmente dentro de un intervalo de este tipo.

El componente de punto de ebullición mayor (4B) se separa como disolución separada (fracción de fondo o fracción de fondo de la columna) que contiene un componente útil como yoduro de metilo de la columna de destilación de
35 acetaldehído.

(Etapas de recirculación)

El componente de punto de ebullición mayor (4B) contiene de manera práctica un componente útil tal como yoduro de metilo. Tras la separación, el componente de punto de ebullición mayor (4B) puede recuperarse tal cual o puede recircularse a una etapa del sistema de reacción para la separación de acetaldehído. Es decir, el procedimiento de la
40 presente invención puede comprender además una etapa de recirculación para recircular el componente de punto de ebullición mayor (4B) como una disolución separada a una etapa del sistema de reacción para la separación de acetaldehído.

En la etapa de recirculación, se recircula el componente de punto de ebullición mayor (4B) como disolución separada. La recirculación de la disolución separada (o componente de punto de ebullición mayor (4B)) no se limita particularmente a una específica siempre que la etapa de recirculación abarque desde el sistema de reacción hasta la separación de acetaldehído. La etapa puede ser cualquiera de la etapa de reacción (o reactor), la etapa de
45 destilación instantánea (o columna de destilación instantánea) y la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación). Como la realización de la figura, el componente de punto de ebullición mayor (4B) puede recircularse a la columna de destilación de acetaldehído, o puede recircularse a una combinación de estas etapas. La disolución separada (o componente de punto de ebullición mayor (4B)) tras la separación de acetaldehído se recircula
50 habitualmente al menos al reactor.

La disolución separada (o componente de punto de ebullición mayor (4B)) puede recircularse directamente o recircularse a través de un recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación (por ejemplo, un tanque compensador). El uso del recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación alivia la
55 fluctuación de la velocidad de flujo en el recipiente de almacenamiento y permite la recirculación fácil de la disolución separada a una velocidad de flujo constante o casi constante, aunque fluctúe la velocidad de flujo de la disolución separada. Por tanto, el recipiente de almacenamiento puede reducir la influencia de la fluctuación de la velocidad de flujo en la etapa de recirculación.

El recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación puede seleccionarse basándose en el grado de la fluctuación de la velocidad de flujo, de la misma manera que en la etapa de condensación, y puede seleccionarse basándose en el tiempo de retención deseado de la disolución separada. En el recipiente de almacenamiento, el tiempo de retención de la disolución separada no se limita particularmente a uno específico, y puede ser, por ejemplo, de no menos de 3 minutos (por ejemplo, aproximadamente de 4 minutos a 3 horas), preferiblemente no menos de 6 minutos (por ejemplo, aproximadamente de 8 a 60 minutos), y más preferiblemente no menos de 12 minutos (por ejemplo, aproximadamente de 15 a 40 minutos).

Cuando se recircula la disolución separada a través del recipiente de almacenamiento que tiene una función de compensación, puede disminuirse la fluctuación de la velocidad de flujo de la disolución separada (componente de punto de ebullición mayor (4B)).

El componente separado de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído puede descargarse tal cual. Puesto que el componente de punto de ebullición menor (4A) en ocasiones contiene un componente útil tal como yoduro de metilo, puede recogerse yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo, por ejemplo, un componente que contiene yoduro de metilo, acetato de metilo, etc.) del componente de punto de ebullición menor (4A) y recircularse.

El método para separar cada uno de acetaldehído y yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo) del componente de punto de ebullición menor (4A) no se limita particularmente a uno específico, y puede incluir un método convencional (por ejemplo, extracción, destilación). Los ejemplos representativos del método pueden incluir (i) un método para separar cada uno de yoduro de metilo y acetaldehído mediante destilación del componente de punto de ebullición menor (4A), (ii) un método para separar cada uno de yoduro de metilo y acetaldehído mediante extracción con agua, que se aprovecha de la miscibilidad del acetaldehído con agua y de la inmiscibilidad del yoduro de metilo con agua. Desde el punto de vista de la inhibición de la producción de metaldehído u otros, se prefiere la extracción con agua (ii). Según el método, puesto que el aumento en la concentración de protones en la disolución de destilación debido a la degradación de éster u otros inhibe la producción de paraldehído y metaldehído, puede condensarse eficazmente acetaldehído en alto nivel y retirarse.

La temperatura de extracción y el tiempo de extracción no se limitan particularmente a unos específicos. Por ejemplo, la extracción puede llevarse a cabo a una temperatura de 0°C a 100°C durante aproximadamente de 1 segundo a 1 hora. La presión de extracción no se limita particularmente a una específica y puede seleccionarse una condición ventajosa por motivo de los costes, etc. Como extractor, por ejemplo, puede usarse una combinación de una mezcladora con un sedimentador, una combinación de una mezcladora estática con un decantador, un RDC (contactor de discos rotatorios), una columna Karr, una columna de pulverización, una columna de relleno, una columna de platos perforados, una columna compensada, una columna de pulsos, etc.

La recirculación de yoduro de metilo (o un componente que contiene yoduro de metilo) no se limita particularmente a una específica siempre que la etapa de recirculación abarque desde el sistema de reacción hasta la separación de acetaldehído. Puede recircularse yoduro de metilo a cualquiera de la etapa de reacción (o reactor), a la etapa de destilación instantánea (o columna de destilación instantánea) y a la etapa de recogida de ácido acético (o columna de destilación). Como la realización de la figura, puede recircularse yoduro de metilo (recircularse como componente de punto de ebullición mayor (4B)) a la columna de separación de acetaldehído, o puede recircularse a una combinación de estas etapas.

40 Ejemplos

Se pretende que los siguientes ejemplos describan esta invención en detalle adicional y de ningún modo debe interpretarse que definen el alcance de la invención.

(Ejemplos comparativos 1 a 4 y ejemplos 1 a 6)

Cuando se aplicó el procedimiento de producción de ácido acético descrito en la figura 1, se observó el cambio del estado de corrosión en presencia de metanol. Específicamente, se alimentó yoduro de metilo, agua, acetato de metilo, ácido acético, yoduro de litio, rodio al reactor 1, y se permitió que el metanol reaccionara con monóxido de carbono. La disolución de reacción se retiró del reactor 1 y se alimentó a un aparato de evaporación instantánea. En el aparato de evaporación instantánea 2, se alimentó el componente volátil (2A) a la columna de separación 3, y se recirculó directamente el componente poco volátil (2B) al reactor 1. En la columna de separación 3, se separó el componente volátil (2A) mediante destilación en el producto de cabeza (3A), la corriente que contiene ácido acético, y la corriente de punto de ebullición mayor (3C). Se retiró la corriente que contiene ácido acético (3B) mediante corte lateral, y se recirculó directamente la corriente de punto de ebullición mayor (3C) al reactor 1. Se alimentó el producto de cabeza (3A) al decantador 4 y se separó en una capa superior y una capa inferior en el decantador 4. En el decantador 4, se mantuvo constante el nivel de líquido del decantador 4 ajustando la cantidad que fluye a las conducciones 17 y 18 y el tiempo de retención. Entonces, como disolución descargada del decantador 4 y que va a alimentarse a la columna de retirada de acetaldehído 6, se obtuvo un objeto líquido que va a tratarse que tiene una composición mostrada en la tabla 1. En los ejemplos comparativos 1 y 3 y en los ejemplos 1, 3 y 5, se usó una parte de capa inferior del producto de cabeza (3A) en el decantador 4; en los ejemplos comparativos 2 y 4 y en los

ejemplos 2, 4, y 6, se usó una parte de capa superior del producto de cabeza (3A) en el decantador 4. En los ejemplos 1 y 2, se ajustó la concentración de metanol en el objeto líquido alimentando metanol a través de la conducción 51.

5 El objeto líquido mostrado en la tabla 1 y piezas de prueba de diferentes materiales (tamaño de cada una: 36 mm x 25 mm x 2,5 mm) se colocaron en un autoclave de 500 ml [compuesto por HASTELLOYB2 (HB2) fabricado por Oda Koki Co., Ltd.], y se cerró el autoclave. Se aumentó la presión interna del autoclave hasta 0,05 MPa con N₂ a temperatura ambiente, y entonces se aumentó la temperatura interna del autoclave hasta 85°C. En estas circunstancias, se aumentó la presión interna del autoclave hasta 0,14 MPa. Manteniendo el autoclave durante 100 horas en este estado, se reprodujo artificialmente la etapa de separación de acetaldehído (el estado en la columna de retirada de acetaldehído 6) en el procedimiento continuo de producción de ácido acético. A continuación, se observó la corrosión de cada pieza de prueba. Se evaluó la prueba de corrosión basándose en los siguientes criterios en los ejemplos comparativos 1 a 2 y en los ejemplos 1 a 2 y se evaluó según la cantidad de corrosión observada en los ejemplos comparativos 3 a 4 y en los ejemplos 3 a 6.

“A”: La pieza de prueba no está corroída en absoluto.

15 “B”: La pieza de prueba apenas está corroída.

“C”: La pieza de prueba está ligeramente corroída.

“D”: La pieza de prueba está significativamente corroída.

20 La composición (formulación) de cada objeto líquido se muestra en la tabla 1 y los resultados se muestran en la tabla 2. La composición (formulación) de cada objeto líquido tras mantener durante 100 horas (luego tras enfriamiento), es decir, objeto líquido tratado, también se muestra en la tabla 2. Por otro lado, cuando se añadió metanol, el objeto líquido contuvo en ocasiones un componente de punto de ebullición menor tal como dimetil éter o un componente hidrocarbonado (por consiguiente, la suma de los componentes descritos en las tablas no fue del 100% en peso). La concentración de dimetil éter en el objeto líquido tratado fue aproximadamente del 0,5 al 2% en peso mayor que la de en el objeto líquido. En las tablas 1 y 2, “ppm” representa una concentración partiendo de una base en peso, “% en peso” significa porcentaje en peso, “t” representa menos del 0,1% en peso, “ND” representa no detectable (límite de detección), “Ac” representa ácido acético, “MA” representa acetato de metilo, “MeOH” representa metanol, “MeI” representa yoduro de metilo, “AD” representa acetaldehído, “HC” representa una aleación a base de níquel (HASTELLOY C fabricada por Oda Koki Co., Ltd.), “SUS” representa un acero inoxidable (SUS316 fabricado por Umetoku Inc.), “NAS64” representa un acero inoxidable bifásico (NAS64 fabricado por Umetoku Inc.), y 25 “NAS354N” representa un acero inoxidable (NAS354N fabricado por Umetoku Inc.), y “mm/Y” significa la velocidad de corrosión de la pieza de prueba por año (el grosor disminuido (mm) de la pieza de prueba por año). Se restó la concentración del ion yoduro derivado de la sal de yoduro de la concentración total de iones yoduro (I⁻) para calcular la concentración de yoduro de hidrógeno.

30

[Tabla 1]

Tabla 1

	Objeto líquido que va a tratarse									
	Ac % en peso	MA % en peso	MeOH % en peso	HI ppm	MeI % en peso	H ₂ O % en peso	AD ppm	MeOH/(HI+Ac) Razón molar	MeOH/HI Razón molar	
Ejemplo comparativo 1	2	5	t	10	80	0,5	1300	0	0	0
Ejemplo comparativo 2	20	4	t	30	3	70	4000	0	0	0
Ejemplo 1	2	4,5	5	10	85,5	0,5	1300	5	20000	
Ejemplo 2	16	3,2	20	24	2,4	56	4000	1,9	27000	
Ejemplo comparativo 3	2,1	4,8	t	12	91	0,6	1150	0	0	0
Ejemplo comparativo 4	20,9	4,2	t	35	2,8	69,5	4200	0	0	0
Ejemplo 3	2,0	4,7	5,1	13	86	0,5	1100	4,8	16000	
Ejemplo 4	16,5	3,5	19,8	26	2,3	56,5	3400	2,2	30000	
Ejemplo 5	1,8	4,4	11	12	81,5	0,4	1100	11	18000	
Ejemplo 6	18,5	3,9	10,5	24	2,6	63,8	3500	1,1	37000	

[Tabla 2]

Tabla 2

	Objeto líquido tratado						Prueba de corrosión				
	Ac % en peso	MA % en peso	MeOH % en peso	HI ppm	Mel % en peso	H ₂ O % en peso	AD ppm	HC mm/Y	SUS mm/Y	NAS84 mm/Y	NAS354N mm/Y
Ejemplo comparativo 1	2	5	0,1	12	90	0,5	800	B	D	D	D
Ejemplo comparativo 2	20	4	t	33	3	70	2000	C	D	D	D
Ejemplo 1	0,1	7	4	ND	85,5	1	800	A	A	A	A
Ejemplo 2	0,2	23	11	ND	2,4	61	2000	A	A	A	A
Ejemplo comparativo 3	2,1	4,8	t	12	91	0,8	920	0,05	0,12	0,09	0,1
Ejemplo comparativo 4	20,9	4,2	t	35	2,8	69,5	3800	0,10	0,21	0,15	0,13
Ejemplo 3	1,0	5,0	3,0	ND	85,5	1,1	900	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03
Ejemplo 4	9,5	10,8	11,3	ND	2,3	58,4	2500	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03
Ejemplo 5	0,5	6,0	7,1	ND	80,8	1,5	930	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03
Ejemplo 6	14,9	7,8	8,3	ND	2,3	64,9	3900	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03	menos de 0,03

Tal como resulta evidente a partir de las tablas, se inhibieron la producción o concentración aumentada de yoduro de hidrógeno (HI) y la corrosión de la pieza de prueba ajustando la composición del líquido en la columna de retirada de acetaldehído para componentes específicos y proporciones específicas.

Aplicabilidad industrial

El procedimiento de producción de la presente invención es extremadamente útil como procedimiento para producir ácido acético a la vez que inhibe eficazmente el aumento en la concentración de yoduro de hidrógeno (en particular, yoduro de hidrógeno y ácido acético) en la columna de destilación de acetaldehído.

5 Descripción de los números de referencia

- 1 Reactor
- 2 Aparato de evaporación instantánea (evaporador)
- 3 Columna de separación
- 4 Decantador
- 10 4A Decantador que tiene función de compensación
- 5, 7 Tanque compensador
- 6 Columna de retirada de acetaldehído
- 8 Aparato de extracción
- 9 Tanque de contención
- 15 51, 52 Conducción para alimentar la fuente de metanol (metanol y/o dimetil éter)

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir ácido acético, que comprende
 - 5 una etapa de reacción para permitir de manera continua que reaccione metanol con monóxido de carbono en presencia de un sistema de catalizador que comprende un catalizador de metal, una sal de haluro, y yoduro de metilo en un reactor de carbonilación,
 - una etapa de evaporación instantánea para alimentar de manera continua un aparato de evaporación instantánea con una mezcla de reacción desde el reactor para separar un componente volátil (2A) que contiene ácido acético producto, acetato de metilo, yoduro de metilo y agua, y un componente poco volátil (2B) que contiene el catalizador de metal y la sal de haluro,
 - 10 una etapa de recogida de ácido acético para alimentar una columna de destilación con el componente volátil (2A), y separar un producto de cabeza (3A) que contiene yoduro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, agua, acetaldehído subproducto y yoduro de hidrógeno, y una corriente (3B) que contiene ácido acético para recoger ácido acético, y
 - una etapa de separación de acetaldehído para alimentar una columna de destilación de acetaldehído con al menos parte del producto de cabeza (3A) y destilar un objeto líquido que va a tratarse que contiene el producto de cabeza (3A) para separar un componente de punto de ebullición menor (4A) que contiene acetaldehído y un componente de punto de ebullición mayor (4B),
 - 15 en el que, en la etapa de separación de acetaldehído, el objeto líquido contiene al menos una fuente de metanol seleccionada del grupo que consiste en metanol y dimetil éter en una concentración del 2 al 25% en peso, y
 - 20 en el que la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en el objeto líquido no es de menos de 70 mol en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que, en el objeto líquido, la proporción de yoduro de metilo es del 1 al 98% en peso, la proporción de acetato de metilo es del 0,5 al 50% en peso, la proporción de ácido acético es del 0,2 al 50% en peso, la proporción de agua es del 0,05 al 95% en peso, y la proporción de yoduro de hidrógeno es de 1 a 1000 ppm partiendo de una base en peso.
- 25 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido es del 2 al 20% en peso.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que, en el objeto líquido, la concentración de ácido acético es del 0,3 al 50% en peso, la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) es de 0,1 a 40 mol en relación con 1 mol de una cantidad total de ácido acético y yoduro de hidrógeno.
- 30 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) en el objeto líquido es no menos de 80 mol en relación con 1 mol de yoduro de hidrógeno.
- 35 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que, en el objeto líquido, la concentración de ácido acético es del 0,5 al 50% en peso, la concentración de yoduro de hidrógeno es de 5 a 1000 ppm, y la razón de la fuente de metanol (en lo que se refiere al metanol) es de 1 a 20 mol en relación con 1 mol de una cantidad total de ácido acético y yoduro de hidrógeno.
- 40 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la concentración de la fuente de metanol en el objeto líquido se ajusta añadiendo o mezclando la fuente de metanol y/o acetato de metilo de la manera (A) y/o la manera (B) siguientes:
 - (A) la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) antes de alimentar el producto de cabeza (3A) a la columna de destilación de acetaldehído,
 - 45 (B) en la columna de destilación de acetaldehído, la fuente de metanol y/o acetato de metilo se añade a o se mezcla con el producto de cabeza (3A) en el mismo nivel de altura que el nivel de altura en el que se alimenta el producto de cabeza (3A) o en un nivel de altura superior que el nivel de altura en el que se alimenta el producto de cabeza (3A).
- 50 8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que, en la manera (A), una temperatura de una mezcla que contiene el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo se regula a de 20 a 100°C, y un tiempo desde cuando se mezclan el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo hasta cuando se alimenta la mezcla a la columna de destilación de acetaldehído se regula a no menos de 5 segundos; y la concentración de la fuente de metanol se ajusta al menos de la manera (A).

9. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que, en la manera (A), una temperatura de una mezcla que contiene el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo se regula a de 30 a 85°C, y un tiempo desde cuando se mezclan el producto de cabeza (3A) y la fuente de metanol y/o acetato de metilo hasta cuando se alimenta la mezcla a la columna de destilación de acetaldehído se regula a no menos de 10 segundos; y la concentración de la fuente de metanol se ajusta al menos de la manera (A).
- 5
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el material de la columna de destilación de acetaldehído comprende una aleación a base de hierro.
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el material de la columna de destilación de acetaldehído comprende un acero inoxidable o un acero inoxidable bifásico.

10

