

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 803 473**

51 Int. Cl.:

C07C 69/15 (2006.01)

C07C 67/055 (2006.01)

C07C 67/60 (2006.01)

C07C 67/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.10.2011** **PCT/US2011/057627**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012** **WO12058196**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.10.2011** **E 11779922 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.06.2020** **EP 2632887**

54 Título: **Procedimientos para producir una composición de acetato de vinilo que tiene un contenido de impurezas bajo**

30 Prioridad:

28.10.2010 US 407684 P

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

26.01.2021

73 Titular/es:

**CELANESE INTERNATIONAL CORPORATION
(100.0%)**

**1601 West LBJ Freeway
Dallas, TX 75234, US**

72 Inventor/es:

**FREEMAN, JESSICA;
YAO, QIANG;
MOORE, LAUREN;
KOTSIANIS, ILIAS;
JOHNSTON, VICTOR y
HANKS, KEVIN**

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 803 473 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimientos para producir una composición de acetato de vinilo que tiene un contenido de impurezas bajo

5 SECTOR DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a procesos para producir acetato de vinilo y, en particular, a procesos mejorados para producir acetato de vinilo, procesos que reducen la cantidad de subproductos de acetato de vinilo en el producto de acetato de vinilo.

10 ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR

El acetato de vinilo es un monómero importante en la producción de productos de acetato de polivinilo y alcohol polivinílico. El acetato de vinilo se prepara convencionalmente poniendo en contacto ácido acético y etileno con oxígeno molecular para formar una composición de acetato de vinilo en bruto. La reacción se lleva a cabo, normalmente, en presencia de un catalizador adecuado, que puede comprender paladio, un promotor de acetato de metal alcalino y, opcionalmente, un copromotor, por ejemplo, oro o cadmio, sobre un soporte de catalizador. La Patente US 6,696,596, por ejemplo, indica que es bien conocido fabricar acetato de vinilo en una reacción en fase gaseosa con ácido acético y oxígeno o gases que contienen oxígeno sobre catalizadores de lecho fijo. La Patente US 6,040,474, como otro ejemplo, describe la fabricación de ácido acético y/o acetato de vinilo utilizando dos zonas de reacción en las que la primera zona de reacción comprende etileno y/o etano para oxidación a ácido acético, con la segunda zona de reacción que comprende ácido acético y etileno con las corrientes de producto que se separan posteriormente produciendo de este modo acetato de vinilo. Además, la Patente US 6,476,261 describe un proceso de oxidación para la producción de alquenos y ácidos carboxílicos, tales como el etileno y el ácido acético, que se hacen reaccionar para formar acetato de vinilo, lo que demuestra que se puede utilizar más de una zona de reacción para formar el acetato de vinilo.

Sin embargo, esta reacción de acetato de vinilo permite la producción de varias impurezas no deseadas, entre las que se incluyen, por ejemplo, residuos no volátiles tales como acetato de vinilo polimerizado, etileno polimerizado y fracciones pesadas, tales como ácido acetoxiacético. La formación de estos subproductos es perjudicial en muchos aspectos. Por ejemplo, la formación de estos subproductos reduce el rendimiento de acetato de vinilo y puede provocar incrustaciones en los equipos de producción de acetato de vinilo, por ejemplo, torres de purificación y vaporizadores.

Convencionalmente, se utiliza una torre de fracciones pesadas para eliminar estos subproductos. La torre de fracciones pesadas, sin embargo, es cara. Además, el nivel de purificación alcanzado por la torre de fracciones pesadas deja mucho que desear. De este modo, existe la necesidad de procedimientos para producir una composición de acetato de vinilo en los que se inhiba la formación de impurezas o en los que se reduzca el contenido de impurezas. La Patente JP 2006 232874 da a conocer la mezcla de ácido ascórbico y TEMPO, o la mezcla de ácido glucónico y parabenzoquinona como mezclas de captación, para composiciones que comprenden acetato de vinilo.

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

La presente invención es tal como se define en las reivindicaciones 1-7. La presente invención, en una realización, es un procedimiento para producir una composición de acetato de vinilo. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto ácido acético, oxígeno y etileno en condiciones eficaces para formar una composición de acetato de vinilo en bruto. La composición de acetato de vinilo en bruto, tal como está formada, comprende acetato de vinilo, ácido acético residual, oxígeno residual, agua y, opcionalmente, etileno residual y una cantidad inicial de impurezas, por ejemplo, peróxidos, NVR (residuos no volátiles, de *non volatile residues*), fracciones pesadas y/o mezclas de los mismos. En una realización, la composición comprende una o más impurezas en una cantidad que varía de 10 ppm en peso a 15.000 ppm en peso, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 10.000 ppm en peso, o de 500 ppm en peso a 5.000 ppm en peso. El procedimiento comprende, además, la etapa de poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador, por ejemplo, como mínimo, dos o, como mínimo, tres, para inhibir la formación de una o más impurezas. La puesta en contacto produce una composición de acetato de vinilo en bruto tratada. El procedimiento puede comprender, además, la etapa de purificar la composición de acetato de vinilo en bruto tratada en un sistema de purificación para producir una composición de acetato de vinilo purificada. En una realización, la puesta en contacto se puede realizar antes de la etapa de purificación.

Otra realización da a conocer un procedimiento para inhibir la formación de impurezas en una composición inicial de acetato de vinilo en bruto que comprende acetato de vinilo, ácido acético, oxígeno y agua. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador, para formar una composición de acetato de vinilo en bruto tratada. Después de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto con el, como mínimo, un captador, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende, preferentemente, menos de 2.000 ppm en peso

impurezas, por ejemplo, menos de 1.000 ppm en peso, menos de 500 ppm en peso, menos de 250 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso.

Otra realización da a conocer un procedimiento para reducir el contenido de peróxidos existente en una composición inicial de acetato de vinilo en bruto. La composición inicial de acetato de vinilo en bruto comprende acetato de vinilo, una cantidad inicial de peróxidos y, opcionalmente, ácido acético y agua. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador, para formar una composición de acetato de vinilo en bruto tratada. La composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende acetato de vinilo y una cantidad reducida de impurezas. En una realización, la cantidad reducida de impurezas es menor que la cantidad inicial, por ejemplo, como mínimo, un 10 % menor que la cantidad inicial.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

A continuación, la presente invención se describe en detalle con referencia a los dibujos adjuntos, en los que números similares designan partes similares.

La figura 1 es un diagrama esquemático de un proceso de producción de acetato de vinilo de ejemplo, que incluye reacción y separación, para una realización de la presente invención.

La figura 2 es un diagrama esquemático de un reactor de acetato de vinilo de ejemplo que muestra una entrada, una parte de bloque de catalizador y una salida, para una realización de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Introducción

Los procesos convencionales de acetato de vinilo adolecen de la producción de impurezas no deseadas, tales como residuos no volátiles y fracciones pesadas, que reducen el rendimiento y tienen efectos perjudiciales en los equipos de producción. Entre los ejemplos de equipos de producción afectados se incluyen torres de purificación y vaporizadores. Como resultado, se deben dedicar recursos significativos para eliminar estas impurezas de la composición de acetato de vinilo en bruto.

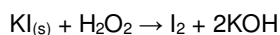
La presente invención se refiere a la inhibición de la formación de impurezas de acetato de vinilo y/o a la reducción del contenido de impurezas de acetato de vinilo en una composición de acetato de vinilo.

Ahora, se ha descubierto que una cantidad significativa de oxígeno puede estar presente en un tren de separación de acetato de vinilo, por ejemplo, en una columna de deshidratación previa ("PDC", de *pre-dehydration column*). También se ha descubierto que se pueden formar uno o más peróxidos en un reactor de acetato de vinilo, en la corriente de efluente resultante que sale del reactor, así como en las unidades de purificación asociadas con el reactor. Sin querer quedar limitado por la teoría, se cree que se puede inducir la polimerización de monómeros mediante la presencia de radicales, por ejemplo, radicales de oxígeno. Estos radicales de oxígeno se pueden formar mediante la descomposición de oxígeno y/o compuestos que contienen oxígeno, por ejemplo, peróxidos. De este modo, el oxígeno y/o los peróxidos, por ejemplo, el oxígeno y/o los peróxidos en el reactor y la PDC y alrededor de los mismos, pueden dar lugar a la formación de muchas impurezas no deseadas. Por ejemplo, los residuos no volátiles no deseados ("NVR") se forman mediante la polimerización de monómeros, tales como etileno y acetato de vinilo. Como otro ejemplo, el oxígeno y/o los peróxidos pueden promover la formación de fracciones pesadas indeseables. Entre las fracciones pesadas de ejemplo se incluyen etilenglicol, diacetato de etilideno, monoacetato de etilenglicol, acetato de vinilo acetoxilado, diacetato de etilenglicol, *cis*-diacetoxietileno, *trans*-diacetoxietileno, ácido glicólico, ácido acetoxiacético y mezclas de los mismos.

En vista de estos descubrimientos, la presente invención, en algunas realizaciones, se refiere a un procedimiento para producir una composición de acetato de vinilo. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto ácido acético, oxígeno (puro o en una mezcla, por ejemplo, aire) y etileno en condiciones eficaces para formar una composición de acetato de vinilo en bruto. Como un ejemplo, la reacción de formación de acetato de vinilo puede tener lugar en un reactor y la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender la corriente de efluente del reactor. La composición de acetato de vinilo en bruto, tal como está formada, comprende acetato de vinilo, ácido acético (residual), oxígeno (residual), agua y, opcionalmente, etileno residual y una cantidad inicial de impurezas, por ejemplo, NVR, fracciones pesadas, peróxidos y/o mezclas de los mismos. En una realización, la composición comprende una o más impurezas. En una realización, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, como mínimo, el 5 % en peso de acetato de vinilo, por ejemplo, como mínimo, el 10 % en peso, como mínimo, el 15 % en peso o, como mínimo, el 20 % en peso; y, como mínimo, 10 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, como mínimo, 100 ppm en peso, como mínimo, 500 ppm en peso, como mínimo, 1.000 ppm en peso o, como mínimo, 2.000 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, opcionalmente, del 1 % en peso al 75 % en peso de acetato de vinilo, por ejemplo, del 1 % en peso al 50 % en peso, del 2 % en peso al 35 % en peso, o del 5 % en peso al 15 % en peso; y de 10 ppm en peso a 15.000 ppm en peso

de impurezas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 10.000 ppm en peso, o de 500 ppm en peso a 5.000 ppm en peso. En términos de límites superiores, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, opcionalmente, menos de 15.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, menos de 10.000 o menos de 5.000.

En una realización en la que las impurezas comprenden peróxidos, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, como mínimo, 5 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, como mínimo, 10 ppm en peso, como mínimo, 20 ppm en peso o, como mínimo, 25 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender de 5 ppm en peso a 25 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, de 5 ppm en peso a 20 ppm en peso, de 5 ppm en peso a 11 ppm en peso, o de 10 ppm en peso a 20 ppm en peso. En otra realización, la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender menos de 50 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, menos de 25 ppm en peso, menos de 15 ppm en peso o menos de 11 ppm en peso, según lo determinado por el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. En términos generales, en el procedimiento UV-Vis, los peróxidos reaccionan rápidamente con KI, según la ecuación



para producir I_2 , que es una especie coloreada. El I_2 tiene una concentración directamente correlacionada con la cantidad de peróxidos en solución. Esta concentración de I_2 puede cuantificarse produciendo una curva de calibración con la absorbancia a una longitud de onda particular. En otra realización, en la que las impurezas comprenden NVR y/o fracciones pesadas, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, como mínimo, 10 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, como mínimo, 100 ppm en peso, como mínimo, 500 ppm en peso, como mínimo, 1.000 ppm en peso o, como mínimo, 2.000 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender de 10 ppm en peso a 15.000 ppm en peso de NVR y/o fracciones pesadas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 10.000 ppm en peso, o de 500 ppm en peso a 5.000 ppm en peso. En otra realización, la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender menos de 15.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, menos de 10.000 o menos de 5.000.

En realizaciones preferentes, el procedimiento comprende además la etapa de poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador, por ejemplo, como mínimo, dos o, como mínimo, tres, para inhibir la formación de una o más impurezas. Como resultado de la puesta en contacto, se produce una composición de acetato de vinilo en bruto tratada. Preferentemente, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende una cantidad baja de impurezas.

En una realización, el derivado de la composición de acetato de vinilo en bruto comprende una corriente que se produce mediante una zona de separación que separa la composición de acetato de vinilo en bruto. Por ejemplo, la zona de separación puede comprender una primera columna, por ejemplo, una PDC, que produce un destilado y un residuo. Preferentemente, el derivado de la composición de acetato de vinilo en bruto comprende el destilado desde la PDC. En otras realizaciones, la zona de separación comprende además una segunda columna, por ejemplo, una columna azeotrópica, que separa el destilado de la primera columna (y/o un residuo de la primera columna) en un destilado y un residuo. En estos casos, el derivado de la composición de acetato de vinilo en bruto comprende, preferentemente, el destilado de la segunda columna. Por supuesto, estos son simplemente ejemplos de corrientes de derivados de la composición de ácido acético en bruto y esta lista no es exclusiva. Algunas corrientes adicionales de derivados del acetato de vinilo en bruto se analizan a continuación.

Tal como se utiliza en la presente memoria descriptiva, el término singular "captador", en algunas realizaciones, significa una pluralidad de captadores o, como mínimo, un captador, por ejemplo, como mínimo, dos o, como mínimo, tres.

En la formación de acetato de vinilo, una corriente de ácido acético, una corriente de etileno y una corriente de oxígeno se dirigen a un reactor (juntas o por separado), y se produce una composición de acetato de vinilo en bruto a partir del reactor. El procedimiento puede comprender además la etapa de separar la composición de acetato de vinilo en bruto en una zona de separación para producir una composición de acetato de vinilo purificada. Como un ejemplo, la puesta en contacto se puede realizar antes de la etapa de separación. El captador, por ejemplo, se puede añadir a la composición de acetato de vinilo en bruto a medida que la corriente de efluente sale del reactor.

Sin querer quedar limitado por la teoría, se cree que las impurezas, por ejemplo, los peróxidos, se forman por reacciones en equilibrio entre el oxígeno y diversas fuentes de hidrógeno presentes en el reactor y alrededor del mismo. Al poner en contacto la corriente de efluente con uno o más captadores antes de la separación, estas reacciones en equilibrio se inhiben, lo que da como resultado una menor formación de peróxidos. Cuando la formación de peróxidos se inhibe de este modo, también se puede inhibir la formación de radicales de oxígeno. En otras realizaciones, la adición de captadores a corrientes en entornos con un contenido elevado de oxígeno dentro de la PDC y alrededor de la misma, inhibe también la formación de radicales de oxígeno en estos lugares. De este modo, también se puede inhibir la formación de impurezas promovidas por estos radicales de oxígeno, por ejemplo, polímeros de etileno y/o acetato de vinilo. De este modo, se puede simplificar el tren de separación asociado con la purificación del acetato de vinilo en bruto, dando como resultado una eficiencia de producción mejorada. Además, la puesta en contacto de una o más de estas corrientes con el captador inhibe la formación de impurezas en la mezcla

del producto y/o, si ya se han formado impurezas, reduce el contenido de impurezas. De esta manera, el procedimiento mejora el rendimiento de acetato de vinilo y reduce los problemas asociados con las impurezas en el equipo de purificación.

5 La presente invención, en otra realización, se refiere a un procedimiento para inhibir la formación de impurezas en una composición inicial de acetato de vinilo en bruto que comprende acetato de vinilo, ácido acético, oxígeno y agua. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador para formar una composición de acetato de vinilo en bruto
10 tratada. Como resultado de la puesta en contacto, se inhibe la formación de impurezas en el producto de acetato de vinilo. Después de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto con el, como mínimo, un captador, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende, preferentemente, menos de 2.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, menos de 1.000 ppm en peso, menos de 500 ppm en peso, menos de 250 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender de 0 ppm en peso a 2.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 1.000
15 ppm en peso o de 250 ppm en peso a 1.000 ppm en peso. En otra realización, la cantidad inhibida de impurezas es menor que la cantidad de impurezas que estaría presente si la composición de acetato de vinilo en bruto no se hubiera puesto en contacto con el captador, por ejemplo, como mínimo, el 10 % menor, como mínimo, el 25 % menor o, como mínimo, el 40 % menor.

20 En realizaciones en las que las impurezas comprenden peróxidos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende menos de 10 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, menos de 8 ppm en peso o menos de 7 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender de 0 ppm en peso a 10 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, de 1 ppm en peso a 8 ppm en peso, o de 2 ppm en peso a 7 ppm en peso. En otra realización, la cantidad inhibida de peróxidos es menor que la cantidad de peróxidos que estaría presente si la composición de acetato de vinilo en bruto no se hubiera puesto en contacto con el captador,
25 por ejemplo, como mínimo, el 10 % menor, como mínimo, el 25 % menor o, como mínimo, el 40 % menor. Además, en el caso de que la composición inicial de acetato de vinilo en bruto comprenda peróxidos, la puesta en contacto da como resultado, preferentemente, la reducción del contenido de peróxidos. En otra realización, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende menos peróxidos que la composición inicial de acetato de vinilo en bruto, por ejemplo, como mínimo, el 10 % menos de peróxidos, como mínimo, el 25 % menos de peróxidos o, como mínimo, el 40 % menos de peróxidos.

En realizaciones en las que las impurezas comprenden NVR y/o fracciones pesadas, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende menos de 2.000 ppm en peso de NVR y/o fracciones pesadas, por ejemplo,
35 menos de 1.000 ppm en peso, menos de 500 ppm en peso, menos de 250 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender de 0 ppm en peso a 2.000 ppm en peso de NVR y/o fracciones pesadas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 1.000 ppm en peso o de 250 ppm en peso a 1.000 ppm en peso. En otra realización, la cantidad inhibida de NVR y/o fracciones pesadas es menor que la cantidad de NVR y/o fracciones pesadas que estaría presente si la composición de acetato de vinilo en bruto no hubiera sido puesta en contacto con el captador, por ejemplo, como mínimo, el 10 % menor, como mínimo, el 25 % menor o, como mínimo, el 40 % menor. Además, en el caso de que la composición inicial de acetato de vinilo en bruto comprenda NVR y/o fracciones pesadas, la puesta en contacto da como resultado, preferentemente, la reducción del contenido de NVR y/o fracciones pesadas. En otra realización, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende menos NVR y/o fracciones pesadas que la composición inicial de acetato de vinilo en bruto, por ejemplo, como mínimo, el 10 % menos, como mínimo, el 25 % menos o, como mínimo, el 40 % menos.

En una realización adicional, la presente invención se refiere a un procedimiento para reducir el contenido de impurezas existente en una composición inicial de acetato de vinilo en bruto. La composición inicial de acetato de vinilo en bruto comprende acetato de vinilo, una cantidad inicial de impurezas y, opcionalmente, ácido acético y agua. El procedimiento comprende la etapa de poner en contacto la composición inicial de acetato de vinilo en bruto o un derivado de la misma con, como mínimo, un captador para formar una composición de acetato de vinilo en bruto tratada. La composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende acetato de vinilo y una cantidad reducida de impurezas. En una realización, la cantidad reducida de impurezas es menor que la cantidad inicial, por
50 ejemplo, como mínimo, el 10 % menor que la cantidad inicial, como mínimo, el 25 % menor que la cantidad inicial o, como mínimo, el 40 % menor que la cantidad inicial.

El o los captadores pueden variar ampliamente. Por ejemplo, en algunos aspectos, el captador se puede seleccionar entre el grupo que consiste en ácido ascórbico, tioles, polifenoles, hidroquinona, 4-hidroxi-TEMPO, metilhidroquinona, 2,2-bifenol, 4,4'-dihidroxibifenol, 2,5-di-terc-butilhidroquinona, 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol, 4-metoxifenol, hidroxianisol (butilado), nitrosobenceno, resorcinol, terc-butilhidroquinona, terc-butilhidroquinona, 2-terc-butil-4-metilfenol, 1,2,4-bencenotriol, N,N'-di-2-butil-1,4-fenilendiamina, 2,4-dimetil-6-terc-butilfenol, 2,6-di-terc-butilfenol, alquilaminas sustituidas, parabenzoquinona, hidroxitolueno butilado, difenilpicrilhidrazilo y mezclas de los mismos. En una realización, los uno o más captadores son un antioxidante, un inhibidor o una mezcla de los
65 mismos. Sin embargo, en algunos casos, un captador puede tener propiedades antioxidantes y propiedades inhibidoras y la nomenclatura "antioxidante" o "inhibidor" no se debe considerar como limitante.

En otros aspectos el, como mínimo, un captador comprende una combinación de captadores. Por ejemplo, el como mínimo, un captador puede comprender un antioxidante y un inhibidor. En una realización, la etapa de puesta en contacto comprende poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto con el antioxidante y el inhibidor. Como un ejemplo, el o los inhibidores se pueden combinar con el o los antioxidantes para formar un paquete captador y el paquete captador puede entrar en contacto con la composición de acetato de vinilo en bruto. En otras realizaciones, la etapa de puesta en contacto puede incluir poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto con un primer captador, por ejemplo, un antioxidante, y un segundo captador, por ejemplo, un inhibidor, por separado. El paquete captador, en algunas realizaciones, puede ponerse en contacto con la composición de acetato de vinilo en bruto para inhibir la formación de impurezas, por ejemplo, la formación de peróxidos, la formación de NVR o la formación de fracciones pesadas. Los paquetes captadores preferentes comprenden alquilamina e hidroquinona sustituidas; siendo la parabenzoquinona y el ácido ascórbico el paquete captador utilizado en la presente invención; y parabenzoquinona y alquilamina sustituida. En una realización, el paquete captador comprende aditivos adicionales que se conocen en la técnica, por ejemplo, dispersantes, tales como alcohol alquílico oxialquilado. En una realización, el paquete captador comprende una alquilamina sustituida y un alcohol alquílico oxialquilado.

En los lugares en los que se añaden uno o más captadores a la composición inicial de acetato de vinilo en bruto, el captador puede estar presente en una cantidad que varía de 1 ppm en peso a 2.000 ppm en peso, por ejemplo, de 10 ppm en peso a 1.500 ppm en peso, o de 25 ppm en peso a 500 ppm en peso. En términos de límites inferiores, el captador puede estar presente en cantidades mayores que 10 ppm en peso, por ejemplo, mayor que 25 ppm en peso, mayor que 50 ppm en peso o mayor que 100 ppm en peso. En otras realizaciones, el captador puede estar presente en cantidades menores de 2.000 ppm en peso, por ejemplo, menos de 1.100 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso.

En realizaciones en las que el captador se utiliza para inhibir la formación de peróxidos, se puede añadir uno o más captadores a la composición inicial de acetato de vinilo en bruto en una cantidad que varía de 10 ppm en peso a 2.000 ppm en peso, por ejemplo, de 10 ppm en peso a 1.100 ppm en peso, o de 25 ppm en peso a 100 ppm en peso. En términos de límites inferiores, el captador puede estar presente en cantidades mayores que 10 ppm en peso, por ejemplo, mayor que 25 ppm en peso, mayor que 50 ppm en peso o mayor que 100 ppm en peso. En otras realizaciones, el captador puede estar presente en cantidades menores de 2.000 ppm en peso, por ejemplo, menos de 1.100 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso.

Al poner en contacto la composición de acetato de vinilo con el, como mínimo, un captador, tal como se ha analizado anteriormente, se inhiben de manera ventajosa las reacciones secundarias que forman los peróxidos. Esta inhibición da como resultado de manera beneficiosa que se formen menos peróxidos (y posteriormente menos radicales de oxígeno). Ventajosamente, también se inhibe la formación de radicales de oxígeno en los entornos con contenido elevado de oxígeno en la PDC y alrededor de la misma. De este modo, hay menos radicales de oxígeno presentes, lo que reduce la formación de impurezas. Preferentemente, se forman menos impurezas en la composición de acetato de vinilo en bruto cuando sale del reactor y/o cuando se transporta a través de la PDC. Debido a que se forman menos impurezas en estas áreas, se reduce la necesidad de eliminar estas impurezas en el tren de separación y se mejoran las eficiencias de producción.

Formación de acetato de vinilo

Las características de la presente invención se pueden aplicar a cualquier proceso de producción de acetato de vinilo adecuado. Tal como se ha señalado anteriormente, la formación de acetato de vinilo se puede llevar a cabo haciendo reaccionar ácido acético y etileno en presencia de oxígeno. En otras realizaciones, la utilización de los captadores de la presente invención se puede aplicar a la producción de otros monómeros tales como, por ejemplo, ácido acrílico, ésteres de vinilo o diacetoxietileno. Esta reacción puede tener lugar de manera heterogénea con los reactivos presentes en la fase gaseosa. El reactor se puede configurar de modo que el reactor sea capaz de eliminar el calor de la reacción. Entre los tipos de reactores adecuados se incluyen, pero sin limitarse a, un reactor de lecho fijo y un reactor de lecho fluidizado. Preferentemente, la proporción molar de etileno a ácido acético en la reacción varía de 1:1 a 10:1, por ejemplo, de 1:1 a 5:1; o de 2:1 a 3:1. En una realización, la proporción molar de etileno respecto a oxígeno en la reacción varía de 1:1 a 20:1, por ejemplo, de 1,5:1 a 10:1; o de 2:1 a 5:1. En otra realización, la proporción molar de ácido acético respecto a oxígeno en la reacción varía de 1:1 a 10:1, por ejemplo, de 1:1 a 5:1; o de 1:1 a 3:1.

El ácido acético se puede producir mediante cualquier procedimiento adecuado. Como un ejemplo, el ácido acético se puede producir mediante carbonilación de metanol con dióxido de carbono. El agua puede formarse *in situ* en una composición de reacción líquida, por ejemplo, mediante la reacción de esterificación entre el metanol reactivo y el producto de ácido acético. En una realización, se introduce agua en el reactor de carbonilación junto con los otros componentes de la composición de reacción líquida o por separado. El agua se puede separar de los otros componentes de la composición de reacción, retirar del reactor y se puede reciclar en cantidades controladas para mantener la concentración de agua requerida en la composición de reacción líquida. Preferentemente, la concentración de agua mantenida en la composición de reacción líquida está en el intervalo del 0,1 % en peso

al 16 % en peso, por ejemplo, del 1 % en peso al 14 % en peso, o del 1 % en peso al 10 % en peso.

En otra realización, la reacción de carbonilación es una carbonilación con bajo contenido de agua, en la que la concentración de agua mantenida en la composición de reacción líquida varía del 0,1 % en peso al 14 % en peso, por ejemplo, del 1 % en peso al 10 % en peso. La carbonilación con bajo contenido de agua se puede realizar manteniendo en el medio de reacción un éster del ácido carboxílico deseado y un alcohol, de manera deseable el alcohol utilizado en la carbonilación, e ion yoduro adicional que está además del ion yoduro que está presente como yoduro de hidrógeno. Un ejemplo de un éster preferente es el acetato de metilo. El ion yoduro adicional es, de manera deseable, una sal de yoduro, siendo preferente el yoduro de litio (LiI). Se ha descubierto que, tal como se describe en la Patente US 5,001,259, a concentraciones bajas de agua, el acetato de metilo y el yoduro de litio actúan como promotores de la velocidad solo cuando están presentes concentraciones relativamente elevadas de cada uno de estos componentes y que la promoción es mayor cuando ambos componentes están presentes simultáneamente. Se cree que la concentración de ión yoduro mantenida en el medio de reacción del sistema de reacción de carbonilación preferente es bastante elevada, en comparación con la poca técnica anterior que se refiere a la utilización de sales de haluro en sistemas de reacción de este tipo. La concentración absoluta del contenido de iones yoduro no es una limitación de la utilidad de la presente invención.

De manera similar se puede producir etileno mediante cualquier procedimiento adecuado. En una realización, el etileno se forma mediante la hidrogenación del ácido acético seguida de la deshidratación del ácido acético para formar etileno. Como otra alternativa, el ácido acético y el etileno se pueden producir mediante la oxidación de un alcano, por ejemplo, etano, tal como se analiza en la Patente US 6,476,261. El oxígeno utilizado en la formación de acetato de vinilo, en el procedimiento de la presente invención, puede comprender además otros gases inertes, tales como nitrógeno. Como un ejemplo, el oxígeno utilizado en la reacción de acetato de vinilo se proporciona mediante una corriente de aire.

En una realización, se puede alimentar etileno adicional al reactor. Este etileno adicional, así como el etileno reactivo mencionado anteriormente, puede ser sustancialmente puro. En una realización, el etileno se puede mezclar, por ejemplo, con uno o más de nitrógeno, metano, dióxido de carbono, monóxido de carbono, hidrógeno y niveles bajos de alquenos/alcanos C_3/C_4 . Se puede alimentar oxígeno adicional al reactor. El oxígeno adicional, si se utiliza, puede ser aire o un gas más rico en oxígeno molecular que el aire o más pobre que el mismo. Un gas que contiene oxígeno molecular adicional adecuado puede ser, oxígeno diluido con un diluyente adecuado, por ejemplo, nitrógeno o dióxido de carbono. Preferentemente, el gas que contiene oxígeno molecular adicional es oxígeno. Preferentemente, como mínimo, parte del oxígeno se alimenta al reactor independientemente del etileno y el ácido acético.

La reacción de acetato de vinilo se puede llevar a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 300 °C, por ejemplo, de 140 °C a 220 °C o de 150 °C a 200 °C. En otra realización, la reacción se puede llevar a cabo a presión en el intervalo de 0,1 MPa a 10 MPa, por ejemplo, de 0,1 MPa a 2,5 MPa o de 1 MPa a 2,5 MPa.

Preferentemente, la reacción se realiza sobre un catalizador. Entre los catalizadores adecuados se incluyen catalizadores que comprenden un primer metal y, opcionalmente, uno o más de un segundo metal, un tercer metal o metales adicionales. El catalizador opcionalmente comprende un soporte de catalizador. El primer y el segundo y tercer metal opcionales se pueden seleccionar entre paladio, oro, boro, metales alcalinos y metales de transición del Grupo IB o VIIIB. Las combinaciones de metales preferentes incluyen paladio/oro y paladio/boro.

El primer metal está presente, opcionalmente, en una cantidad del 0,1 al 10 % en peso, por ejemplo, del 0,2 al 5 % en peso, o del 0,2 al 2,5 % en peso. Los metales adicionales, si están presentes, pueden estar presentes en cantidades que varían del 0,1 al 10 % en peso, por ejemplo, del 0,2 al 5 % en peso, o del 0,2 al 2,5 % en peso. En otras realizaciones, el catalizador puede comprender metaloides, por ejemplo, boro, en cantidades que varían del 0,01 % en peso al 1 % en peso, por ejemplo, del 0,01 % en peso al 0,2 % en peso. Para catalizadores que comprenden dos o más metales, los dos o más metales pueden estar aleados entre sí. Alternativamente, los dos o más metales pueden comprender una solución o mezcla de metales no aleados. Además, las proporciones de metales preferentes pueden variar dependiendo de los metales utilizados en el catalizador. Si se utilizan paladio y oro, la proporción puede variar de 0,5:1 a 20:1, por ejemplo, de 1,8:1 a 10:1. En algunas realizaciones de ejemplo en las que se utiliza un primer y segundo metal, la proporción molar del primer metal respecto al segundo metal es de 5:1 a 1:1, por ejemplo, de 3:1 a 1:1, o de 2:1 a 1:1.

Además de los uno o más metales, los catalizadores de ejemplo comprenden además un soporte o un soporte modificado, lo que significa un soporte que incluye un material de soporte y un modificador de soporte, que ajusta la acidez del material de soporte. El peso total del soporte o soporte modificado, basado en el peso total del catalizador es, preferentemente, del 75 % en peso al 99,9 % en peso, por ejemplo, del 78 % en peso al 97 % en peso, o del 80 % en peso al 95 % en peso. En realizaciones preferentes que utilizan un soporte modificado, el modificador de soporte está presente en una cantidad del 0,1 % en peso al 50 % en peso, por ejemplo, del 0,2 % en peso al 25 % en peso, del 0,5 % en peso al 15 % en peso, del 1 % en peso al 8 % en peso, del 1 % en peso al 5 % en peso, o del 2 % en peso al 4 % en peso, basado en el peso total del catalizador.

Entre los materiales de soporte adecuados se pueden incluir sílice, alúmina, sílice-alúmina, titanía, titano-silicatos,

circonia, circono-silicato, niobia, silicatos, aluminosilicatos, titanatos, carbono, metales y vidrios. Entre los soportes preferentes se incluyen circonia, circono-silicatos y titano-silicatos. Entre los modificadores de soporte adecuados se pueden incluir bario, magnesio, cerio, potasio, calcio, niobio, tántalo, titanio, itrio, estroncio, circonio, vanadio, molibdeno y rubidio. Entre los modificadores de soporte preferentes se incluyen niobio, titanio, magnesio y circonio.

5 Entre los ejemplos específicos de catalizadores adecuados se incluyen, por ejemplo, los dados a conocer en las Patentes GB 15595401; EP 0330853; EP 06724563; Patentes US 5,185,308; 5,691,267; 6,114,571; 6,852,877; y 6,603,038.

10 La Patente GB 1559540 describe catalizadores adecuados que se pueden utilizar en la preparación de acetato de vinilo mediante la reacción de etileno, ácido acético y oxígeno. Los catalizadores se componen de: (1) un soporte de catalizador que tiene un diámetro de partícula de 3 a 7 mm y un volumen de poro de, aproximadamente, 0,2 a 1,5 ml por gramo, una suspensión acuosa al 10 % en peso del soporte de catalizador que tiene un pH de, aproximadamente, 3,0 a 9,0, (2) una aleación de oro y paladio distribuida en una capa superficial del soporte del
15 catalizador, extendiéndose la capa superficial a menos de 0,5 mm de la superficie del soporte, estando presente el paladio en la aleación en una cantidad de, aproximadamente, 1,5 a 5,0 gramos por litro de catalizador, y estando presente el oro en una cantidad de, aproximadamente, 0,5 a 2,25 gramos por litro de catalizador, y (3) de 5 a 60 gramos por litro de catalizador de acetato de metal alcalino.

20 La Patente US 5,185,308 describe un catalizador impregnado con envoltura activo para la producción de acetato de vinilo a partir de etileno, ácido acético y un gas que contiene oxígeno, consistiendo esencialmente el catalizador en (1) un soporte de catalizador que tiene un diámetro de partícula de, aproximadamente, 3 a, aproximadamente, 7 mm y un volumen de poro de 0,2 a 1,5 ml por gramo, (2) paladio y oro distribuidos en la capa de 1,0 mm de espesor más externa de las partículas de soporte del catalizador, y (3) de, aproximadamente, el 3,5 a, aproximadamente,
25 el 9,5 % en peso de acetato de potasio, en el que la proporción en peso de oro respecto a paladio en dicho catalizador está en el intervalo de 0,6 a 1,25.

La Patente US 5,691,267 describe un procedimiento de adición de oro en dos etapas para un catalizador utilizado en la formación de acetato de vinilo en fase gaseosa a partir de la reacción de etileno, oxígeno y ácido acético. El
30 catalizador se forma (1) impregnando un portador de catalizador con soluciones acuosas de una sal de paladio soluble en agua y una primera cantidad de un compuesto de oro soluble en agua, tal como cloruro de sodio-paladio y cloruro áurico, (2) fijando los metales preciosos en el portador mediante precipitación de los compuestos de oro y paladio insolubles en agua mediante el tratamiento de los portadores impregnados con una solución básica reactiva, tal como hidróxido de sodio acuoso, que reacciona con los compuestos de oro y paladio para formar hidróxidos de
35 paladio y oro en la superficie del portador, (3) lavando con agua para eliminar el ion cloruro (u otro anión) y (4) reduciendo todos los hidróxidos de metales preciosos para liberar paladio y oro, en el que la mejora comprende (5) impregnar el portador con una segunda cantidad de un compuesto de oro soluble en agua posteriormente a la fijación de una primera cantidad de agente de oro soluble en agua y (6) fijar la segunda cantidad de un compuesto de oro soluble en agua.

40 La Patente US 6,114,571 describe un catalizador para formar acetato de vinilo en la fase gaseosa a partir de etileno, ácido acético y oxígeno o gases que contienen oxígeno, en el que el catalizador está compuesto de paladio, oro, boro y compuestos de metales alcalinos sobre un soporte. El catalizador se prepara a) impregnando el soporte con compuestos solubles de paladio y oro; b) convirtiendo los compuestos solubles de paladio y oro sobre el soporte en
45 compuestos insolubles por medio de una solución alcalina; c) reduciendo los compuestos insolubles de paladio y oro sobre el soporte por medio de un agente reductor en la fase líquida; d) lavando y posteriormente secando el soporte; e) impregnando el soporte con un compuesto de metal alcalino soluble; y f) secando finalmente el soporte a un máximo de 1.500 °C, en el que se aplican boro o compuestos de boro al catalizador antes del secado final.

50 La Patente US 6,603,038 describe un procedimiento para producir catalizadores que contienen nanopartículas metálicas sobre un soporte poroso, especialmente para la oxidación en fase gaseosa de etileno y ácido acético para formar acetato de vinilo. La invención se refiere a un procedimiento para producir un catalizador que contiene uno o diversos metales del grupo de metales que comprende los subgrupos Ib y VIIIb de la tabla periódica sobre partículas de soporte porosas, caracterizado por una primera etapa en la que uno o varios precursores del grupo de
55 compuestos de metales de los subgrupos Ib y VIIIb de la tabla periódica se aplica o se aplican a un soporte poroso, y una segunda etapa en la que el soporte poroso, preferentemente nanoporoso, al que se ha aplicado, como mínimo, un precursor se trata con, como mínimo, un agente reductor, para obtener las nanopartículas metálicas producidas in situ en los poros de dicho soporte.

60 La Patente EP 0672453 describe catalizadores que contienen paladio y su preparación para procesos de acetato de vinilo de lecho fluido.

Una ventaja de utilizar un catalizador que contiene paladio es que cualquier monóxido de carbono producido en una zona de reacción previa se consumirá en presencia de oxígeno y el catalizador que contiene paladio en la segunda
65 zona de reacción. Un ejemplo de una zona de reacción previa es una zona de reacción para preparar los reactivos. Esto elimina la necesidad de un reactor de eliminación de monóxido de carbono separado.

La reacción de acetato de vinilo se puede caracterizar en términos de conversiones basadas en los reactivos. En una realización, las conversiones de ácido acético varían del 1 % al 100 %, por ejemplo, del 5 % al 50 % o del 10 % al 45 %. Las conversiones de oxígeno pueden variar del 1 % al 100 %, por ejemplo, del 20 % al 100 % o del 20 % al 50 %. Las conversiones de etileno pueden variar del 1 % al 90 %, por ejemplo, del 5 % al 100 % o del 10 % al 50 %. En una realización, la selectividad de acetato de vinilo, basada en etileno, puede variar del 20 % al 100 %, por ejemplo, del 50 % al 95 % o del 75 % al 90 %.

En la reacción de acetato de vinilo, el catalizador puede tener una productividad (medida en rendimiento espaciotemporal, STY, de *space-time-yield*) que varía de 10 g/h-litro a 5.000 g/h-litro, por ejemplo, de 100 g/h-litro a 2.000 g/h-litro o de 200 g/h-litro a 1.000 g/h-litro, en la que g/hora-litro significa gramos de acetato de vinilo por hora por litro de catalizador. En términos de límites superiores, el rendimiento espaciotemporal puede ser inferior a 20.000 g/h-litro, por ejemplo, inferior a 10.000 g/h-litro o inferior a 5.000 g/h-litro.

15 Eliminación de impurezas

Con referencia a las realizaciones de la figura 1, se alimentan oxígeno y etileno al reactor 100 a través de las tuberías de alimentación 102 y 104, respectivamente. Opcionalmente, se alimenta ácido acético al vaporizador 106 a través de la corriente de alimentación 108. El ácido acético vaporizado sale del vaporizador 106 y se dirige al reactor 100 a través de la tubería 110. La reacción de formación de acetato de vinilo tiene lugar en el reactor 100. La corriente de acetato de vinilo en bruto sale del reactor 100 a través de la tubería 112 como una corriente de efluente.

Preferentemente, la composición de acetato de vinilo en bruto se pone en contacto con, como mínimo, un captador, que inhibe la formación de, por ejemplo, peróxidos, NVR y/o fracciones pesadas. Con respecto a la inhibición de la formación de peróxidos, sin querer quedar limitado por la teoría, se cree que los peróxidos se pueden formar a partir de la reacción del oxígeno con radicales basados en carbono. Específicamente, los peróxidos se pueden formar en reacciones en equilibrio que implican ácido acético, etileno, oxígeno y/o acetato de vinilo. Entre los compuestos formadores de peróxido comunes se incluyen aldehídos y compuestos de vinilo. Ahora se ha descubierto que estas reacciones de formación de peróxido pueden producirse en la corriente de efluente que sale del reactor, así como en las unidades de purificación asociadas con el reactor. Se cree que los captadores inhiben estas reacciones en equilibrio que forman peróxidos, proporcionando de este modo una reducción en la formación de peróxidos. Los peróxidos se pueden descomponer en radicales de oxígeno. Estos radicales de oxígeno pueden inducir la polimerización de monómeros. Como resultado de la adición de los captadores, se forman menos radicales de oxígeno, se inhibe la polimerización de monómeros, y se reduce de este modo la formación de NVR y fracciones pesadas.

Además, con respecto a la inhibición de la formación de NVR y fracciones pesadas, se ha descubierto ahora que una cantidad significativa de oxígeno y/o compuestos que contienen oxígeno pueden estar presentes en un tren de separación de acetato de vinilo, por ejemplo, en una PDC. Convencionalmente, este contenido elevado de oxígeno no se conocía y, como tal, los captadores no se utilizaron en estos lugares. El oxígeno y los compuestos que contienen oxígeno se descomponen en radicales de oxígeno que, tal como se ha indicado anteriormente, pueden inducir la polimerización de monómeros, por ejemplo, etileno o acetato de vinilo, o la formación de ácido acetoxiacético a partir de ácido acético y acetato de vinilo a través de un intermedio de diacetato de etilideno. Como resultado, se forman NVR y fracciones pesadas no deseados. Convencionalmente, no se han utilizado captadores como inhibidores de la formación de ácido acetoxiacético; ni se han utilizado convencionalmente captadores para reducir el contenido de ácido acetoxiacético. La adición de los captadores, según la presente invención, inhibe de manera beneficiosa la formación de radicales de oxígeno o reduce la presencia de los mismos, lo que da como resultado la inhibición y/o reducción de la formación de NVR y/o fracciones pesadas.

En algunas realizaciones, la reacción de formación de acetato de vinilo es exotérmica y proporciona un aumento de la temperatura. Este aumento de temperatura puede inducir la polimerización de los monómeros. Esta polimerización se puede inhibir o reducir mediante la adición de los captadores.

En una realización, la concentración de oxígeno en la mezcla de reactivos que se alimenta al reactor también puede afectar a la formación de fracciones pesadas y a la inhibición de la formación de las mismas. Como un ejemplo, a concentraciones de oxígeno más bajas, por ejemplo, menos del 4 % en peso de oxígeno, por ejemplo, menos del 3 % en peso o menos del 2 % en peso, algunos captadores, por ejemplo, parabenzoquinona, pueden funcionar mejor que otros captadores, por ejemplo, hidroquinona. De este modo, en una realización, cuando se utiliza una concentración de oxígeno más baja en la mezcla de reacción, se puede seleccionar parabenzoquinona como el captador. En otras realizaciones, cuando se utiliza una concentración de oxígeno más elevada, por ejemplo, mayor que el 4 % en peso, mayor que el 5 % en peso, o mayor que el 7 % en peso en la mezcla de reacción, se puede seleccionar HQ como paquete captador.

Tal como se muestra en la figura 1, la tubería 112 se puede poner en contacto con uno o más captadores. La tubería 114a muestra una ubicación para una tubería de alimentación del captador. La tubería 114a de alimentación del captador transporta uno o más captadores a la corriente 112, poniendo en contacto de este modo la corriente 112 con el o los captadores. Se pueden utilizar una o más, por ejemplo, dos o más tuberías, para

proporcionar el o los captadores al efluente del reactor o a las corrientes derivadas del efluente del reactor. Las ubicaciones adicionales de la alimentación de captadores de ejemplo se indican mediante las tuberías 114b-f. La ubicación de las tuberías de alimentación del captador, por supuesto, no se limita a estas ubicaciones, y se pueden utilizar tuberías de captador adicionales que proporcionan captadores a flujos derivados adicionales.

Tal como se muestra en la figura 2, el reactor 200 comprende la entrada 202 para recibir reactivos, la parte 204 de bloque de catalizador para retener el catalizador para catalizar la reacción, y la salida 206 para producir la composición de acetato de vinilo en bruto. De este modo, los reactivos, por ejemplo, ácido acético, etileno y oxígeno, entran en el reactor 200 a través de la tubería 208. Alternativamente, los reactivos pueden entrar en el reactor por separado o en cualquier combinación de los mismos. La tubería 208 representa simplemente la adición colectiva de los reactivos al reactor. La reacción de la síntesis del acetato de vinilo se produce en la parte 204 de bloque de catalizador, y la composición de acetato de vinilo en bruto, tal como se forma, sale de la parte 204 de bloque de catalizador a través de la corriente 210, que dirige la composición de acetato de vinilo en bruto hacia la salida 206 y a través de la misma. La salida 206 se configura aguas abajo de la parte 204 de bloque de catalizador.

En algunas realizaciones, la puesta en contacto puede producirse en la salida 206 del reactor. Por ejemplo, los captadores pueden entrar en contacto con la composición de acetato de vinilo en bruto a través de la tubería 214a de alimentación del captador. Preferentemente, la puesta en contacto de la composición de acetato de vinilo en bruto se produce inmediatamente después de la parte 204 de bloque de catalizador, tal como se muestra mediante la tubería 214a y la tubería 214b. En algunas realizaciones, "inmediatamente", significa a medida que la composición de acetato de vinilo en bruto sale de la parte 204 de bloque de catalizador. En una realización, "inmediatamente" significa antes de que la composición de acetato de vinilo en bruto se transporte al tren de purificación. La tubería 214b ilustra la adición de captadores inmediatamente después de que la composición de acetato de vinilo en bruto salga del reactor 200, por ejemplo, inmediatamente después de la reacción del ácido acético, el oxígeno y el etileno, pero antes del tren de purificación.

Aunque, en realizaciones preferentes, el captador se añade al efluente de la composición de acetato de vinilo en bruto que sale del reactor o a derivados del efluente, está dentro del alcance de la presente invención añadir el captador en puntos aguas más arriba del mismo. Por ejemplo, el captador se puede añadir a las corrientes de alimentación de reactivo, por ejemplo, la alimentación de oxígeno, la alimentación de etileno y/o la alimentación de ácido acético. De manera adicional o alternativa, el captador se puede añadir directamente al reactor. La adición de captadores en estos puntos también puede inhibir la formación de impurezas en la composición de acetato de vinilo en bruto.

La composición específica de la composición de acetato de vinilo en bruto puede variar ampliamente dependiendo, por ejemplo, de las condiciones de reacción y el catalizador utilizado además del o de los captadores específicos utilizados. Algunos ejemplos de intervalos de porcentaje en peso para la composición de acetato de vinilo en bruto se presentan en la tabla 1.

Tabla 1 Composiciones de acetato de vinilo en bruto			
Componente	Conc. (% en peso)	Conc. (% en peso)	Conc. (% en peso)
Acetato de vinilo	1 a 75	1 a 50	2 a 35
Ácido acético	1 a 80	1 a 50	5 a 25
Peróxidos	5 ppm en peso a 25 ppm en peso	5 ppm en peso a 20 ppm en peso	10 ppm en peso a 20 ppm en peso
Etileno	10 a 90	10 a 50	20 a 40
Etano	1 a 40	1 a 20	5 a 15
Agua	1 a 20	1 a 10	2 a 8
Dióxido de carbono	1 a 75	1 a 50	2 a 35

Tal como se muestra en la tabla 1, debido a la adición de uno o más captadores, la composición de acetato de vinilo en bruto comprende ventajosamente una cantidad baja de peróxidos. Esta cantidad baja de peróxidos puede conducir a la formación de menores cantidades de subproductos no deseados, por ejemplo, fracciones pesadas. Debido a estas cantidades bajas de peróxidos y/o subproductos resultantes, se minimiza o se elimina la necesidad de procesos de separación adicionales y unidades para eliminar los mismos.

Separación

Volviendo a la figura 1, el sistema de producción de acetato de vinilo incluye una zona de separación para recuperar y/o purificar el acetato de vinilo formado en el reactor 100. La corriente de efluente 112 del reactor se dirige a la zona de separación. En una realización, la zona de separación proporciona, como mínimo, un derivado del efluente 112 del reactor. En otra realización, la o las corrientes derivadas del efluente del reactor pueden ser cualquier corriente

que se produzca mediante las unidades de la zona de separación. Preferentemente, las corrientes derivadas están aguas abajo del reactor. El ácido acético sin reaccionar en forma de vapor se puede enfriar y condensar. El resto de la composición de acetato de vinilo en bruto en la tubería 118, que es un derivado del efluente del reactor, se dirige a la PDC 120. En una realización, el captador se añade a la tubería 118 a través de la tubería 114b de alimentación del captador. La PDC 120 separa el contenido de la tubería 118 en un residuo que comprende acetato de vinilo y un destilado que comprende acetato de vinilo, agua, ácido acético, monóxido de carbono, dióxido de carbono y acetato de etilo. El residuo que contiene acetato de vinilo se dirige al tanque 122 de material en bruto a través de la tubería 124. Desde el tanque 122 de material en bruto, el residuo que contiene acetato de vinilo se puede almacenar y/o dirigir a un procesamiento adicional.

El destilado de la PDC se enfría, condensa y dirige opcionalmente a una unidad de separación de fase superior, por ejemplo, el decantador 126, a través de la tubería 128, que es un derivado del efluente del reactor. En realizaciones preferentes, el captador se añade a la tubería 128 a través de la tubería 114c de alimentación del captador. En una realización, la adición del captador se produce en la PDC o aguas abajo de la misma. De manera deseable, las condiciones se mantienen en el proceso de manera que el contenido de vapor de la tubería 128, una vez enfriado, condensado y dirigido al decantador 126, se separe en una fase ligera y una fase pesada. La tubería 114c de alimentación del captador muestra la adición del captador después del enfriamiento, sin embargo, la adición antes del enfriamiento queda fácilmente dentro del alcance de la presente invención. Generalmente, la tubería 128 se enfría a una temperatura suficiente para condensar y separar los componentes condensables, por ejemplo, acetato de vinilo, agua, ácido acético y otros componentes de carbonilo, en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase orgánica sale del decantador 126 a través de la tubería 130. Una parte de la fase orgánica se puede refluir de nuevo a la PDC 120, tal como se muestra por la corriente 132, que es un derivado del efluente del reactor. En una realización, el captador se añade a la tubería 132 a través de la tubería 114d de alimentación del captador. La fase acuosa sale del decantador 126 y se dirige a través de la tubería 134 a un procesamiento de separación adicional. Como ejemplo, la tubería 134 se puede dirigir al decantador 146 de una columna azeotrópica 136. Opcionalmente, las tuberías 130 y 134 se pueden combinar, tal como se muestra, y dirigir al decantador 146 de la columna azeotrópica 136.

La corriente 128 puede incluir monóxido de carbono, dióxido de carbono, etileno, etano y otros gases no condensables, que se pueden dirigir, mediante la corriente 138, desde el decantador 126 hasta la columna depuradora 140. La columna depuradora 140 elimina, entre otros, monóxido de carbono, dióxido de carbono e hidrocarburos, tales como etileno y etano de la corriente 128. Los componentes no condensables separados se pueden transportar a un procesamiento adicional, por ejemplo, eliminación de dióxido de carbono, tal como se muestra mediante la corriente 142. En otra realización, como mínimo, una parte de la corriente 142 se recicla de nuevo al efluente del reactor o al equipo de intercambio de calor aguas abajo del reactor 100, tal como se muestra mediante la corriente 142'. El residuo que sale de la columna depuradora 140 comprende acetato de vinilo, agua y ácido acético. El residuo se produce a partir de la columna depuradora 140 a través de la tubería 144 y se puede combinar con el acetato de vinilo de la tubería 124 antes de ser dirigido al tanque 122 de material en bruto.

Desde el tanque 122 de material en bruto, el acetato de vinilo se dirige a la columna azeotrópica 136 a través de la tubería 137, que es un derivado del efluente del reactor. En una realización, el captador se añade a la tubería 137 a través de la tubería 114e de alimentación del captador. En otra realización, la adición del captador se produce en la columna azeotrópica 136 o aguas abajo de la misma. La columna azeotrópica 136 separa la tubería 137, que comprende acetato de vinilo, ácido acético y agua, en una corriente de destilado en la tubería 148 y una corriente de residuo 149. El decantador 146 en la parte superior de la columna azeotrópica 136 recibe la tubería 134, que comprende las fases acuosa y orgánica desde el decantador 126. Además, el decantador 146 recibe el destilado de la columna azeotrópica 136. La columna azeotrópica 136 separa la tubería 137, que comprende acetato de vinilo, ácido acético y agua. El residuo de la columna azeotrópica 136 comprende ácido acético y agua. Esta corriente se puede reciclar de vuelta al vaporizador 106 a través de la tubería 149, o se puede transportar directamente al reactor 100 (no mostrado). El destilado desde la columna azeotrópica 136 comprende acetato de vinilo y agua y se dirige al decantador 146, por ejemplo, un decantador de reflujo, a través de la tubería 148. El decantador 146 separa, como mínimo, una parte de las corrientes 134 y 148 en fases acuosa y orgánica. La fase orgánica, que comprende acetato de vinilo, sale del decantador 146 a través de la tubería 152, que es un derivado del efluente del reactor, y se dirige a un procesamiento adicional. En una realización, se añade el captador a la tubería 152 a través de la tubería 114f de alimentación del captador. Como un ejemplo, la tubería 152 se dirige a la columna de deshidratación 154. La fase acuosa sale del decantador 146 a través de la tubería 150. La tubería 150 (o una parte de la misma) se puede refluir de nuevo a la columna azeotrópica 136.

La columna de deshidratación 154 elimina agua adicional del contenido de la tubería 152, produciendo de este modo acetato de vinilo purificado a través de la tubería 156. El destilado, que contiene agua, de la columna de deshidratación 154 se puede dirigir al tanque superior 158 a través de la tubería 160. Desde el tanque superior 158, la tubería 162, que contiene una cantidad de acetato de vinilo, se puede devolver a la columna de deshidratación 154. La tubería 164, que comprende agua e impurezas, se puede dirigir a un procesamiento adicional, por ejemplo, eliminación de agua. El residuo de la columna de deshidratación 154 sale a través de la tubería 166. El residuo comprende diversos residuos, que pueden reciclarse o eliminarse de otra manera.

Composición de acetato de vinilo

Como resultado de poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto con uno o más captadores, la composición de acetato de vinilo tratada comprende acetato de vinilo y, de manera beneficiosa, una cantidad baja de impurezas, si hay alguna. Por ejemplo, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender del 1 % en peso al 75 % en peso de acetato de vinilo, por ejemplo, del 1 % en peso al 50 % en peso o del 2 % en peso al 35 % en peso. Además, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender, como mínimo, el 5 % en peso de acetato de vinilo, por ejemplo, como mínimo, el 10 % en peso, como mínimo, el 15 % en peso o, como mínimo, el 20 % en peso. La composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender, además, de 0 ppm en peso a 2.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 1.000 ppm en peso o de 250 ppm en peso a 1.000 ppm en peso. En términos de límites superiores, la composición de acetato de vinilo en bruto puede comprender menos de 2.000 ppm en peso de impurezas, por ejemplo, menos de 1.000 ppm en peso, menos de 500 ppm en peso, menos de 250 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso.

En realizaciones en las que las impurezas comprenden peróxidos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende de 0 ppm en peso a 10 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, de 1 ppm en peso a 8 ppm en peso o de 2 ppm en peso a 7 ppm en peso. En términos de límites superiores, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada, en algunas realizaciones, comprende menos de 10 ppm en peso de peróxidos, por ejemplo, menos de 8 ppm en peso o menos de 7 ppm en peso de peróxidos.

En realizaciones en las que las impurezas comprenden NVR y/o fracciones pesadas, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada comprende menos de 2.000 ppm en peso de NVR y/o fracciones pesadas, por ejemplo, menos de 1.000 ppm en peso, menos de 500 ppm en peso, menos de 250 ppm en peso o menos de 100 ppm en peso. En términos de intervalos, la composición de acetato de vinilo en bruto tratada puede comprender de 0 ppm en peso a 2.000 ppm en peso NVR y/o fracciones pesadas, por ejemplo, de 100 ppm en peso a 1.000 ppm en peso o de 250 ppm en peso a 1.000 ppm en peso.

Las composiciones de acetato de vinilo producidas de manera convencional no se han tratado para eliminar las impurezas, tal como se describe en la presente memoria descriptiva y, como tales, contienen cantidades significativamente mayores de estas impurezas. Por lo tanto, de manera sorprendente e inesperada, las composiciones de acetato de vinilo de la presente invención (ya sean en bruto o purificadas) comprenden, de manera beneficiosa, cantidades más bajas de impurezas.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos son ejemplos ilustrativos

Ejemplo 1

Se añadieron, aproximadamente, 8 ppm en peso de peróxido de hidrógeno a composiciones de acetato de vinilo ("VA")/ácido acético ("AcOH")/agua. El VA contenía, aproximadamente, 10 ppm de hidroquinona. Estas composiciones representan composiciones de acetato de vinilo en bruto que salen de un reactor de acetato de vinilo en el que se han formado impurezas de peróxido. A esta composición se le añadieron diversos niveles de captador, por ejemplo, ácido ascórbico, en el intervalo de 0 a 1.010 ppm en peso, tal como se muestra en la tabla 2. Esta adición de captador simula la adición a la composición de acetato de vinilo en bruto a medida que esta composición sale de un reactor. Se analizaron los niveles de peróxido mediante el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 2.

Tabla 2				
Reducción de peróxidos con captadores				
	Nivel de peróxido inicial, ppm en peso	Captador añadido, ppm en peso	Nivel de peróxido final, ppm en peso	% de reducción
A (control, sin H ₂ O ₂)	0	0	0,000	--
B (control, H ₂ O ₂ añadido)	8,2	0	8,7	--
Paquete captador				
1	8,3	27,3	5,2	36,2
2	8,4	62,1	4,7	43,5
3	8,7	111,8	4,0	54,1
4	8,6	517,6	3,1	64,3
5	10,0	1.010,1	0,3	97,0

Tal como se muestra en la tabla 2, la adición del captador, según la presente invención, de manera sorprendente e inesperada, proporciona reducciones significativas en el nivel de peróxidos de la composición de acetato de vinilo resultante. Incluso a concentraciones inferiores a 100 ppm en peso, por ejemplo, los captadores 1 y 2, la reducción en el nivel de peróxidos fue significativa, por ejemplo, superior al 35 %.

Ejemplo 2

Se añadió hidroquinona ("HQ") a composiciones VA/AcOH/agua no inhibidas y se calentó durante aproximadamente 5 minutos a 100 °C. Los ejemplos C y D fueron composiciones que no utilizaron un captador adicional. Estas composiciones representan composiciones que salen de un reactor de acetato de vinilo en el que se han formado pocas impurezas de peróxido (menos de 2 ppm), si es que hay alguna. A esta composición, se añadieron diversos niveles de captador, por ejemplo, ácido ascórbico, en el intervalo de 0 a 1.067 ppm en peso. Esta adición de captador simula la adición a la composición de acetato de vinilo en bruto a medida que esta composición sale de un reactor. Las cantidades de HQ y ácido ascórbico se exponen en la tabla 3. Se analizaron posteriormente los niveles de peróxido mediante el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 3.

Tabla 3		
Inhibición de peróxidos con captadores		
	Captador añadido, ppm en peso	Nivel de peróxido final, ppm en peso
C (control, sin HQ añadida)	0	0,148
D (control, HQ añadida)	0	1,278
Paquete captador		
6	29,6	0,704
7	53,37	1,352
8	108,3	1,167
9	502,1	0,111
10	1.067,0	0,000

Tal como se muestra en la tabla 3, de manera sorprendente e inesperada, la adición de un captador en combinación con la HQ a niveles superiores a 500 ppm en peso, según la presente invención, inhibe significativamente la formación de peróxidos en las composiciones de acetato de vinilo.

Ejemplo 3

Se tomaron muestras de las tuberías de producción y comprendieron VA, AcOH y agua. Las muestras contenían pequeñas cantidades de parabenoquinona, si las había. Estas composiciones representan composiciones de acetato de vinilo en bruto que salen de un reactor de acetato de vinilo en el que se han formado impurezas de peróxido. A estas composiciones de muestra se añadieron aproximadamente 1.000 ppm en peso de captador, tal como se muestra en la tabla 4. Se analizaron posteriormente los niveles de peróxido mediante el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 4.

Tabla 4		
Reducción de peróxidos con captadores		
	Captador añadido, ppm en peso	Nivel de peróxido final, ppm en peso
E (control)	0	3,704
F (control)	0	3,611
Paquete captador		
11	1.176	0
12	1.036	0
13	1.059	0
14	1.036	0,481

Tal como se muestra en la tabla 4, los ejemplos E y F (sin captador) mostraron aproximadamente 3,7 ppm en peso de peróxidos. De manera sorprendente e inesperada, la adición de captador a estas composiciones proporciona reducciones significativas en el nivel de peróxidos de la composición de acetato de vinilo resultante.

Ejemplo 4

Se calentaron composiciones de muestras que comprenden VA, AcOH y agua durante diez minutos a 120 °C. A estas composiciones se añadieron captadores, tal como se muestra en la tabla 5. Se calentó también una muestra de control que no comprendía captador durante diez minutos a 120 °C. Se analizaron posteriormente los niveles de peróxido mediante el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 5. H, I, J y K representan diversos paquetes captadores. Los resultados demuestran que las combinaciones de captadores impidieron la formación de algunos peróxidos después del calentamiento.

Tabla 5		
Reducción de peróxidos con captadores		
	Captador	Nivel de peróxido final, ppm en peso
G (control)	0	9,7
Paquete captador		
15	Captador H/Captador J	2,3
16	Captador I/Captador J	2,9
17	Captador H/Captador K	7,2

Tal como se muestra en la tabla 5, los ejemplos G (sin captador) mostraron, aproximadamente, 9,7 ppm de peróxidos. De manera sorprendente e inesperada, la adición de los paquetes captadores 15-17 a las composiciones de VA, AcOH y agua proporciona reducciones significativas en el nivel de peróxidos de la composición de acetato de vinilo resultante.

Ejemplo 5

Se añadieron captadores a las composiciones de muestra que comprendían composiciones de VA, AcOH y agua, tal como se muestra en la tabla 6. Estas muestras se calentaron durante diez minutos a 120 °C. Se analizaron posteriormente los niveles de peróxido mediante el procedimiento UV-Vis de yoduro de potasio. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 6. L y M representan paquetes captadores. L representa hidroquinona y M representa un paquete captador que comprende múltiples captadores. Los resultados demuestran que la combinación de captadores evitó la formación de algunos peróxidos después del calentamiento.

Tabla 6		
Reducción de peróxidos con captadores		
	Captadores, ppm en peso	Nivel de peróxido final, ppm en peso
Paquete captador		
18	100 ppm en peso del captador L	5,7
19	100 ppm en peso del captador M	4,3
20	50 ppm en peso del captador L/50 ppm en peso del captador M	3,2
21	25 ppm en peso del captador L/25 ppm en peso del captador M	3,6

Tal como se muestra en la tabla 6, la adición de los paquetes captadores 18-21 a las composiciones de VA, AcOH y agua proporciona reducciones significativas en el nivel de peróxidos de la composición de acetato de vinilo resultante. En particular, la combinación de captador M y captador L, demostró resultados sinérgicos en comparación con los resultados de los componentes individuales. Tal como se muestra en la tabla 6, el paquete 20 mostró un 44 % menos de contenido final de peróxidos que el paquete 18 y un 26 % menos de contenido final de peróxidos que el paquete 19. De manera similar, el paquete 21, que se utilizó en solo 50 ppm en peso totales, mostró un 37 % menos de contenido final de peróxidos que el paquete 18 y un 17 % menos de contenido final de peróxidos que el paquete 19. Las cantidades finales de peróxido para los paquetes 20 y 21 son, de manera sorprendente e inesperada, significativamente menores que las cantidades esperadas. La cantidad esperada se basa en combinaciones ponderadas de los valores finales de peróxidos para el captador M y el captador L. De este modo, los paquetes 20 y 21 demuestran un resultado sinérgico.

Ejemplo 6

Se prepararon composiciones que comprenden acetato de vinilo ("VA"), ácido acético ("AcOH") y agua a una proporción en peso de 30:60:10. Estas composiciones representan composiciones que salen de un reactor de acetato de vinilo en el que se han formado pequeñas cantidades (menos de 2 ppm), si las hay, de NVR/fracciones pesadas. A estas composiciones se añadieron diversos niveles de captadores, tal como se muestra en la tabla 7.

Las composiciones se calentaron posteriormente durante 10 minutos a 120 °C. Se analizó posteriormente el contenido de NVR/fracciones pesadas de las composiciones calentadas. Los resultados de estos experimentos se muestran en la tabla 7. N-Q representa diversos captadores. N y O representan paquetes de captadores, cada uno de los cuales comprende múltiples captadores. P representa hidroquinona y Q representa parabenzoquinona.

5

Tabla 7		
Reducción de fracciones pesadas con captadores y/o peróxidos		
	Captador añadido	Nivel de NVR/fracciones pesadas final, ppm en peso
Paquete captador		
Control	--	> 2.000
22	Captador O	87,5
23	Captador N	81,3
24	Captador P	47,84
25	Captador Q	32,6
26	Captador O / Captador P	29,6
27	Captador N / Captador Q	11,0

Tal como se muestra en la tabla 7, la adición de los paquetes captadores 22-27 a las composiciones de VA, AcOH y agua proporciona reducciones significativas en el nivel de NVR/fracciones pesadas de la composición de acetato de vinilo resultante.

10

En particular, la combinación de captador O con captador P y la combinación de captador N con captador Q demostraron resultados sinérgicos en comparación con los resultados de los componentes individuales. Tal como se muestra en la tabla 7, el paquete 26 mostró un 66 % menos de fracciones pesadas que el paquete 22, un 63 % menos de fracciones pesadas que el paquete 23, un 38 % menos de fracciones pesadas que el paquete 24 y un 9 % menos de fracciones pesadas que el paquete 25. De manera similar, el paquete 27 mostró un 88 % menos de fracciones pesadas que el paquete 22, un 86 % menos de fracciones pesadas que el paquete 23, un 77 % menos de fracciones pesadas que el paquete 24 y un 68 % menos de fracciones pesadas que el paquete 25. Las cantidades finales de peróxidos para los paquetes 26 y 27 son, de manera sorprendente e inesperada, significativamente menores que las cantidades esperadas. Las cantidades esperadas se basan en combinaciones ponderadas de los valores finales de fracciones pesadas para los captadores. De este modo, los paquetes 26 y 27 demuestran un resultado sinérgico.

15

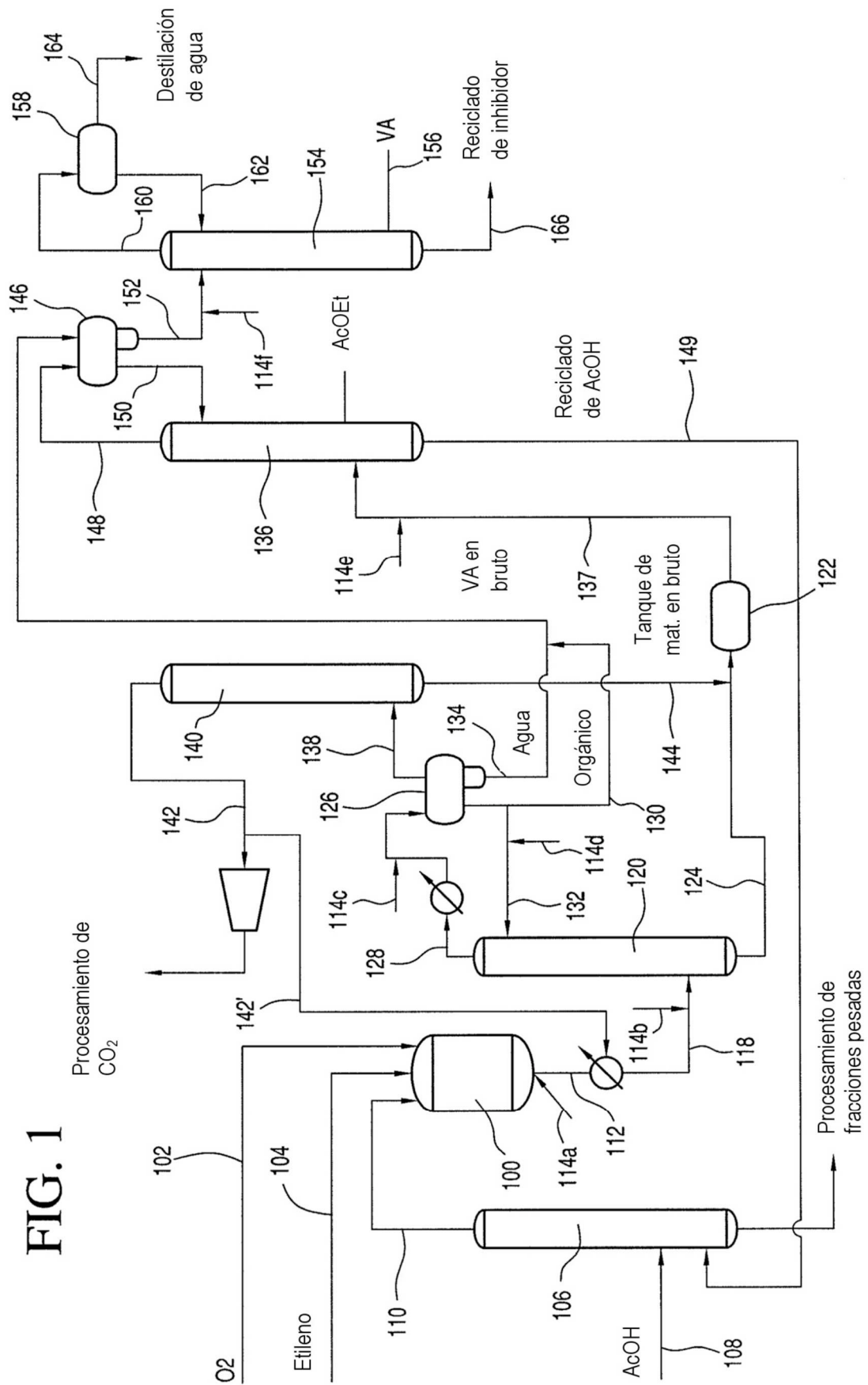
20

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir una composición de acetato de vinilo, comprendiendo el procedimiento:

- 5 (a) poner en contacto ácido acético, oxígeno y etileno en condiciones eficaces para formar una composición de acetato de vinilo en bruto que comprende acetato de vinilo, ácido acético, oxígeno residual y agua;
 - (b) poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto con, como mínimo, un captador que comprende ácido ascórbico y parabenzoquinona en una cantidad que varía de 10 ppm en peso a 1100 ppm en peso, basada en el peso total de la composición de acetato de vinilo en bruto contactada, para formar una
10 composición de acetato de vinilo en bruto tratada, en el que se inhibe la formación de peróxidos en la composición de acetato de vinilo en bruto;
 - (c) separar la composición de acetato de vinilo en bruto tratada en una primera columna para formar un destilado que comprende acetato de vinilo, ácido acético, agua e impurezas y un residuo que comprende acetato de vinilo,
15 y
 - (d) separar el residuo de la primera columna en una segunda columna para formar un destilado que comprende acetato de vinilo.
2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la composición de acetato de vinilo en bruto tratada
20 comprende de 2 ppm en peso a 7 ppm en peso de peróxidos.
3. Procedimiento, según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de añadir un captador en una cantidad mayor de 25 ppm en peso en la segunda columna o aguas abajo de la misma, preferentemente, al destilado de la segunda columna.
- 25 4. Procedimiento, según la reivindicación 1, que comprende además separar el residuo de la segunda columna y/o el destilado de la segunda columna en, como mínimo, una unidad de separación adicional y, opcionalmente, que comprende además la etapa de añadir un captador en la, como mínimo, una unidad de separación adicional o aguas abajo de la misma.
- 30 5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el captador inhibe la reacción de acetato de vinilo y ácido acético para formar ácido acetoxiacético a través de un intermedio de diacetato de etilideno.
6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la etapa (a) tiene lugar en un reactor y el reactor comprende una entrada para la recepción de los reactivos, una parte de bloque de catalizador para catalizar una reacción del
35 ácido acético, el etileno y el oxígeno, y una salida para la salida de la composición de acetato de vinilo en bruto y, opcionalmente, en el que la etapa (b) comprende poner en contacto la composición de acetato de vinilo en bruto en la salida.
7. Procedimiento, según la reivindicación 1, que comprende además la etapa de añadir el captador en la primera
40 columna o aguas abajo de la misma.

FIG. 1



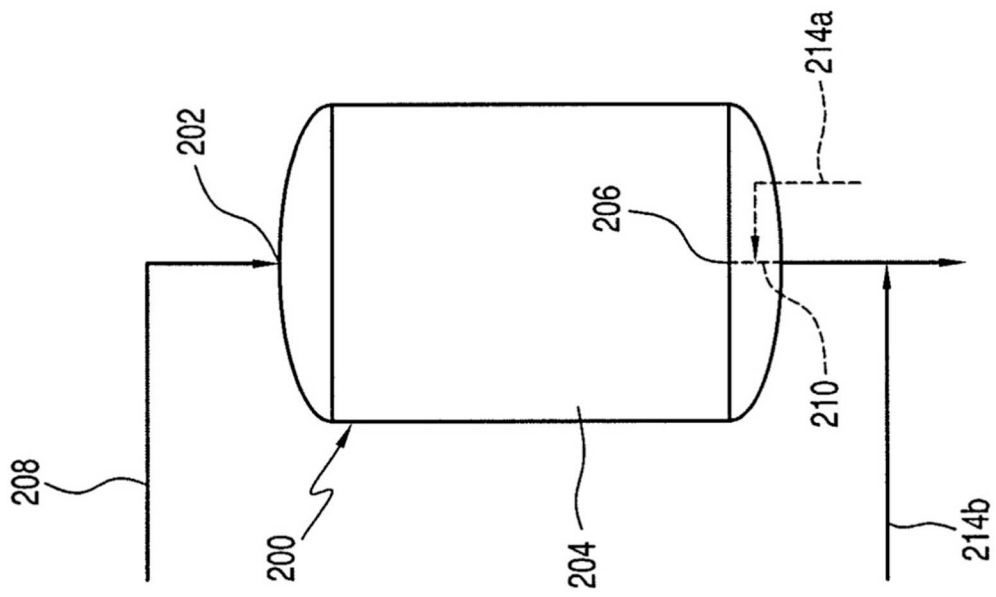


FIG. 2

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 *Esta lista de referencias citada por el solicitante es únicamente para mayor comodidad del lector. No forman parte del documento de la Patente Europea. Incluso teniendo en cuenta que la compilación de las referencias se ha efectuado con gran cuidado, los errores u omisiones no pueden descartarse; la EPO se exime de toda responsabilidad al respecto.*

Documentos de patentes citados en la descripción

- | | |
|-------------------|-----------------|
| • US 6696596 B | • EP 06724563 A |
| • US 6040474 A | • US 5185308 A |
| • US 6476261 B | • US 5691267 A |
| • JP 2006069916 A | • US 6114571 A |
| • JP 2006232874 A | • US 6852877 B |
| • US 5001259 A | • US 6603038 B |
| • US 647626 A | • GB 1559540 A |
| • GB 15595401 A | • EP 0672453 A |
| • EP 0330853 A | |