



(51) МПК
C07C 51/12 (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
C07C 53/08 (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011143873/04, 05.03.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 05.03.2010

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 30.03.2009 US 12/383,896

(43) Дата публикации заявки: 10.05.2013 Бюл. № 13

(45) Опубликовано: 27.07.2014 Бюл. № 21

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: EP 0686619 A1, 13.12.1995. US 4102922
 A, 25.07.1978. US 5599976 A1, 04.02.1997. UA
 66908 C2, 15.06.2004. SU 332072 A1, 14.03.1972

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
 национальной фазе: 31.10.2011

(86) Заявка РСТ:
 US 2010/000678 (05.03.2010)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2010/117400 (14.10.2010)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Большая Спасская, 25, стр.
 3, ООО "Юридическая фирма "Городисский и
 Партнеры"

(72) Автор(ы):

**ХЭЛЛИНАН Ноэль (US),
 САЛИСБЕРИ Брайан А. (US),
 ГО Шао-Хуа (US)**

(73) Патентообладатель(и):

**ЛАЙОНДЕЛЛ КЕМИКАЛ
 ТЕКНОЛОДЖИ, Л.П. (US)**

**(54) УДАЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ УГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ ПОЛУПРОДУКТОВ ПРОИЗВОДСТВА
 УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к усовершенствованному способу удаления примеси углеводов из полупродукта производства уксусной кислоты, включающему экстракцию полупродукта агентом, экстрагирующим углеводороды, с образованием легкой фазы, содержащей примесь углеводов и экстрагирующий агент, и тяжелой фазы, содержащей уксусную кислоту, где полупродукт содержит йодистый метил, уксусную кислоту, метилацетат и примесь углеводов. Изобретение относится также к способу производства уксусной кислоты, включающему

а) взаимодействие метанола и монооксида углерода в присутствии катализатора карбонилирования, стабилизатора катализатора, йодистого метила, воды и метилацетата с получением потока уксусной кислоты, содержащего примесь углеводов; б) разделение мгновенным испарением потока уксусной кислоты на паровой поток, содержащий уксусную кислоту, воду, метанол, метилацетат, йодистый метил и примесь углеводов, и жидкий поток, содержащий катализатор и стабилизатор катализатора; в) разделение парового потока со стадии б) перегонкой на

поток продукта, содержащий уксусную кислоту и воду, и верхний погон, содержащий йодистый метил, воду, метилацетат, уксусную кислоту и примесь углеводов; d) конденсацию верхнего погона со стадии с) с образованием легкой водной фазы, содержащей воду и уксусную кислоту, метилацетат, и тяжелой органической фазы, содержащей йодистый метил, уксусную кислоту, воду и примесь углеводов; e) перегонку тяжелой органической фазы со стадии d) на

паровой поток, содержащий йодистый метил, и нижний поток, содержащий уксусную кислоту, йодистый метил, воду и примесь углеводов; и f) экстракцию нижнего потока со стадии e) углеводородным экстрагирующим агентом и образование легкой фазы, содержащей примесь углеводов и экстрагирующий агент, и тяжелой фазы, содержащей йодистый метил, воду и уксусную кислоту. 2 н. и 11 з.п. ф-лы, 6 пр.

RU 2 5 2 3 9 1 0 C 2

RU 2 5 2 3 9 1 0 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07C 51/12 (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
C07C 53/08 (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2011143873/04, 05.03.2010**

(24) Effective date for property rights:
05.03.2010

Priority:

(30) Convention priority:
30.03.2009 US 12/383,896

(43) Application published: **10.05.2013** Bull. № 13

(45) Date of publication: **27.07.2014** Bull. № 21

(85) Commencement of national phase: **31.10.2011**

(86) PCT application:
US 2010/000678 (05.03.2010)

(87) PCT publication:
WO 2010/117400 (14.10.2010)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. Bol'shaja Spasskaja, 25, str. 3,
OOO "Juridicheskaja firma "Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**KhEhLLINAN Noehl' (US),
SALISBERI Brajan A. (US),
GO Shao-Khua (US)**

(73) Proprietor(s):

**LAJONDELL KEMIKAL TEKNOLODZHI,
L.P. (US)**

(54) **REMOVING HYDROCARBON IMPURITIES FROM ACETIC ACID PRODUCTION INTERMEDIATE PRODUCT**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to an improved method of removing hydrocarbon impurities from an intermediate product of production of acetic acid, which includes extracting the intermediate product with a hydrocarbon extracting agent to form a light phase containing the hydrocarbon impurity and the extracting agent, and a heavy phase containing acetic acid, where the intermediate product contains methyl iodide, acetic acid, methyl acetate and the hydrocarbon impurity. The invention also relates to a method of producing acetic acid, which includes a) reacting methanol and carbon monoxide in the presence of a carbonylation catalyst, a catalyst stabiliser, methyl iodide, water and methyl acetate to obtain an acetic acid stream containing a hydrocarbon impurity; b) dividing, by flash evaporation, the acetic acid stream into a vapour stream containing acetic acid, water, methanol, methyl acetate, methyl iodide and the hydrocarbon impurity, and a liquid

stream containing the catalyst and the catalyst stabiliser; c) dividing the vapour stream from step b) by distillation into a product stream containing acetic acid and water, and an overhead product containing methyl iodide, water, methyl acetate, acetic acid and the hydrocarbon impurity; d) condensing the overhead product from step c) to form a light aqueous phase containing water and acetic acid, methyl acetate and a heavy organic phase containing methyl iodide, acetic acid, water and the hydrocarbon impurity; e) distilling the heavy organic phase from step d) into a vapour stream containing methyl iodide, and a lower stream containing acetic acid, methyl iodide, water and the hydrocarbon impurity; and f) extracting the lower stream from step e) with a hydrocarbon extracting agent and forming a light phase containing the hydrocarbon impurity and the extracting agent, and a heavy phase containing methyl iodide, water and acetic acid.

EFFECT: improved method of removing hydrocar-

bon impurities from an acetic acid production intermediate product.

13 cl, 6 ex

R U 2 5 2 3 9 1 0 C 2

R U 2 5 2 3 9 1 0 C 2

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

Изобретение относится к производству уксусной кислоты. Более конкретно, изобретение относится к способу удаления примесей углеводородов из полупродукта производства уксусной кислоты.

5 ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Уксусную кислоту получают в промышленности карбонилированием метанола. До 1970 года уксусную кислоту получали с использованием кобальтового катализатора. В 1970 Монсанто (Monsanto) был разработан в качестве катализатора карбонилйодид родия. Родиевый катализатор значительно более активен, чем кобальтовый катализатор и допускает более низкие давление и температуру реакции. Наиболее важно, что 10 родиевый катализатор обеспечивает высокую селективность в отношении уксусной кислоты.

Одна из проблем, связанных со способом производства Монсанто, состоит в том, что для получения водорода в реакторе за счет реакции конверсии водяного газа 15 ($\text{CO} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{H}_2$) необходимо большое количество воды (около 14%). Вода и водород требуются для взаимодействия с осажденным Rh(III) и неактивным $[\text{Rh}_4(\text{CO})_2]$ для регенерирования активного Rh(I) катализатора. Такое большое количество воды увеличивает количество йодида водорода, который весьма агрессивен и приводит к технологическим проблемам. Кроме того, удаление большого количества воды из 20 продукта уксусной кислоты дорогостояще.

В конце 70-х Целанезе (Celanese) модифицировал процесс карбонилирования путем добавления при карбонилировании в реакционную смесь соли йодида лития. Соль йодида лития увеличивает стабильность катализатора в результате минимизирования 25 побочных реакций, которые вызывают неактивные виды Rh(III), и потому количество необходимой воды уменьшается. Однако высокая концентрация соли, йодида лития, промотирует коррозию реакционных сосудов под напряжением с образованием трещин. Более того, применение солей йодистоводородной кислоты, йодидов, повышает загрязнение йодидами продукта, уксусной кислоты.

В начале '90-х Millennium Petrochemicals разработал новую родиевую каталитическую систему карбонилирования, которая не использует йодидной соли. Каталитическая система использует в качестве стабилизатора катализатора пятивалентный оксид VA 30 группы, такой как оксид трифенилфосфина. Каталитическая система Millennium не только уменьшает количество необходимой воды, но также повышает скорость карбонилирования и выход уксусной кислоты. См. патент США № 5817869.

Еще одна из важных проблем промышленности состоит в удалении из реакции карбонилирования метанола примесей углеводородов, таких как алканы и ароматические углеводороды. Способы удаления алканов из уксусной кислоты известны. Например, способ удаления алкана предложен в патенте США № 4102922. Согласно 40 патенту '922 движущийся поток из тяжелой фазы, которая содержит йодистый метил, уксусную кислоту, воду и алканы, подают в колонну перегонки алкана с температурой верха колонны около 75°C и температурой в нижней части колонны около 142°C. Температуру в нижней части колонны поддерживают значительно выше, чем в верхней части, чтобы минимизировать потерю йодистого метила в нижнем потоке. Верхний погон перегонки алкана, содержащий в основном йодистый метил, возвращают в зону 45 реакции. Нижний поток, содержащий около 50% уксусной кислоты и около 40% алкана, удаляют из системы в качестве отхода. Проблема, связанная с указанным способом, состоит в том, что в результате высокой температуры в нижней части колонны низкокипящие алканы, такие как 2-метилпентан, поступают в верхний поток йодистого

метила. Результатом образования низкокипящих алканов в реакционной системе в виде верхнего потока йодистого метила является их возвращение в реакцию карбонилирования.

5 Существует необходимость в новом способе удаления алканов и других углеводородных примесей из процесса производства уксусной кислоты. В идеале таким способом можно эффективно удалять примеси как высококипящих, так и низкокипящих углеводородов из процесса производства уксусной кислоты.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

10 Изобретение представляет собой способ удаления примесей углеводородов из полупродукта производства уксусной кислоты. Способ предусматривает экстрагирование полупродукта агентом, экстрагирующим углеводороды, с образованием легкой фазы, содержащей примесь углеводородов и экстрагирующий агент, и тяжелой фазы, содержащей уксусную кислоту. Предпочтительно производят экстракцию нижнего потока перегонки алканов, который содержит йодистый метил, уксусную кислоту и примеси углеводородов.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Примеси углеводородов образуются в результате побочных реакций карбонилирования метанола. Примеры примесей углеводородов включают алканы, алкены и ароматические углеводороды. Примеси алканов, обычно встречающиеся при карбонилировании метанола, представляют собой C₃-C₁₂-алканы, включая пропан, бутан, пентан, 2-метилбутан, 2,3-диметилбутан, 2-метилпентан, 3-метилпентан, гексан, октан, декан, циклогексан, подобные углеводороды и их смеси. Обычно встречающиеся алкены включают пропилен, бутен, октен, подобные углеводороды и их смеси. Обычно встречающиеся ароматические углеводороды включают бензол, пара-пропилбензол, толуол, ксилол, подобные углеводороды и их смеси.

Реакцию карбонилирования проводят в присутствии катализатора карбонилирования и стабилизатора катализатора. Подходящие катализаторы карбонилирования включают катализаторы, известные в промышленном производстве уксусной кислоты. Примеры подходящих катализаторов карбонилирования включают родиевые катализаторы и иридиевые катализаторы.

Подходящие родиевые катализаторы указаны, например, в патенте США № 5817869. Подходящие родиевые катализаторы включают металлический родий и соединения родия. Предпочтительно соединения родия выбраны из группы, состоящей из солей родия, оксидов родия, ацетатов родия, родийорганических соединений, координационных соединений родия, подобных соединений и их смесей. Более предпочтительно соединения родия выбраны из группы, состоящей из Rh₂(CO)₄I₂, Rh₂(CO)₄Br₂, Rh₂(CO)₄Cl₂, Rh(CH₃CO₂)₂, Rh(CH₃CO₂)₃, [H]Rh(CO)₂I₂, подобных соединений и их смесей. Наиболее предпочтительные соединения родия выбраны из группы, состоящей из [H]Rh(CO)₂, Rh(CH₃CO₂)₂, подобных соединений и их смесей.

Подходящие иридиевые катализаторы указаны, например, в патенте США № 5932764. Подходящие иридиевые катализаторы включают металлический иридий и соединения иридия. Примеры подходящих соединений иридия включают IrCl₃, IrI₃, IrBr₃, [Ir(CO)₂]₂, [Ir(CO)₂Cl]₂, [Ir(CO)₂Br]₂, [Ir(CO)₄I₂]⁻H⁺, [Ir(CO)₂Br₂]⁻H⁺, [Ir(CO)₂I₂]⁻H⁺, [Ir(CH₃)I₃(CO)₂]⁻H⁺, Ir₄(CO)₁₂, IrCl₃·4H₂O, IrBr₃·4H₂O, Ir₃(CO)₁₂, Ir₂O₃, IrO₂, Ir(acac)(CO)₂, Ir(acac)₃, Ir(OAc)₃, [Ir₃O(OAc)₆(H₂O)₃][OAc] и H₂[IrCl₆]. Предпочтительно соединения иридия выбирают из группы, состоящей из ацетатов, оксалатов, ацетоацетатов, подобных

соединений и их смесей. Более предпочтительны соединения иридия, представляющие собой ацетаты.

Иридиевый катализатор предпочтительно используют с сокатализатором.

5 Предпочтительные сокатализаторы включают металлы и соединения металлов, выбранные из группы, состоящей из осмия, рения, рутения, кадмия, ртути, цинка, галлия, индия и вольфрама, их соединений, подобных соединений и их смесей. Более предпочтительные сокатализаторы выбирают из группы, состоящей из соединений рутения и соединений осмия. Наиболее предпочтительные сокатализаторы представляют собой соединения рутения. Предпочтительно сокатализаторы представляют собой ацетаты.

10 Предпочтительно реакцию проводят в присутствии стабилизатора катализатора. Подходящие стабилизаторы катализатора включают стабилизаторы, известные в промышленности. Вообще существуют два типа стабилизаторов катализатора. Первый тип стабилизатора катализатора представляет собой соль йодида металла, такой как йодид лития. Второй тип стабилизатора катализатора является несолевым
15 стабилизатором. Предпочтительные несолевые стабилизаторы представляют собой оксиды пентавалентных элементов VA группы. См. патент США № 5817869. Более предпочтительны фосфиноксиды. Наиболее предпочтительны оксиды трифенилфосфина.

Реакцию карбонилирования предпочтительно проводят в присутствии воды.

Предпочтительно концентрация воды составляет от примерно 2 мас.% до примерно 14
20 мас.% в расчете на общую массу реакционной смеси. Более предпочтительно концентрация воды составляет от примерно 2 мас.% до примерно 10 мас.%. Наиболее предпочтительно концентрация воды равна от примерно 4 мас.% до примерно 8 мас.%.

Реакцию предпочтительно проводят в присутствии метилацетата. Метилацетат может быть образован *in situ*. При желании метилацетат может быть добавлен в реакционную
25 смесь в качестве исходного вещества. Предпочтительно концентрация метилацетата составляет от примерно 2 мас.% до примерно 20 мас.% в расчете на общую массу реакционной смеси. Более предпочтительно концентрация метилацетата составляет от примерно 2 мас.% до примерно 16 мас.%. Наиболее предпочтительно концентрация метилацетата равна от примерно 2 мас.% до примерно 8 мас.%. В качестве альтернативы
30 в реакции карбонилирования может быть использована смесь метилацетата и метанола из потоков побочного продукта гидролиза/метанолиза поливинилацетата.

Реакцию проводят в присутствии йодистого метила. Йодистый метил является промотором катализатора. Предпочтительно концентрация йодистого метила составляет от примерно 0,6 мас.% до примерно 36 мас.% в расчете на общую массу реакционной
35 смеси. Более предпочтительно концентрация йодистого метила составляет от примерно 4 мас.% до примерно 24 мас.%. Наиболее предпочтительно концентрация йодистого метила равна от примерно 6 мас.% до примерно 20 мас.%. В качестве альтернативы йодистый метил может быть генерирован в реакторе карбонилирования путем добавления йодистого водорода (HI).

40 В реактор также может быть введен водород. Добавление водорода может повысить эффективность карбонилирования. Предпочтительно концентрация водорода в реакторе составляет от примерно 0,1 мол.% до примерно 5 мол.% в расчете на монооксид углерода. Более предпочтительно концентрация водорода в реакторе равна от примерно 0,3 мол.% до примерно 3 мол.% от монооксида углерода.

45 Метанол и монооксид углерода подают в реактор карбонилирования. Подача метанола в реактор карбонилирования может идти из установки синтезгаз-метанол или из любого другого источника. Метанол не взаимодействует непосредственно с монооксидом углерода с образованием уксусной кислоты. Он превращается в йодистый

метил в результате взаимодействия с присутствующим в реакторе йодистым водородом и затем реагирует с монооксидом углерода и водой с образованием уксусной кислоты и регенерацией йодистого водорода. Монооксид углерода не только становится частью молекулы уксусной кислоты, но также играет важную роль в образовании и

5 устойчивости активного катализатора.

Реакцию карбонилирования предпочтительно проводят при температуре в интервале от примерно 150°C до примерно 250°C. Более предпочтительно реакцию проводят при температуре в интервале от примерно 150°C до примерно 200°C. Реакцию карбонилирования предпочтительно проводят под давлением в интервале от примерно

10 200 фунт/кв. дюйм до примерно 2000 фунт/кв. дюйм. Более предпочтительно реакцию проводят под давлением в интервале от примерно 300 фунт/кв. дюйм до примерно 500 фунт/кв. дюйм.

Поток продукта уксусной кислоты отводят из реактора и разделяют мгновенным испарением на жидкую фракцию, содержащую катализатор и стабилизатор катализатора,

15 и паровую фракцию, содержащую продукт, уксусную кислоту, реагенты, воду, йодистый метил и примеси, образованные в процессе реакции карбонилирования, включая алканы, алкены и ароматические углеводороды. Жидкую фракцию возвращают в реактор карбонилирования. Паровую фракцию затем подают на дистилляционную колонну.

Дистилляционная колонна, так называемая "перегонка легких хвостов" отделяет

20 головной погон, содержащий йодистый метил, воду, метанол, метилацетат и примеси углеводородов, от потока, содержащего уксусную кислоту, небольшое количество воды и немного тяжелых примесей, таких как пропионовая кислота. Поток уксусной кислоты может быть направлен в колонну-сушилку для удаления воды и затем подвергнут дистилляции, так называемой "перегонке тяжелых хвостов" для удаления

25 тяжелых примесей.

Поток верхнего погона с перегонки легких хвостов обычно содержит от примерно 60 мас.% до примерно 90 мас.% йодистого метила, от примерно 5 мас.% до примерно 15 мас.% метилацетата, от примерно 1 мас.% до примерно 10 мас.% уксусной кислоты, 1 мас.% или менее воды, от примерно 1 мас.% до примерно 10 мас.% углеводородных

30 примесей и примерно 2 мас.% или менее примесей альдегидов в расчете на общую массу верхнего погона.

Поток верхнего погона конденсируют и разделяют в декантаторе на легкую водную фазу и тяжелую органическую фазу. Тяжелая органическая фаза содержит преимущественно йодистый метил (более 50%) и примеси углеводородов. Легкая водная

35 фаза содержит преимущественно воду (более 50%), уксусную кислоту и метилацетат. Водную фазу обычно возвращают в реактор или на перегонку легких хвостов.

По меньшей мере часть тяжелой органической фазы перегоняют с образованием парового потока, содержащего в основном йодистый метил (свыше 50% йодистого метила из тяжелой органической фазы) и нижнего потока, содержащего в основном

40 уксусную кислоту, метилацетат, йодистый метил и примеси углеводородов (более 50% каждого компонента из тяжелой органической фазы). Указанная дистилляция в промышленности представляет собой так называемую разгонку алканов. Температура верхнего погона разгонки алканов предпочтительно ниже примерно 75°C, так что с потоком паров не выходит значительное количество примесей углеводородов. Более предпочтительно температура верхнего погона разгонки алканов находится в интервале от примерно 43°C (температуры кипения йодистого метила) до примерно 75°C. Наиболее предпочтительно температура верхнего погона разгонки алканов находится в интервале от примерно 43° до примерно 60°C. Особенно предпочтительная температура верхнего

погона разгонки алканов находится в интервале от примерно 43°C до примерно 45°C. Чем ближе температура верхнего погона разгонки алканов к температуре кипения йодистого метила, тем меньше количество примесей углеводородов, находящихся в паровом потоке. Паровой поток возвращают в реакцию карбонилирования. Снижение температуры верхнего погона разгонки алканов, хотя и уменьшает примеси углеводородов в паровом потоке, приводит к более высокой концентрации йодистого метила в нижнем потоке. В соответствии с обычной промышленной практикой нижний поток считают отходами. Таким образом, отбрасывают увеличенное количество йодистого метила, дорогостоящего вещества.

Способ изобретения включает экстракцию примесей углеводородов из любого из указанных выше полупродуктов или потоков. Предпочтительно экстракцию проводят из нижнего потока разгонки алканов. Экстракцию осуществляют смешением нижнего потока разгонки алканов с экстрагирующим углеводороды агентом и образованием при этом легкой фазы, содержащей экстрагирующий агент и примеси углеводородов, и тяжелой фазы, которая содержит йодистый метил и уксусную кислоту.

Предпочтительно тяжелая фаза содержит менее 50% примесей углеводородов нижнего потока разгонки алканов. Более предпочтительно тяжелая фаза по существу не содержит примеси углеводородов. Тяжелая фаза может быть возвращена на разгонку алканов или в реакцию карбонилирования.

Агент, экстрагирующий углеводороды, предпочтительно выбирают из от C₉ до C₂₀ ароматических или парафиновых углеводородов. Экстрагирующий агент может представлять собой смесь воды с от C₉ до C₂₀ ароматическим или парафиновым углеводородом. Предпочтительно воду используют в количестве от примерно 5 об.% до примерно 50 об.% от объема агента, экстрагирующего углеводороды. Присутствие воды вызывает больший переход уксусной кислоты в тяжелую фазу, которая, как указано выше, может быть рециклизована. Легкая фаза может быть удалена или подвергнута очистке и возвращению экстрагирующего агента.

Предпочтительно экстракции подвергают от примерно 5% до примерно 100% нижней фазы разгонки алканов. Более предпочтительно экстрагированию подвергают от примерно 50% до примерно 100% нижней фазы разгонки алканов.

Предпочтительно отношение экстрагирующего агента к нижнему потоку разгонки алканов находится в интервале от 25/75 до 75/25 (об./об.). При желании нижний поток разгонки алканов может быть проэкстрагирован более одного раза.

Следующие примеры являются только иллюстративными. Специалисты в данной области техники могут обнаружить многие вариации в духе изобретения и в объеме формулы изобретения.

ПРИМЕР 1

Экстракция нижнего потока разгонки алкана пентадеканом

Имитированный нижний поток разгонки алканов (5 частей по объему, содержащий 15,0 мас.% йодистого метила, 14,3 мас.% октана и 70,7 мас.% уксусной кислоты) смешивают с пентадеканом (5 частей по объему) во флаконе при комнатной температуре (25°C). Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 1,76 по массе. Легкую фазу и тяжелую фазу анализируют путем измерений инфракрасных проб ATR (ослабленный полный коэффициент отражения). Легкая фаза содержит 12,9 мас.% октана, 4,1 мас.% йодистого метила, 17,3 мас.% уксусной кислоты и 65,7 мас.% пентадекана. Тяжелая фаза содержит 16,9 мас.% йодистого метила, 82,5 мас.% уксусной кислоты и <1 мас.% октана.

ПРИМЕР 2

Экстракция нижнего потока разгонки алканов пентадеканом

Пример 1 повторяют, но объемное отношение пентадекана к имитированному потоку разгонки алканов составляет 2,0. Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 4,11 по массе. Легкая фаза содержит 7,2 мас.% октана, 3,6 мас.% йодистого метила, 15,7 мас.% уксусной кислоты и 73,5 мас.% пентадекана. Тяжелая фаза содержит 16,5 мас.% йодистого метила, 87,2 мас.% уксусной кислоты и <1 мас.% октана.

ПРИМЕР 3

Экстракция нижнего потока разгонки алканов пентадеканом

Пример 1 повторяют, но объемное отношение пентадекана к имитированному потоку разгонки алканов составляет 3,0. Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 7,19 по массе. Легкая фаза содержит 5,1 мас.% октана, 2,2 мас.% йодистого метила, 14,7 мас.% уксусной кислоты и 78,0 мас.% пентадекана. Тяжелая фаза содержит 22,8 мас.% йодистого метила, 76,2 мас.% уксусной кислоты и <1 мас.% октана.

ПРИМЕР 4

Экстракция нижнего потока разгонки алканов додеканом

Имитированный нижний поток разгонки алканов (3 части по объему, содержащий 17,5 мас.% йодистого метила, 5,9 мас.% декана, 6,8 мас.% гексана и 89,8 мас.% уксусной кислоты) смешивают во флаконе с додеканом (3 части по объему) при комнатной температуре (25°C). Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 2,12 по массе. Легкую фазу и тяжелую фазу анализируют измерением инфракрасного излучения. Легкая фаза содержит 3,8 мас.% декана, 4,3 мас.% гексана, 5,1 мас.% йодистого метила, 26,1 мас.% уксусной кислоты и 60,6 мас.% додекана. Тяжелая фаза содержит 2,3 мас.% декана, 2,8 мас.% гексана, 21,1 мас.% йодистого метила и 73,8 мас.% уксусной кислоты.

ПРИМЕР 5

Экстракция нижнего потока разгонки алканов пентадеканом в присутствии воды

Имитированный нижний поток разгонки алканов (5 частей по объему) состава, как описано в примере 1, смешивают с пентадеканом (13 частей по объему) и водой (2 части по объему) во флаконе при комнатной температуре (25°). Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 1,99 по массе. Легкую фазу и тяжелую фазу анализируют измерением инфракрасного излучения. Легкая фаза содержит 3,3 мас.% октана, 6,4 мас.% йодистого метила, 4,7 мас.% уксусной кислоты и 85,6 мас.% пентадекана. Тяжелая фаза содержит 6,9 мас.% октана, 1,3 мас.% йодистого метила, 56,7 мас.% уксусной кислоты и 35,0 мас.% воды.

ПРИМЕР 6

Экстракция нижнего потока разгонки алканов пентадеканом в присутствии воды

Пример 5 повторяют, но имитированный нижний поток разгонки алканов смешивают с пентадеканом (10 частей по объему) и H₂O (5 частей по объему) во флаконе при комнатной температуре. Происходит разделение фаз. Отношение легкой фазы к тяжелой фазе равно 1,04 по массе. Легкую и тяжелую фазу анализируют измерением инфракрасного излучения. Легкая фаза содержит 6,2 мас.% октана, 8,2 мас.% йодистого метила, 1,0 мас.% уксусной кислоты и 84,6 мас.% пентадекана. Тяжелая фаза содержит 0,6 мас.% йодистого метила, 42,1 мас.% уксусной кислоты и 57,3 мас.% воды.

Формула изобретения

1. Способ удаления примеси углеводов из полупродукта производства уксусной

кислоты, включающий экстракцию полупродукта агентом, экстрагирующим углеводороды, с образованием легкой фазы, содержащей примесь углеводородов и экстрагирующий агент, и тяжелой фазы, содержащей уксусную кислоту, где полупродукт содержит йодистый метил, уксусную кислоту, метилацетат и примесь углеводородов.

- 5 2. Способ по п.1, где примесь углеводородов выбирают из группы, состоящей из алканов, алкенов, ароматических углеводородов и их смесей.
3. Способ по п.2, где алкан представляет собой C_3 - C_{12} алкан.
4. Способ по п.1, где полупродукт представляет собой нижний поток разгонки алканов.
- 10 5. Способ по п.1, где экстрагирующий агент представляет собой от C_9 до C_{20} ароматический или парафиновый углеводород.
6. Способ по п.1, включающий добавление воды при экстракции.
7. Способ производства уксусной кислоты, включающий:
- 15 а) взаимодействие метанола и монооксида углерода в присутствии катализатора карбонилирования, стабилизатора катализатора, йодистого метила, воды и метилацетата с получением потока уксусной кислоты, содержащего примесь углеводородов;
- б) разделение мгновенным испарением потока уксусной кислоты на паровой поток, содержащий уксусную кислоту, воду, метанол, метилацетат, йодистый метил и примесь углеводородов, и жидкий поток, содержащий катализатор и стабилизатор катализатора;
- 20 в) разделение парового потока со стадии б) перегонкой на поток продукта, содержащий уксусную кислоту и воду, и верхний погон, содержащий йодистый метил, воду, метилацетат, уксусную кислоту и примесь углеводородов;
- д) конденсацию верхнего погона со стадии в) с образованием легкой водной фазы, содержащей воду и уксусную кислоту, метилацетат, и тяжелой органической фазы, содержащей йодистый метил, уксусную кислоту, воду и примесь углеводородов; и
- 25 е) перегонку тяжелой, органической фазы со стадии д) на паровой поток, содержащий йодистый метил, и нижний поток, содержащий уксусную кислоту, йодистый метил, воду и примесь углеводородов; и
- 30 ф) экстракцию нижнего потока со стадии е) углеводородным экстрагирующим агентом и образование легкой фазы, содержащей примесь углеводородов и экстрагирующий агент, и тяжелой фазы, содержащей йодистый метил, воду и уксусную кислоту.
8. Способ по п.7, который включает возврат тяжелой фазы со стадии ф) на стадию а).
- 35 9. Способ по п.7, где катализатор представляет собой родиевый катализатор.
10. Способ по п.7, где стабилизатор катализатора представляет собой оксид трифенилфосфина.
11. Способ по п.7, где концентрация воды на стадии а) находится в интервале от 2 мас.% до 10 мас.% в расчете на реакционную смесь.
- 40 12. Способ по п.7, где примесь углеводородов выбирают из группы, состоящей из алканов, алкенов, ароматических углеводородов и их смесей.
13. Способ по п.7, где агент, экстрагирующий углеводороды, представляет собой от C_9 до C_{20} ароматический или парафиновый углеводород.

45