



-7M

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. G.	
Clase	C07
Subclase	C

MEMORIA DESCRIPTIVA
 de una Patente de Invención, a favor
 de: FARBENFABRIKEN BAYER AG., de na-
 cionalidad alemana, domiciliada en Le-
 verkusen-Bayerwerk (ALEMANIA) y de
 FARBWERKE HOECHST AG., vormalis Meis-
 ter Lucius & Brüning, de nacionalidad
 alemana domiciliada en Frankfurt (Main)
 -Höchst (ALEMANIA), por: "PROCEDIMIENTO
 PARA LA PRODUCCION DE ACETATO DE
 VINILO".

- = - = - = - = - = - = -

5 En la conocida reacción de etileno, ácido acético y oxígeno molecular en fase gaseosa para formar acetato de vinilo en presencia de catalizadores de soporte, que en calidad de componente activo contienen metales nobles del grupo VIII del Sistema Periódico de los elementos así como otros metales activadores, por ejemplo oro, se utiliza en general un ácido acético químicamente puro, que eventualmente contiene sólo agua. Las impurezas de los participantes en la reacción, especialmente del ácido acético, conducen frecuentemente a una prematura o temprana inactivación de los catalizadores.



Se ha encontrado ahora que un contenido de ácido fórmico en el ácido acético empleado no ejerce influencia ni sobre la actividad o la duración del catalizador ni sobre el rendimiento de acetato de vinilo. Esta comprobación tiene importancia económica, ya que con ello se hace posible el empleo de ácido acético que contiene ácido fórmico, el cual resulta por ejemplo de modo principal en el procedimiento de oxidación de hidrocarburos, o se forma como subproducto en procedimientos de epoxidación con ayuda de ácido peracético. En estos procedimientos, la eliminación del ácido fórmico lleva aparejados considerables costes.

En la realización del procedimiento según el invento no resulta a partir del ácido acético que contiene ácido fórmico ningún subproducto, tal como por ejemplo formiato de vinilo. El ácido fórmico experimenta en presencia del catalizador una descomposición cuantitativa en dióxido de carbono e hidrógeno, siendo oxidado el hidrógeno a agua, lo cual conduce a un consumo de oxígeno ligeramente elevado.

En particular, el invento concierne a un procedimiento para la preparación de acetato de vinilo por reacción de etileno, ácido acético y oxígeno molecular o aire en fase gaseosa, a temperatura elevada, en presencia de catalizadores de soporte, que contienen uno o varios de los metales rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio o platino, eventualmente en presencia de uno o varios de los metales activadores cobre, plata, oro, zinc, cadmio, estaño, plomo, cromo, molibdeno, wolframio, manganeso, hierro, cobalto o níquel, así como acetatos alcalinos o alcalino-térreos o compuestos alcalinos o alcalino-térreos, que bajo las condiciones de reacción pueden formar acetatos, el cual está caracterizado porque el ácido acético empleado contiene ácido fórmico, Se puede emplear un ácido acético con hasta 20% en peso, preferiblemen-



te con hasta 5% en peso, de ácido fórmico.

Las temperaturas de reacción pueden ser, como usualmente, de 120 a 250°C, preferiblemente de 150 a 200°C, y las presiones pueden ser de 0,5 a 20 atmósferas absolutas. El catalizador de soporte puede
5 contener por ejemplo 0,1 a 6, preferiblemente 0,5 a 2% en peso de paladio metálico, 0,01 a 10, preferiblemente 0,1 a 2% en peso de oro metálico, y 0,5 a 20% en peso de compuestos alcalinos y/o alcalino-térreos. Compuestos alcalinos y alcalino-térreos, que pueden formar acetatos bajo las condiciones de reacción, son por ejemplo los formiatos
10 y otros carboxilatos, los boratos, fosfatos, hidróxidos o carbonatos. En calidad de materiales de soporte se consideran por ejemplo ácido silícico (SiO_2), Kieselgur (tierra de diatomeas), óxido de aluminio, silicato de aluminio, fosfato de aluminio, piedra pómez, amianto, carburo de silicio o carbón activo.

15 El catalizador puede ser preparado según métodos conocidos, por ejemplo de acuerdo con los ejemplos de la DAS 1.244.766.

Ejemplo 1 (Ejemplo comparativo)

Sobre 1000 cm^3 de un catalizador que contiene 0,4% en peso de Pd, 0,12% en peso de Au y 2,8% de K en forma de acetato de potasio,
20 sobre ácido silícico en calidad de soporte, se hacen pasar por hora 700 litros en condiciones normales de etileno, 450 litros en condiciones normales de aire y 800 g de ácido acético en estado de vapor. La temperatura del catalizador es de 165 a 170°C y la presión es de 6 atmósferas absolutas. El gas que abandona el reactor es condensado y los
25 productos de reacción líquidos allí obtenidos son analizados. Se ha formado acetato de vinilo con un rendimiento de catalizador de 150 g por litro de catalizador y por hora, con un rendimiento de 88,5%, calculado con relación a la transformación de etileno.



Ejemplo 2.

Bajo las condiciones descritas en el Ejemplo 1, se hace reaccionar, además de etileno y aire, ácido acético con un contenido de 0,5% en peso de ácido fórmico. El rendimiento de catalizador es an
5 este caso de 155 g de acetato de vinilo por litro de catalizador y por hora, y el rendimiento es de 89%, calculado con relación a la transformación de etileno. El contenido de ácido fórmico en el condensado después del reactor se encontraba todavía por debajo del límite de detectabilidad por cromatografía gaseosa, de 0,02% bajo estas condiciones.

10

Ejemplo 3.

Un ensayo realizado de acuerdo con el ejemplo 1, con un contenido de ácido fórmico de 0,1% en peso en el ácido acético empleado dió un rendimiento de catalizador de 155 g de acetato de vinilo por litro de catalizador y por hora. El rendimiento también era de 89%,
15 calculado con relación a la transformación de etileno. También en este caso no se podría detectar ya ácido fórmico en el condensado crudo obtenido por vía de cromatografía gaseosa.

Ejemplo 4.

Un ensayo realizado de acuerdo con el Ejemplo 1, con un contenido de ácido fórmico de 3% en peso en el ácido acético empleado,
20 dió un rendimiento de contacto (o de catalizador) de 145 g de acetato de vinilo por litro de catalizador y por hora. El rendimiento también era de 89%, calculado con relación a la transformación de etileno. En el condensado crudo obtenido tampoco se podía detectar ya nada de ácido
25 fórmico.



07 MAR

N O T A .

Se reivindicán los términos siguientes:

5 1.- Procedimiento para la preparación de acetato de vinilo por reacción de etileno, ácido acético y oxígeno molecular o aire en fase gaseosa, a temperatura elevada en presencia de catalizadores de soporte, que contienen uno o más de los metales rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio o platino, eventualmente uno o más de los metales activadores cobre, plata, oro, zinc, cadmio, estaño, plomo, cromo, molibdeno, wolframio, manganeso, hierro, cobalto o níquel, así como acetatos alcalinos o alcalino-térreos o compuestos alcalinos o alcalino-térreos, que pueden formar acetatos bajo las condiciones de reacción, caracterizado porque el ácido acético empleado contiene ácido fórmico.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido acético contiene hasta 20% en peso, preferiblemente hasta 5% en peso, de ácido fórmico.

3.- PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ACETATO DE VINILO.

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria, la cual consta de CINCO HOJAS mecanografiadas por una sola cara y foliadas.

Madrid, 07 MAR 1969

CARLOS FERNÁNDEZ CANDELAS
P.F.