



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 92110073.6

[51] Int.Cl<sup>5</sup>

C07C 69/14

[43] 公开日 1993 年 3 月 17 日

[22] 申请日 92.8.24

[30] 优先权

[32] 91.8.24 [33] GB [31] 9118304.6

[71] 申请人 英国石油化学品有限公司

地址 英国英格兰伦敦

[72] 发明人 A·R·佩里 D·W·庞梅尔  
A·I·汤姆森

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
代理人 杨厚昌 田舍人

C07C 67/035

说明书页数: 10 附图页数: 1

[54] 发明名称 乙酸甲酯的生产方法

[57] 摘要

在生产用于下流操作的乙酸甲酯的总体过程中, 甲醇与乙酸在酯化反应器中反应, 蒸馏回收乙酸甲酯, 共沸蒸馏回收水。该过程采用下述步骤以“待用”形式操作: 关闭酯化反应器的甲醇和乙酸进料, 将乙酸甲酯和水再循环至酯化反应器, 从而该过程可以迅速再启动。

<20>

1. 一种生产乙酸甲酯的方法，该方法是采用乙酸甲酯下流的整体方法的一个步骤，该方法包括将甲醇和乙酸连续送入反应器中，在酯化催化剂和高温下生成包含乙酸甲酯和水的产物；蒸馏回收酯化产物中的乙酸甲酯，经过或不经进一步纯化，将回收的乙酸甲酯送入下流操作；共沸蒸馏从酯化产物中回收水，从过程中移去回收的水，进一步提纯或不提纯，其特征在于该方法通过以下各步以“待用”形式操作：

(a) 关闭酯化反应器的甲醇和乙酸进料；

(b) 将回收的乙酸甲酯再循环至酯化反应器，而不使其进入下流操作；和

(c) 将回收的水再循环至酯化反应器，而不是从过程中除去。

2. 权利要求1的方法，其中，当生产用于下流操作的乙酸甲酯时，酯化产物在第一个蒸馏塔中，在共沸剂存在下蒸馏生成包含乙酸甲酯、共沸剂 and 水的塔顶馏出物，其中共沸剂微溶于水并与之形成最低共沸物；从乙酸甲酯和共沸剂中分出水，然后在第二个蒸馏塔中蒸馏将乙酸甲酯作为塔顶馏分与共沸剂分离。

3. 权利要求1的方法，其中当生产用可下流操作的乙酸甲酯时，将酯化反应混合物充入第一个蒸馏塔中，反应组分羧酸酯、水和未转化醇（不包括未反应羧酸）作为塔顶馏出物取出，将其充入第二个蒸馏区，从中将包含醇或共沸酯的塔顶产物再循环至酯化反应；将包含羧酸酯和水的副产物取出，在相分离容器中分离成水和羧酸酯，羧酸酯再从侧面出料口的下面返回蒸馏塔；取出的塔底产物是羧酸酯。

4. 权利要求1的方法，其中当采用该方法生产用于下流操作的乙酸甲酯时，在酯化催化剂和共沸剂存在下，将甲醇在高温下与乙酸在

酯化反应容器中反应生成包含共沸剂、乙酸甲酯和水的酯化产物，其中共沸剂微溶于水，且与之生成最低共沸物，在蒸馏塔中回收得到包含乙酸甲酯的塔顶馏分，从塔中部取出包含水和共沸剂的侧线馏分，将共沸剂再循环至反应容器和/或馏塔。

5. 一种生产乙酸甲酯的方法，该方法是采用乙酸甲酯下流操作的整体方法的一个步骤，该方法包括将甲醇和乙酸连续送入酯化反应器中，所述反应器中包含(i) 微溶于水并与之形成最低共沸物的共沸剂(ii) 乙酸和(iii) 酯化催化剂，制得主要包含乙酸甲酯、未反应甲醇、共沸剂和水的产物，将产物在蒸馏塔中蒸馏得主要包含乙酸甲酯的塔顶馏分。将塔顶馏分冷却，部分塔顶馏出物返回塔中作为初级回流，而剩余的乙酸甲酯可经过或不经进一步纯化流往下流操作，从塔中部取出包含水、乙酸甲酯和共沸剂以及少许甲醇的液体侧线馏分，冷却，倾析分离为主要包含共沸剂和少许乙酸甲酯的上层有机相和主要包含水和少许乙酸甲酯以及甲醇的下层水相，从塔中低于侧线馏分出口处将分出的有机相返回塔中，而将分出的水相送入剥离塔，塔中碱性水性馏分与塔顶馏分分离，从过程中除去塔底水性馏分，而将塔顶馏分再循环至酯化反应器和/或蒸馏塔，其特征在于：该过程通过下列步骤以“待用”形式操作：

(i) 将酯化反应器的甲醇和乙酸进料关闭；

(ii) 将蒸馏分离出的几乎全部剩下的乙酸甲酯塔顶馏分再循环至酯化反应器，而不是将其送入下流操作，

(iii) 将倾析步骤的下层水相中的水再循环至酯化反应器，并且

(iv) 调节蒸馏塔的回流，以免塔中出现倾泻。

6. 权利要求5的方法，其中在“待用”形式下，下层水相直接再循环至酯化反应器，剥离塔可以关闭或者保持在回流无进料或出料回

流或接近回流的待用状态。

7. 权利要求5的方法，其中在“待用”形式下，下层水相流过继续操作的剥离塔，塔底水馏分返回酯化反应器，塔顶馏分返回酯化反应器和/或蒸馏塔。

8. 权利要求5至7中任一权项的方法，其中该过程通过以下各步再次由“待用”形式转变为操作形式：

(a) 重新开始向酯化反应器中送入甲醇和乙酸；

(b) 将蒸馏分离出的全部乙酸甲酯塔顶馏分送往下流操作；

(c) 停止将倾析阶段下层水相的水再循环至酯化反应器，如果处于“待用”或关闭状态还可以再启动剥离塔；和

(d) 将蒸馏塔回流调至正常值。

9. 一种通过 将乙酸甲酯羰基化生产乙酰的方法，可联产或不联产纯乙酸，其特征在于：乙酸甲酯的生产与羰基化反应构成一个整体，其特征还在于乙酸甲酯的生产步骤包括将甲醇和乙酸连续送入酯化反应器，在高温和酯催化剂存在下生成包含乙酸甲酯和水的产物；蒸馏回收酯化产物中的乙酸甲酯，经过或不经纯化，将其送往羰基化反应，并且共沸蒸馏回收酯化产物中的水，从过程中除去回收的水，再纯化或不进一步纯化；其特征还在于乙酸甲酯的生产步骤按以下各步以“待用”形式操作：

(a) 关闭酯化反应器的甲醇和乙酸进料；

(b) 将回收的乙酸甲酯再循环至酯化反应器，而不送往羰基化反应；和

(c) 将回收的水再循环至酯化反应器，而不从过程中除去。

## 乙酸甲酯的生产方法

本发明总的来说涉及通过用乙酸酯化甲醇生产乙酸甲酯的方法，尤其涉及将该过程并入乙酸甲酯用于下流操作的整体过程，例如：并入有或没有纯乙酸联产品的乙酐生产中。

多年来，乙酸和乙酐是人们公知的工业化学品，乙酐的生产构成了乙酸的第二大最终用途。乙酐被广泛用于乙酸乙酯和其它纤维素酯的生产。少量乙酐被用于专门的酯、阿司匹林和杀虫剂的生产。乙酸被用作防腐剂和例如乙酸乙酯生产中的中间体。

甲醇液相羰基化生产乙酸是公知的工业操作方法，而且广泛应用于工业生产。羰基化方法通常用铑和碘甲烷催化，例如GB1233121中有详述。欧洲专利申请EP-A-0087870描述了一种改进的方法，其中由甲醇和一氧化碳经酯化、羰基化和分离等一系列步骤制得乙酐，同时有或没有净乙酸联产品。具体地说，后一方法包括：

- (1) 使甲醇与再循环的乙酸在酯化阶段反应生成主要含乙酸甲酯、水和未反应甲醇的酯化产物；
- (2) 从酯化产物中除去部分水；
- (3) 在羰基化步骤中，在游离或结合的金属羰基化催化剂和作为促进剂的游离或结合卤素的存在下，使仍含水的酯化产物与一氧化碳反应生产含乙酸和乙酐的羰基化产物；
- (4) 将羰基化产物分馏分离成含羰基化进料和易挥发羰基化促进剂成分、乙酸和易挥发乙酐馏分的低沸点馏分，和含有羰基化催化剂成分的高沸点馏分；
- (5) 将含羰基化进料和羰基化促进剂成份的低沸点馏分和含羰

基化催化剂成份的高沸点馏分再循环至羧基化步骤；并且

(6) 将至少一部分乙酸馏分再循环至酯化阶段。

一种乙酸甲酯的生产方法描述于我们的欧洲专利申请EP-A-0060717中，该方法包括在酯化反应容器中，在酯化催化剂存在下，使甲醇与乙醇在高温下反应生成含有乙酸甲酯和水的产物，在第一个蒸馏塔中，在共沸剂(微溶于水，与之形成最低共沸物)的存在下由产物蒸馏出含有乙酸甲酯、共沸剂和水的塔顶馏出物；将水与乙酸甲酯和共沸剂分离，随后在第二个蒸馏塔中，蒸馏分离乙酸甲酯与共沸剂，乙酸甲酯作为塔顶馏出物被分离。

乙酸甲酯的另一种生产方法描述于美国专利US4889950。该方法使羧酸与低沸点醇反应制得羧酸酯，包括向第一个蒸馏塔中充入反应混合物，抽出反应组分羧酸酯、水和未转化醇作为塔顶馏出物、而留下未反应羧酸。将塔顶馏出物充入第二个蒸馏塔中，从中(a)包含醇或共沸物的塔顶馏出物再循环至酯化反应；(b)将包含羧酸酯和水的液体产物从剥离段抽出，在相分离容器中分离成水和羧酸酯，将羧酸酯返回蒸馏塔侧面出料口的下部；(c)取出的塔底产物是羧酸酯。US4889950描述的实施例中采用的催化剂是硫酸。

一种适用于EP-A-0087870方法步骤(1)的优选的乙酸甲酯生产方法描述于EP-B-0060719，它描述了一种乙酸甲酯的生产方法，包括在酯化反应器中在高温下在酯化催化剂和共沸剂存在下与乙酸反应生成包含共沸剂、乙酸甲酯和水的产物；其中共沸剂微溶于水并与其形成最低共沸物；然后，在蒸馏塔中，从产物中回收包含乙酸甲酯的塔顶馏分，其特点是由塔中部除去包含水和共沸剂的支流馏分，共沸剂再循环至反应容器或蒸馏塔中。该发明的特别优选的实施例据说包括将甲醇和乙酸连续送入顶部装有蒸馏柱的升温的反应釜中，釜中包含共沸剂、乙酸和酯化催化剂，从而制得包含乙酸甲酯、水未反应甲醇

、未反应乙酸、催化剂和共沸剂的产物，取出主要包含乙酸甲酯以及少许甲醇和水的塔顶馏分，将其冷凝。其特点是该方法包括将部分冷凝的塔顶馏分返回塔中作为初级回流，而在反应釜中剩下包含催化剂、乙酸、共沸剂和少许水的残余馏分，从塔中部取出包含水、乙酸甲酯和共沸剂以及少许甲醇的液体侧线馏分。用倾析的方法将侧线馏分分离为上层有机相和下层水相，上层有机相中主要包含共沸剂和少量乙酸甲酯；下层水相中主要包含水和少量乙酸甲酯和甲醇。然后，将分出的有机相由低于侧线馏分出口处送返塔中。

在酯化过程中回收的乙酸甲酯用于下流操作的整个过程中，有时必须关闭下流操作。例如EP-A-0087870所述通过羰基化方法来生产乙酐。这时，酯化过程最好处于“待用”或“暂停”状态。可以在每次下流操作中止时关闭酯化过程或提供中间体产物贮槽，但两种选择都不够经济。

我们现在提出一种以“待用”形式操作酯化过程的方法，“待用”形式可在很短时间内再启动，从而促成了下流操作的迅速建立。

因而，本发明提供一种生产乙酸甲酯的方法，该方法是采用乙酸甲酯下流的整体方法的一个步骤，该方法包括将甲醇和乙酸连续送入反应器中，在酯化催化剂和高温下生成包含乙酸甲酯和水的产物；蒸馏回收酯化产物中的乙酸甲酯，经过或不经过进一步纯化，将回收的乙酸甲酯送入下流操作；共沸蒸馏从酯化产物中回收水，从过程中移去回收的水，进一步提纯或不提纯；其特征在于该方法通过以下各步以“待用”形式操作( a) 关闭酯化反应器的甲醇和乙酸进料；( b) 将回收的乙酸甲酯再循环至酯化反应器，而不使其进入下流操作；和( c) 将回收的水再循环至酯化反应器，而不是从过程中除去。

本发明方法通过以下过程解决了上述技术问题，即，将酯化产物再循环至酯化反应器，在反应器中，在高温和酯化化合物存在下，保

持反应组成使产物回收蒸馏步骤继续工作，而过程却以“待用”形式操作。这便使得该过程在很短时间内再启动，从而促成了下流操作的迅速建立。将过程置于“待用”形式时可能必须调节蒸馏回流以免倾泻。

整体过程最好是通过乙酸甲酯羰基化生产乙酐的过程，可联产或不联产纯乙酸。该过程的正常操作详见EP-A-0087870，该文作为参考文献并入本文。

本发明的酯化方法可以是任何适当的酯化方法，该方法在正常操作下生产乙酸甲酯供给“待用”形式相反的下流操作中，包括在高温和酯化催化剂存在下，在酯化反应器中甲醇和乙酸连续反应生成乙酸甲酯和水，蒸馏回收乙酸甲酯用于下流操作，共沸蒸馏回收水。适当的方法描述于EP-A-0060717; US4889950和EP-B-0060719。

按照本发明的第一实施例，与“待用”操作(见上述欧洲专利申请EP-A-0060717，其内容被本文引作参改)相反，酯化过程可产生用于整体过程下流操作的乙酸甲酯。从而，按照该实施例，在酯化催化剂存在下，甲醇与乙酸在酯化反应器中高温下生成包含乙酸甲酯和水的产物；酯化产物在第一个蒸馏塔中，在共沸剂存在下蒸馏生成包含乙酸甲酯、共沸剂和水的塔顶馏出物，其中共沸剂微溶于水并与之形成最低共沸物；从乙酸甲酯和共沸剂中分出水，然后在第二个蒸馏塔中蒸馏将乙酸甲酯作为塔顶馏分与共沸剂分离。共沸剂可以返回酯化反应容器或第一个蒸馏塔中。在该实施例中，适当的酯化催化剂可以是无机酸(如硫酸)或有机酸(如甲苯对磺酸)。用于水共沸蒸馏的共沸剂可以是任何微溶于水并且与水形成最低共沸物的烃、醚、酯或酮。该酯化过程的详细操作见EP-A-0060717。

该实施例的过程按本发明的“待用”形式操作，它包括(i)关闭通往酯化反应器的甲醇和乙酸进料；和(ii)将酯化反应器产物蒸

得的水和乙酸甲酯再循环至酯化反应器。乙酸甲酯可以与共沸剂一起再循环至酯化反应器，这时，按常规方法将第二个蒸馏塔旁通并且或者关闭或者置于“暂停”状态。也可操作第二个塔，从共沸剂中分出乙酸甲酯，乙酸甲酯再循环至酯化反应器，共沸剂再循环至第一蒸馏塔和/或酯化反应器。

按照本发明的第二实施例，与“待用”操作(见上述美国专利US 4889950，其内容被本文引为参改)相反，酯化过程可产生用于整体过程下流操作的乙酸甲酯。从而，在该实施例中，将羧酸与低沸点醇在酯化催化剂(如硫酸)存在下反应制得羧酸酯，它包括将反应混合物充入第一个蒸馏塔中，反应组分羧酸酯、水和未转化醇(不包括未反应羧酸)作为塔顶馏出物取出，将其充入第二个蒸馏塔，然后从该塔的剥离段抽出：(a) 包含醇或共沸剂的塔顶产物，该塔顶产物再循环至酯化反应器，(b) 包含羧酸酯和水的副产物；在相分离容器中分离成水和羧酸酯，羧酸酯再从侧面出料口的下面返回蒸馏塔，和(c) 取出的塔底产物是羧酸酯。该过程通过将酯化反应器的醇和酸进料关闭并将酯和水再特环至酯化反应器而使之处于“待用”形式。

按照本发明的第三个也是优选的实施例，与“待用”操作(见上述欧洲专利EP-B-0060719，其内容被本文引为参改)相反，酯化过程可产生用于整体过程下流操作的乙酸甲酯。从而，在本发明的该实施例中，在酯化催化剂和共沸剂存在下，将甲醇在高温下与乙酸在酯化反应容器中反应生成包含共沸剂、乙酸甲酯和水的酯化产物，其中共沸剂微溶于水，且与之生成最低共沸物，在蒸馏塔中回收得到包含乙酸甲酯的塔顶馏分，从塔中部取出包含水和共沸剂的侧线馏分，将共沸剂再循环至反应容器和/或馏塔。该实施列的过程通过下述方法实现本发明的“待用”形式：将酯化反应容器的醇和酸进料关闭并将乙酸甲酯和水再循环至酯化反应容器。

按照本发明第三个实施例的优选实施例，提供了生产乙酸甲酯的方法，该方法是采用乙酸甲酯下流操作的整体方法的一个步骤，该方法包括将甲醇和乙酸连续送入酯化反应器中，所述反应器中包含(i)微溶于水并与之形成最低共沸物的共沸剂(ii)乙酸和(iii)酯化催化剂，制得主要包含乙酸甲酯、未反应甲醇、共沸剂和水的产物，将产物在蒸馏塔中蒸馏得主要包含乙酸甲酯的塔顶馏分。将塔顶馏分冷却，部分塔顶馏出物返回塔中作为初级回流，而剩余乙酸甲酯可经过或不经进一步纯化流往下流操作，从塔中部取出包含水、乙酸甲酯和共沸剂以及少许甲醇的液体侧线馏分，冷却，倾析分离为主要包含共沸剂和少许乙酸甲酯的上层有机相和主要包含水和少许乙酸甲酯以及甲醇的下层水相，从塔中低于侧线馏分出口处将分出的有机相返回塔中，而将分出的水相送入剥离塔，塔中碱性水性馏分与塔顶馏分分离，从过程中除去塔底水性馏分，而将塔顶馏分再循环至酯化反应器和/或蒸馏塔，其特征在于：该过程通过下列步骤以“待用”形式操作：

(i) 将酯化反应器的甲醇和乙酸进料关闭；

(ii) 将蒸馏分离出的几乎全部剩下的乙酸甲塔顶馏分再循环至酯化反应器，而不是将其送入下流操作，

(iii) 将倾析步骤的下层水相中的水再循环至酯化反应器，并且

(iv) 调节蒸馏塔的回流，以免塔中出现倾泻。

优选实施例通过下列各步以本发明的“待用”形式操作：

(i) 将酯化反应器的甲醇和乙酸进料关闭；

(ii) 将蒸馏分离出的几乎全部乙酸甲酯塔顶馏分再循环至酯化反应器，而不是将其送入下流操作，

(iii) 将倾析步骤的下层水相中的水再循环至酯化反应器，并

且

(iv) 调节蒸馏塔的回流，以免塔中出现倾泻。

在优选实施例中，下层水相中的水可通过走剥离塔旁路并直接返回酯化反应器的方法再循环至酯化反应器，按常规方法剥离塔或者关闭，或者保持在无进料或出料的回流或接近回流的待用状态。或者，在一个优选实施例中，下层水相可通过继续操作的剥离塔，底部水馏分返回酯化反应器和/或蒸馏塔，这便降低了在酯化反应器操作时启动和关闭剥离塔引起的效应，特别当剥离塔除进料外没有安装回流源时，使之不能在或接近回流的“待用”状态下操作。

当需要乙酸甲酯下流时，该过程可以很方便地通过以下各步再次由“待用”形式转变为操作形式：(a) 重新开始向酯化反应器中送入甲醇和乙酸，(b) 将蒸馏分离出的全部乙酸甲酯塔顶馏分送往下流操作，(c) 停止将倾析阶段下层水相的水再循环至酯化反应器，如果处于“待用”或关闭状态还可以再启动剥离塔，和(d) 将蒸馏塔回流调至正常值。

在本发明的第三个实施例中，可将共沸剂适当地加到酯化反应器或蒸馏塔的运当部位，共沸剂可以是任何微溶于水并与之形成最低共沸物的烃、醚、酯或酮。适宜的共沸剂的例子有：甲苯、二异丁基醚、乙酸正丁酯和异丁酯以及甲基异丁基酮。共沸剂最好是乙酸酯，例如乙酸正丁酯。采用乙酸酯的一个优点是它能够“原位”生成，例如：在反应混合物中掺入正丁醇便可生成乙酸正丁酯。乙酸甲酯(b.p. 57℃) 和乙酸丁酯(b.p. 126℃) 很容易通过蒸馏分离。共沸剂的用量以反应混合物总重为基准高于1%为宜，最好为20~60%。(均为重量百分数)。由于几乎全部共沸剂都留在塔中，仅有少量共沸剂散失在塔顶馏分和侧线馏分水相中，最好向酯化反应器中再加少量共沸剂以补偿上述散失。

在本发明的第三个实施例中，酯化催化剂可以是适当的无机酸（如硫酸）或有机酸（如对甲苯磺酸或甲磺酸），其中优选甲磺酸。酯化催化剂的用量可以是反应混合物重量的0.1~10%，优选2~6%（均为重量百分数）。

第三个实施例中酯化反应器的进料以包含等摩尔量甲醇和乙酸为宜。最初送进酯化反应器中的甲醇和/或乙酸是否含水并不重要。酯化反应器可以与蒸馏塔或总体过程分开。酯化反应器以包括蒸馏塔的再沸釜为宜。蒸馏塔以包括不少于8块理论板为宜，最好包括15至50块理论板。只要酯化反应器与蒸馏塔是分开的，那么最好将塔底残留物再循环至酯化反应器中。蒸馏塔可适当地装上有利于取出液体侧线馏分的装置，该装置可以是深堰的形式或烟囱式盘，装在塔侧线馏分出口处的紧下方。采用上述装置有利于塔中的相分离使得侧线馏分中水的浓度能达到最大值，从而节省了能量。

操作产生用于总体过程下流的乙酸甲酯的过程与“待用”操作相反，详见上述欧洲专利EP-B-0060719，该文的内容作为参政文献并入本文。一般地，酯化反应在90~120℃下进行，最好在95~115℃下进行。初级回流比以1:2至10:1为宜，最好为1:1至5:1。常压操作时，最好由塔温为75~90℃处取出侧线馏分，用理论板来说，该处从塔底往上以不少于5块板为宜，最好不少于10块板。

本发明方法的优选实施例可参照附图进一步说明。附图是简化的流程图。

在正常的操作中，将甲醇经管线1送入酯化反应器2，反应器2中装有作为酯化催化剂的甲磺酸、作为共沸剂的乙酸正丁酯和乙酸。反应器2与蒸馏塔3之间由管线6和26连接。反应器2和蒸馏塔3被再沸器30加热。反应器起着蒸馏塔釜的作用，塔中包含41个塔盘包括作为塔盘21的烟囱式塔盘4（塔盘编号由塔底往塔顶数）。乙酸经管线5送入

蒸馏塔3，再从蒸馏塔3经管线26与蒸馏塔液体一道流到反应器2。从反应器2顶部取出的包含未反应甲醇、水、乙酸甲酯和乙酸正丁酯的馏分经管线6送往蒸馏塔。蒸馏塔3的塔顶馏分经管线7取出，该馏分主要包含乙酸甲酯和少量甲醇、乙酸正丁酯、乙酸和水。该馏分在冷凝器8中冷却，经管线9流往回流鼓10，再经管线11流出。从鼓中取出的乙酸甲酯经管线12分开为几部分。第一部分经管线13再循环至蒸馏塔3顶部作为初级回流。第二部分沿管线27流往下流操作，例如，EP-A-0087870所述的羰基化过程。液体侧流从烟囱式塔盘4形成的深堰中取出，经管线15，流经冷却器16，再经管线17送入倾析容器18。在倾析容器18中分离成油相和水相。油相主要含有乙酸正丁酯，将油相从倾析容器18中取出经管线19再循环至蒸馏塔3的盘20上。主要含有水和乙酸甲酯的水相从倾析容器18中取出，经管线20流往剥离塔22，从塔中沿管线23回收塔底水性馏分，在正常操作下，流过管线24，流往排废池。从剥离塔回收塔顶馏分，沿管线25流往蒸馏塔底。

该过程通过以下步骤以“待用”形式操作：

( i ) 关闭分别沿管线1和6流往酯化反应器的甲醇和乙酸进料；

( ii ) 沿管线14将蒸馏分离出的几乎全部剩下的乙酸甲酯借顶馏分再循环至酯化反应器，而不是将其送去下流操作；

( iii ) 将剥离塔关闭并将倾析器18的下层水相沿管线21再循环至酯化反应器2，而不送往剥离塔，这时剥离塔由于除进料外没有回流，因而不能以“待用”形式操作；或者，继续操作剥离塔22，将塔底馏分沿管线26再循环至酯化反应器，而不沿管线24送往排废池。并且继续将塔顶馏分沿管线25再循环至蒸馏塔，和

( iv ) 调节蒸馏塔3的回流，以免塔中出现倾泻。

该过程通过以下各步返回正常操作。

( a ) 再开启分别沿管线1和5流往酯化反应器的甲醇和乙酸进料；

( b) 沿管线27将蒸馏分离出的全部乙酸甲酯塔顶馏分送往下流操作, 并且停止将倾析器18的下层水相直接再循环至酯化反应器并且再开启剥离塔; 或者继续操作剥离塔, 停止将剥离塔底部馏分再循环至酯化反应器, 和

( d) 将蒸馏塔的回流调节至正常操作值。

