

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 397 690**

51 Int. Cl.:

C07C 67/58 (2006.01)

C07C 69/01 (2006.01)

C07C 67/055 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.11.2009 E 09763868 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2012 EP 2365959**

54 Título: **Proceso para la fabricación de acetato de vinilo**

30 Prioridad:

13.12.2008 EP 08021694

18.12.2008 US 203226 P

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

08.03.2013

73 Titular/es:

CELANESE CHEMICALS EUROPE GMBH

(100.0%)

Frankfurter Strasse 111

61476 Kronberg, DE

72 Inventor/es:

RINNE, BERND;

HESS, STEFAN;

HOTOMAN, ALI;

BAYER, MICHAEL, J. y

NUBER, BERTHOLD

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 397 690 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

Proceso para la fabricación de acetato de vinilo

5 La presente invención se refiere a un proceso para la separación de acetato de vinilo a partir de una mezcla gaseosa formada mediante la reacción en fase gaseosa de etileno con ácido acético y oxígeno sobre catalizadores que comprenden paladio o compuestos de paladio.

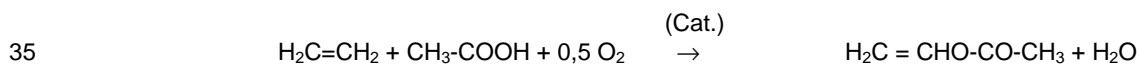
10 Ya es conocida la preparación de acetato de vinilo mediante reacción en fase gaseosa de etileno con ácido acético y oxígeno o gases que contienen oxígeno sobre catalizadores de lecho fijo. La reacción se lleva a cabo generalmente a presiones de 1 a 2,5 MPa y temperaturas de 100 a 250°C. Los catalizadores adecuados comprenden un componente de metal noble y un componente activador. El componente de metal noble comprende paladio y/o compuestos del mismo; además, pueden estar presentes también oro o compuestos del mismo. El componente activador comprende compuestos de elementos del 1º grupo principal y/o del 2º grupo principal y/o cadmio. Estos componentes activos se aplican a los soportes en forma finamente dividida, utilizándose generalmente sílice u óxido de aluminio como material de soporte.

15 En general, el contenido en paladio del catalizador es del 0,5 al 5% en peso. Si se utiliza oro o uno de sus compuestos, éste se añade en una proporción del 0,01 al 4% en peso.

20 De la misma manera, cada activador individual se añade generalmente en una proporción del 0,01 al 4% en peso. En el caso de los tres porcentajes que se indican, la parte metálica del componente está, en cada caso, en base a la masa total del catalizador soportado. Son preferentes los siguientes catalizadores: paladio/elemento alcalino/cadmio y paladio/oro/elemento alcalino, pudiendo el paladio y el oro estar presentes como metales o compuestos en el catalizador acabado, y siendo preferente el potasio como elemento alcalino. El potasio se utiliza en forma de un carboxilato, en particular como acetato.

25 Particularmente, son preferentes los catalizadores de acetato de paladio/acetato potásico/acetato de cadmio y acetato de paladio/acetoaurato de bario/acetato potásico.

30 En el proceso catalítico multietapa, se forman acetato de vinilo y agua en cantidades equimolares, tal como se muestra en la ecuación general siguiente:



La oxidación total de etileno, que no puede evitarse completamente, forma CO₂ y agua:



De este modo, se obtiene más de 1 mol de agua por mol de acetato de vinilo; en general, el peso de agua es aproximadamente un cuarto del peso del acetato de vinilo formado.

45 Aparte de CO₂, se forman cantidades pequeñas de otros subproductos, entre los que se incluye acetato de etilo, en una proporción de aproximadamente 1000-2000 ppm en peso, en base al acetato de vinilo formado.

50 Sólo se permite una pequeña cantidad de acetato de etilo, no mayor de 250 ppm en peso, en el acetato de vinilo puro. La separación del acetato de vinilo requiere una gran cantidad de energía y la técnica anterior aborda diversos métodos de reducción del consumo de energía en la purificación de acetato de vinilo con eliminación de acetato de etilo y otros subproductos.

55 La mezcla utilizada para la reacción contiene un múltiplo de la cantidad estequiométricamente necesaria de etileno. Por consiguiente, la conversión de etileno es relativamente baja (aproximadamente el 10%) y el etileno sin reaccionar tiene que ser recirculado a la zona de reacción. El acetato de vinilo se separa generalmente de la mezcla de productos de reacción gaseosos en un proceso de varias etapas.

60 En el proceso descrito en el documento DE-A1-3422575, la mezcla gaseosa caliente que sale del reactor de acetato de vinilo, que comprende esencialmente etileno, ácido acético, acetato de vinilo, agua, dióxido de carbono, oxígeno y gases inertes tales como, por ejemplo, nitrógeno y argón, y que contiene acetato de etilo, se introduce en una primera columna de destilación que opera sin calentamiento adicional, conocida como la columna de eliminación previa de agua o predeshidratación ("predewatering").

La mezcla gaseosa que sale de la parte superior de esta columna se pone en contacto en primer lugar con el reflujo a la columna de predeshidratación en un intercambiador de calor, lo que da como resultado que la mezcla gaseosa se enfría y, particularmente, se condensa y se calienta el reflujo de forma correspondiente. Posteriormente, la mezcla gaseosa circula desde el intercambiador de calor a un condensador. El material que se licúa en éste se recoge en un recipiente recolector, en el que se produce la separación en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa se descarga mientras que la totalidad de la fase orgánica o parte de la misma se recircula como reflujo a la parte superior de la columna de predeshidratación.

El material que no ha sido licuado en el condensador comprende aún acetato de vinilo gaseoso. Éste se retira de la mezcla gaseosa en una columna de lavado que funciona utilizando ácido acético como líquido limpiador, conocida como la columna de lavado de gas circulante o "columna de lavado de gas de recirculación". Los gases de cola restantes se recirculan al reactor. El flujo de salida desde el fondo de la columna de lavado de gas de recirculación y el resto de la fase orgánica licuada a partir del condensado de la columna de predeshidratación se recogen en un recipiente adicional si no se utiliza toda de fase orgánica licuada a partir del condensado como reflujo a la columna de predeshidratación.

Se obtiene en la parte inferior de la columna de predeshidratación una mezcla que comprende acetato de vinilo, ácido acético y, aproximadamente, la mitad del agua de reacción y además subproductos. La otra mitad del agua de la reacción ya se ha separado sin introducción de energía y forma la fase acuosa del condensado formado en el enfriamiento del vapor de la parte superior de la columna de predeshidratación.

El producto de cola de la columna de predeshidratación se introduce en primer lugar en un recipiente de recogida, conocido además como el recipiente de recogida de acetato de vinilo en bruto, y posteriormente se trata en una segunda columna de destilación, conocida como columna azeotrópica. Se obtiene acetato de vinilo saturado con agua como producto de cabeza, y se obtiene una corriente lateral que comprende acetato de etilo y un producto de cola que se recircula al sistema como ácido acético de recirculación. La corriente lateral que comprende acetato de etilo se descarga. El acetato de vinilo saturado con agua que no se devuelve como reflujo a la parte superior de la segunda columna de destilación se combina con el resto de la fase orgánica licuada a partir del condensado de la columna de predeshidratación.

La mezcla se introduce posteriormente en una tercera columna de destilación adicional, conocida como la columna de deshidratación. El vapor de la parte superior de esta columna, después de la condensación, se recircula casi enteramente como reflujo. La corriente de extracción lateral se separa en una fase acuosa y una fase orgánica, descargándose a continuación la fase acuosa, y la fase orgánica se devuelve a la columna. Un acetato de vinilo seco se separa en la parte inferior de la columna de deshidratación y se introduce en una cuarta columna adicional, conocida como la columna de acetato de vinilo puro. En esta columna se obtiene acetato de vinilo, que está virtualmente libre de acetato de etilo, como producto de cabeza, mientras que las colas de la columna, que comprenden fracciones pesadas y trazas de acetato de vinilo y acetato de etilo, se recirculan al proceso después de la descarga de una corriente parcial.

Es conocida una variante adicional del proceso conocido para procesar acetato de vinilo por el documento EP-A2-0423658. En esta variante, el producto de cola de la columna de lavado de gas de recirculación no se combina directamente con el acetato de vinilo que contiene agua obtenido en la columna azeotrópica, sino que se introduce en primer lugar en una columna adicional en la que se obtiene un azeótropo de acetato de vinilo/agua como producto de cabeza y se obtiene ácido acético, que se recircula al proceso, como producto de cola. El acetato de vinilo acuoso obtenido en esta columna adicional se combina con el acetato de vinilo saturado con agua obtenido de la columna azeotrópica y se procesa mediante un método correspondiente al proceso del documento DE-A1-3422575 en la columna de deshidratación aguas abajo y en la columna de acetato de vinilo puro. El proceso del documento EP-A2-0423658 requiere aproximadamente la misma energía de destilación para la separación de platos en la columna, lo que incurre en menores costes de capital. La parte no condensada del acetato de vinilo de la columna de predeshidratación, que se lava por medio de ácido acético en la columna de lavado de gas de recirculación y se obtiene como una solución de ácido acético, y la fase orgánica del condensado de la columna de predeshidratación prácticamente no contienen acetato de etilo y se hace innecesaria una extracción que consume mucha energía de acetato de etilo a partir de estas corrientes de acetato de vinilo. Sin embargo, esta variante del proceso requiere la operación de una columna de destilación adicional para fraccionar el flujo de salida desde la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación.

Los procesos de tratamiento conocidos para la recuperación de acetato de vinilo puro, tienen aún algunas desventajas. De este modo, el flujo de salida desde la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación y el flujo de salida de la parte inferior de la columna de predeshidratación contienen cantidades considerables de gases, especialmente etileno, en forma disuelta. Por lo tanto, la despresurización del flujo de salida de la parte inferior de la columna de predeshidratación y de la columna de lavado de gas de recirculación en el recipiente de

recogida de acetato de vinilo en bruto libera una cantidad apreciable de gas de recirculación que tiene que ser comprimido en un compresor de gas de recirculación con un consumo de energía elevado antes de que se pueda devolver al circuito de reacción. En general, el acetato de vinilo en bruto se despresuriza de una presión en el intervalo de 0,5 a 2,0 MPa a una presión en el intervalo de 0,02 a 0,2 MPa. El gas formado en la despresurización comprende principalmente etileno y, además, dióxido de carbono, nitrógeno y gases inertes adicionales, tales como argón y, adicionalmente componentes orgánicos, tales como ácido acético y pequeñas cantidades de acetato de vinilo y acetato de etilo. Además, se hace referencia a este gas como gas de recirculación que se recircula al proceso.

Una característica del proceso de tratamiento conocido es la combinación de la solución de ácido acético obtenida del flujo de salida de la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación con el acetato de vinilo saturado con agua del producto de cabeza de la columna azeotrópica y el resto de la fase orgánica licuada a partir del condensado de la columna de predeshidratación. Por esta razón, se hace pasar una mezcla de ácido acético, de la que se tiene que separar el ácido acético con un consumo de energía elevado, a las etapas de purificación adicionales que tienen lugar aguas abajo de la columna de deshidratación y la columna de acetato de vinilo puro. Además, la columna de deshidratación y la columna de acetato de vinilo puro tienen que considerarse utilizando materiales resistentes a la corrosión que no sean sensibles al ácido acético.

Asimismo, el condensado a partir de la columna de predeshidratación que no se retorna como reflujo a la parte superior de la columna de predeshidratación contiene aún una cierta cantidad de acetato de etilo. Dado que esta corriente se combina sólo después de la columna azeotrópica con el acetato de vinilo saturado con agua obtenido como producto de cabeza en la misma, se suministra a la columna de deshidratación y a la columna de acetato de vinilo puro aguas abajo una corriente que contiene acetato de etilo y a partir de la cual el acetato de etilo sólo se puede separar con un consumo de energía elevado.

Finalmente, es deseable la eliminación mejorada de agua y acetato de etilo en una etapa que sea lo más temprana posible en el proceso de tratamiento para reducir tanto como sea posible la cantidad de estos materiales indeseables que circulan a través del proceso de tratamiento total y para evitar la extracción asociada, que consume mucha energía en la destilación de acetato de vinilo puro.

El documento EP 1760065 A1 da a conocer un proceso para aislar acetato de vinilo a partir de una mezcla gaseosa formada en la reacción de etileno con ácido acético y oxígeno en fase gaseosa sobre catalizadores que comprenden paladio o compuestos de paladio, con recirculación de la solución ácida de ácido obtenida en la columna de lavado de gas de recirculación a la primera columna de destilación (columna de predeshidratación). Sin embargo, el proceso dado a conocer en el documento EP 1760065 A1 tiene un consumo de energía muy elevado, dado que la corriente de gas que entra en el vaporizador de ácido acético tiene que calentarse a temperaturas de aproximadamente 120 a 130°C. Además, el consumo de vapor, en particular en la columna azeotrópica, es elevado.

Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención el superar los problemas presentes en la técnica anterior y, en particular, es un objetivo el reducir significativamente el consumo de energía y vapor del proceso global para la fabricación de acetato de vinilo.

Por consiguiente, la presente invención da a conocer un proceso para la separación de acetato de vinilo de una mezcla gaseosa formada por la reacción de etileno con ácido acético y oxígeno en fase gaseosa sobre catalizadores que comprenden paladio o compuestos de paladio, que comprende

- a) introducir dicha mezcla gaseosa que abandona el reactor de acetato de vinilo en una columna de predeshidratación,
- b) enfriar la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la columna de deshidratación por debajo de 85°C, preferentemente a una temperatura por debajo de 80°C y más preferentemente a una temperatura de entre 55°C y 75°C en un intercambiador de calor a contracorriente,
- c) enfriar adicionalmente la mezcla gaseosa o la mezcla de gas y líquido que sale del intercambiador de calor en la etapa b) de -20 a 50°C separando el condensado obtenido en una fase acuosa y una fase orgánica,
- d) retirar la fase acuosa formada en la etapa c),
- e) recircular la totalidad o parte de la fase orgánica formada en la etapa c) como reflujo a la parte superior de la columna de deshidratación utilizada en la etapa a) y retirar la parte de la fase orgánica que no se utiliza como reflujo,
- f) lavar el gas que comprende acetato de vinilo que no se condensa en la etapa b) en una columna de lavado de gas por medio de una solución acuosa de ácido acético,
- g) aislar el acetato de vinilo,
- h) calentar el gas de recirculación que deja la columna de lavado, opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea en el intercambiador de calor a contracorriente,

reduciendo de este modo la temperatura de la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la columna de deshidratación, e

5 i) introducir el gas de recirculación opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea precalentado en la etapa h) en el reactor de acetato de vinilo.

10 En la etapa a), la mezcla gaseosa que sale de la zona de reacción se enfría en primer lugar preferentemente a 100°C-150°C, más preferentemente de 110 a 140°C. En general, en esta etapa, no tiene lugar la condensación de los componentes licuables y la mezcla gaseosa se introduce en la primera columna de destilación, conocida además como columna de predeshidratación.

15 En la etapa b) la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la primera columna de destilación (columna de predeshidratación) se enfría por debajo de 85°C, preferentemente por debajo de 80°C y más preferentemente entre 55°C y 75°C en un intercambiador de calor a contracorriente conocido además como un intercambiador de calor del proceso. La mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la primera columna de destilación se transfiere al intercambiador de calor en el que se somete a intercambio de calor a contracorriente con la corriente de gas que comprende el gas de recirculación opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea. La corriente de gas enfriado puede conducir en parte a una condensación de acetato de vinilo.

20 En la etapa c) la mezcla gaseosa o la mezcla de gas y líquido que sale del intercambiador de calor a contracorriente se enfría adicionalmente de -20 a 50°C, preferentemente de -10 a 40°C, separándose el condensado obtenido en una fase acuosa y una fase orgánica. La etapa de enfriamiento c) se lleva a cabo preferentemente en un condensador enfriado por agua.

25 Según una realización preferente, el proceso según la presente invención se lleva a cabo con un condensador refrigerado con agua en el que la mezcla gaseosa o mezcla de gas y líquido se enfría a menos de 35°C.

30 En la etapa d) la fase acuosa formada en la etapa c) se retira. La separación de la fase acuosa y la fase orgánica se lleva a cabo preferentemente en un separador de fases en el que se recoge el material licuado en la etapa c). La proporción de líquido superior a un determinado nivel en el separador de fases se transporta de vuelta a la primera columna de destilación (columna de predeshidratación). Una vez que el condensado obtenido en el separador de fases se separa en dos fases, la fase acuosa se descarga y la fase orgánica se transfiere parcialmente como reflujo a la parte superior de la columna de predeshidratación y parcialmente se retira.

35 En la etapa e) del proceso según la presente invención, la fase orgánica formada en la etapa c) se recircula parcial o completamente como reflujo a la parte superior de la columna de deshidratación utilizada en la etapa a) y, además, la parte de la fase orgánica que se no se utiliza como reflujo se retira.

40 En una realización preferente, la parte de la fase orgánica que no se utiliza como reflujo en la etapa e) se transfiere a un recipiente de despresurización.

45 En la etapa f) el gas que comprende acetato de vinilo que no se condensa en la etapa b) se lava en una columna de lavado de gas por medio de una solución acuosa ácida. En una realización preferente, las colas de la columna de lavado de gas utilizadas en la etapa f) se separan con una corriente secundaria y se recirculan con enfriamiento por medio de un intercambiador de calor a la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación y, preferentemente, la otra parte de las colas se hace pasar a través de un intercambiador de calor en el que las colas se calientan a, como mínimo, 30°C, preferentemente de 60 a 120°C. El producto de cola calentado se transporta preferentemente a la parte inferior de la columna de predeshidratación, preferentemente del 2º al 15º plato, calculado desde la parte inferior.

50 En la etapa g) se aísla el acetato de vinilo.

55 En la etapa h) el gas de recirculación que abandona la columna de lavado, opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea se calientan en el intercambiador de calor a contracorriente, de modo que se reduce la temperatura de la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la primera columna de destilación (columna de predeshidratación).

60 Según una realización preferente, la corriente que entra en el intercambiador de calor a contracorriente en la etapa h) tiene una temperatura de 10 a 60°C, preferentemente de 20 a 40°C. En una realización preferente adicional, la corriente que entra en el intercambiador de calor a contracorriente en la etapa h) comprende etileno fresco que tiene una temperatura antes de entrar en la corriente de -20 a 40°C, preferentemente de -20 a 10°C.

La corriente precalentada en la etapa h) que sale del intercambiador de calor a contracorriente tiene una temperatura de 50 a 90°C, preferentemente 65 a 80°C.

5 Preferentemente, una parte de la corriente precalentada en la etapa h) que sale del intercambiador de calor a contracorriente se elimina como el gas para descarga de CO₂ en un sistema de eliminación de CO₂.

10 El sistema de eliminación de dióxido de carbono comprende una etapa de lavado en la que el gas de salida eliminado (gas de escape) que contiene dióxido de carbono se somete a una solución acuosa alcalina para la eliminación del dióxido de carbono. Esta clase de etapas de lavado de gases escape es conocida en la técnica. El dióxido de carbono se absorbe en primer lugar en una solución acuosa de potasa y, de este modo, queda eliminado de los gases de escape. En una etapa de desorción posterior, la solución de potasa se regenera elevando la temperatura de 100 a 120°C. La solución acuosa caliente de potasa se hace pasar de nuevo a la sección del absorbente, y el dióxido de carbono separado del agua de la cabeza de la desorción se separa a una temperatura de, preferentemente, 90 a 120°C y a una presión de, preferentemente, 0,1 a 0,12 MPa.

15 Para evitar la introducción de vapor de agua en el gas de recirculación, se enfría el gas de recirculación con cantidades reducidas de CO₂ que abandona el sistema de eliminación de CO₂, preferentemente, a una temperatura de 10 a 60°C, más preferentemente de 20 a 40°C.

20 Según una realización preferente la corriente de gas que sale del sistema de eliminación de CO₂ y que entra en la corriente de gas de recirculación tiene una temperatura de 10 a 60°C, preferentemente de 20 a 40°C.

25 Según una realización preferente del proceso según la presente invención, la corriente precalentada en la etapa h) que sale del intercambiador de calor a contracorriente entra en el compresor de gas de recirculación, preferentemente de forma directa, desde el lado de succión.

30 En la etapa i) el gas de recirculación, opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea, precalentados en la etapa h) se introducen en el reactor de acetato de vinilo.

35 Según una realización preferente adicional, el líquido obtenido en la parte inferior de la columna de predeshidratación (primera columna de destilación) que comprende esencialmente acetato de vinilo, ácido acético, agua y acetato de etilo se despresuriza a una presión de 0,02 a 0,2 MPa, preferentemente de 0,1 a 0,15 MPa para formar gas de evaporación instantánea. En una realización adicional, el líquido despresurizado se introduce en una columna de destilación azeotrópica.

40 La cantidad de fase orgánica formada en la etapa c) depende de la temperatura a la que se realiza la refrigeración en esta etapa. Aquella parte de la fase orgánica de la etapa c) que no se utiliza como reflujo para la etapa e) se retira y preferentemente se despresuriza de una presión de 0,5 a 2,0 MPa a una presión de 0,02 a 0,2 MPa, preferentemente de 0,1 a 0,15 MPa. El líquido obtenido de este modo se combina preferentemente con la fase orgánica a partir del producto condensado de cabeza de la segunda columna de destilación, denominada además como la columna azeotrópica. Las dos fases orgánicas se combinan preferentemente en el separador de fases de la columna azeotrópica. La proporción de la fase orgánica que no se devuelve como reflujo a la parte superior de la columna azeotrópica se introduce preferentemente en una tercera columna de destilación, denominada además como columna de deshidratación.

45 La temperatura de enfriamiento en la etapa c) y la proporción de la fase orgánica formada en c) que se utiliza como reflujo en la etapa e) se seleccionan preferentemente de manera que muy poco acetato de vinilo y, preferentemente, todo el acetato de etilo se encuentran en el producto de cola de la etapa a).

50 Un modo de operación preferente según la presente invención es la operación de la columna de lavado utilizada en la etapa f) y la recirculación del flujo de salida desde la parte inferior de la columna de lavado a la parte inferior de la primera columna de destilación utilizada en la etapa a). Parte de las colas de la columna de lavado, denominadas además como gas de recirculación de la columna de lavado, se hace circular por bombeo, siendo enfriada la parte del producto de cola de la columna de lavado que se transporta alrededor del circuito de bombeo. El enfriamiento del producto de cola se lleva a cabo utilizando medios con los que los expertos en la técnica están familiarizados, por ejemplo, intercambiadores de calor. Preferentemente, la parte del producto de cola que no se transporta alrededor del circuito de bombeo se retira de la columna de lavado, se calienta a una temperatura de, como mínimo, 30°C, preferentemente de 60°C a 120°C, en particular de 60°C a 100°C, y se introduce en la parte inferior de la primera columna de destilación utilizada en la etapa a). Para llevar a cabo el calentamiento, se hace pasar ventajosamente el producto de cola bombeado fuera de la columna de lavado a través de un intercambiador de calor.

60

Las colas calentadas de la etapa f) se introducen preferentemente en la primera columna de destilación en el 2º a 15º plato, en particular el 5º a 10º plato, calculados a partir de la parte inferior de la columna.

5 Como consecuencia de la recirculación del producto de cola calentado desde la columna de lavado en la etapa f) a la parte inferior de la primera columna de destilación utilizada en la etapa a), la temperatura del flujo de salida desde la parte inferior de la columna de lavado, cuya temperatura sin esta medida sería generalmente de 30 a 50°C, es significativamente mayor. En ésta, en una primera etapa, las colas en primer lugar preferentemente se calientan, por ejemplo, en un intercambiador de calor, a una temperatura de, como mínimo, 30°C, preferentemente de 60°C a 120°C y, en particular, de 60°C a 100°C. Cuando las colas calientes resultantes desde la columna de lavado de gas de recirculación se introducen en la parte inferior de la primera columna de destilación, esta corriente se calienta de nuevo, en general, a una temperatura de 80°C a 150°C, que corresponde además a la temperatura de las colas de la primera columna de destilación. Este calentamiento de las colas de la columna de lavado reduce la solubilidad de los componentes gaseosos en el ácido acético y el acetato de vinilo en bruto. Los componentes gaseosos, en particular etileno y dióxido de carbono, se eliminan en gran medida a través de la parte superior de la primera columna de destilación y se retornan al circuito de gas en un punto muy temprano del proceso de tratamiento. Por lo tanto, la despresurización del producto en bruto da como resultado la formación de menor cantidad de gas. La despresurización se lleva a cabo, preferentemente, en un recipiente de recogida, denominado además como recipiente de recogida de acetato de vinilo en bruto, desde una presión de 0,5 a 2,0 MPa hasta una presión de 0,02 a 0,2 MPa, preferentemente de 0,1 a 0,15 MPa. Se hace referencia, además, al gas obtenido en la despresurización como gas de recirculación (gas de evaporación instantánea) y comprende principalmente etileno y, además, dióxido de carbono y gases inertes adicionales, tales como nitrógeno y argón, y además componentes orgánicos tales como ácido acético y pequeñas cantidades de acetato de vinilo y acetato de etilo. Por lo tanto, se requiere una cantidad más pequeña de energía en la recirculación del gas de recirculación al proceso a efectos de comprimir de nuevo el gas de recirculación a la presión del reactor. Preferentemente, se retira por lo tanto parte de la carga fuera del compresor de gas de recirculación mediante la recirculación de las colas de la columna de lavado en la etapa f), lo que conduce a un ahorro significativo de energía.

Además, la introducción de la solución de ácido acético desde la columna de lavado en la parte inferior de la primera columna de destilación, preferentemente en el 2º a 15º plato, en particular en el 5º a 10º plato, calculado desde la parte inferior de la columna, consigue un efecto de lavado. El acetato de etilo se lava en la parte inferior de la primera columna de destilación y se descarga a través de la parte inferior.

El acetato de vinilo está presente en el producto de cola de la primera columna de destilación, en la solución de ácido acético de lavado que se forma en la etapa f) y se recircula preferentemente a la parte inferior de la primera columna de destilación y a la parte de la fase orgánica formada en la etapa c) que no se utiliza como reflujo en la etapa e). El contenido de acetato de vinilo de estas tres corrientes depende del modo de operación de la planta y no es crítico para llevar a cabo el proceso de la presente invención.

El producto de cabeza de la primera columna de destilación contiene sólo cantidades muy pequeñas de acetato de etilo, y el reflujo que se recircula en la etapa e) y la parte de la fase orgánica que no se utiliza como reflujo tienen bajo contenido en acetato de etilo y se pueden procesar sin medidas adicionales que requieren la eliminación de acetato de etilo. Para este propósito, la fase orgánica que se retira preferentemente se despresuriza y el líquido obtenido se combina preferentemente con la fase orgánica que se obtiene del producto de cabeza de la segunda columna de destilación, denominada además como columna azeotrópica. Parte de las fases orgánicas combinadas se recircula como reflujo a la parte superior de la columna azeotrópica. El resto se introduce en la tercera columna de destilación, denominada además como columna de deshidratación.

El gas obtenido en la despresurización se denomina además como gas de recirculación. Las corrientes de gas de recirculación (gas de evaporación instantánea) preferentemente se combinan, se comprimen a continuación en un compresor de gas de recirculación y posteriormente se recirculan al proceso. El gas purificado se recircula ventajosamente en combinación con los gases de cola obtenidos en el lavado del ácido acético en la etapa f), que se denomina además como gas de recirculación.

En una realización preferente del proceso según la presente invención, el gas de recirculación se combina con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂. La combinación de las corrientes de gas enfriado con el gas de recirculación que sale de la columna de lavado tiene la ventaja de que el intercambiador de calor a contracorriente enfría la corriente de gas procedente de la primera columna de destilación de forma más efectiva. Esto conduce a un ahorro significativo de energía.

Además, las corrientes de gas enfriado que comprenden gas de recirculación que abandona la columna de lavado y que comprenden opcionalmente etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ y/o gas de evaporación instantánea entran en el intercambiador de calor a contracorriente y se precalientan. La mezcla gaseosa precalentada entra en el compresor de gas de recirculación desde el lado de aspiración y se

transfiere posteriormente al reactor de acetato de vinilo. Dado que la mezcla gaseosa ya está precalentada, se pueden lograr ahorros significativos de energía.

- 5 Preferentemente, como mínimo, parte del producto de cola de la segunda columna de destilación (columna azeotrópica) se utiliza en el lavado de gas de la etapa f). El producto de cola comprende principalmente ácido acético y contiene no más del 10% en peso de agua. Parte del producto de cola que no se requiere en la etapa f) preferentemente se recircula al reactor como ácido acético de recirculación después de que se ha descargado una pequeña parte para eliminar las fracciones de punto de ebullición elevado y polímeros.
- 10 En una realización preferente del proceso de la presente invención, las colas de la tercera columna de destilación, que comprenden esencialmente acetato de vinilo seco, se introducen en una cuarta columna de destilación, conocida como la columna de acetato de vinilo puro, de la que se retira el acetato de vinilo puro como producto de cabeza.
- 15 La primera, segunda, tercera y cuarta columnas de destilación, utilizadas en el proceso de tratamiento del acetato de vinilo se operan a temperaturas, presiones y relaciones de reflujo apropiadas para la utilización de la capacidad de la planta.
- 20 Una realización preferente del proceso de la presente invención se ilustra por medio de la figura. No se muestran las medidas conocidas en sí mismas, por ejemplo, la adición de estabilizante.

Signos de referencia:

- 25 (1) línea para el gas de recirculación
 (2) vaporizador de acético ácido
 (3) línea para el ácido acético
 (4) línea calentada con vapor
 (5) reactor de acetato de vinilo
 (6) línea
- 30 (7) columna de predeshidratación
 (8) línea para el vapor de la parte superior de (7)
 (9) intercambiador de calor
 (10) línea para el gas combinado de (26), (29) y (73)
 (11) línea
- 35 (12) condensador enfriado por agua
 (13) línea para el material licuado
 (14) separador de fases
 (15) bomba
 (16) línea
- 40 (17) fase acuosa
 (18) fase orgánica
 (19) línea para la fase acuosa
 (20) línea para el gas
 (21) columna de lavado de gas de recirculación
- 45 (22) línea
 (23) intercambiador de calor
 (24) línea
 (25) intercambiador de calor
 (26) línea para el gas de cola
- 50 (27) compresor de gas de recirculación
 (29) línea para el etileno
 (30) línea para el oxígeno
 (31) línea para el líquido obtenido en la parte inferior de (7)
 (32) recipiente de recogida de acetato de vinilo en bruto
- 55 (33) línea para el gas de evaporación instantánea
 (34) compresor de gas de evaporación instantánea
 (35) línea para el gas de evaporación instantánea
 (36) línea para la fase orgánica obtenida después de la despresurización
 (37) segunda columna de destilación / columna azeotrópica
- 60 (38) línea para el vapor de la parte superior de (37)
 (39) condensador
 (40) línea para la alimentación condensada
 (41) separador de fases

- (42) fase acuosa
- (43) línea para la fase acuosa
- (44) fase orgánica
- (45) bomba
- 5 (46) línea para la fase orgánica
- (47) línea para la parte que no se utiliza como reflujo
- (48) tercera columna de destilación
- (49) línea para el acetato de etilo
- (50) línea para el ácido acético acuoso
- 10 (51) línea
- (52) bomba
- (53) bomba
- (54) línea para el ácido acético
- (55) línea para la fase orgánica
- 15 (56) recipiente de despresurización
- (57) línea para el gas de recirculación
- (58) línea para la fase orgánica
- (59) línea para las fracciones de bajo punto de ebullición y residuos de agua
- (60) línea para el acetato de vinilo
- 20 (61) cuarta columna de destilación
- (62) línea para el vapor desde (61)
- (63) condensador
- (64) línea para el acetato de vinilo
- (65) línea para el acetato de vinilo puro
- 25 (66) línea para el producto de cola de (61)
- (67) bomba
- (70) línea para el gas precalentado desde (9)
- (71) línea al sistema de eliminación de CO₂
- (72) sistema de eliminación de CO₂ (columna de lavado/absorbente)
- 30 (73) línea para el gas de recirculación con cantidad de CO₂ reducida

La mezcla gaseosa recirculada que comprende etileno, oxígeno y CO₂ y, además, inertes y pequeñas cantidades de componentes orgánicos tales como ácido acético, denominada además como gas de recirculación, se introduce a través de la línea (1) en un vaporizador de ácido acético (2) configurado como una columna de bandejas en la que la corriente de gas se carga con ácido acético, que se introduce a través de la línea (3). La mezcla gaseosa que sale del vaporizador de ácido acético (2) se introduce a través de una línea calentada con vapor (4) en el reactor de acetato de vinilo (5). Se introduce oxígeno fresco a través de la línea (30).

La mezcla gaseosa que abandona el reactor de acetato de vinilo (5), que comprende esencialmente etileno, ácido acético, acetato de vinilo, agua, dióxido de carbono, oxígeno y gases inertes tales como nitrógeno y argón, se introduce a través de la línea (6) en la primera columna de destilación, la columna de predeshidratación (7). La columna de predeshidratación (7) tiene un diseño conocido en sí mismo.

La mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la columna de predeshidratación (7) pasa a través de la línea (8) a un intercambiador de calor (9) en el que se somete a intercambio de calor a contracorriente con la corriente de gas que entra a través de la línea (10) y se retorna como gas de recirculación precalentado a través de la línea (70) al compresor de gas de recirculación (27). En el intercambiador de calor a contracorriente (9) la corriente de gas que entra a través de la línea (10) y que se retorna como gas de recirculación precalentado a través de la línea (70) no se mezcla con la mezcla gaseosa que sale de la columna (7). La mezcla gaseosa enfriada y condensada parcialmente que ha entrado a través de la línea (8) abandona el intercambiador de calor (9) a través de la línea (11) a un condensador refrigerado por agua (12) en el que se enfría a, aproximadamente, 35°C. El material licuado en éste circula a través de la línea (13) al separador de fases (14) en el que se recoge. La proporción de líquido que supera un determinado nivel en el separador de fases (14) se bombea por medio de la bomba (15) a través de la línea (16), de nuevo a la columna de predeshidratación (7). Después de cierto tiempo, el condensado obtenido en el separador de fases (14) se separa en dos fases (17) y (18), de las que la fase acuosa (17) se descarga a través de la línea (19) y sólo la fase orgánica (18) se bombea de nuevo parcialmente a través de la línea (16), como reflujo a la parte superior de la columna de predeshidratación (7). Además, la fase orgánica (18) se transfiere parcialmente a través de la línea (55) al recipiente de despresurización (56).

La mezcla gaseosa que sale del condensador (12) a través la línea (20) se lava y se libera del acetato de vinilo no condensado en la columna de lavado (21) (columna de lavado de gas de recirculación) por medio del ácido acético introducido a través de la línea (51). Las colas de la columna de lavado de gas de recirculación (21) se separan, con una corriente secundaria que se hace circular por bombeo a través de la línea (22) y se recirculan con enfriamiento

por medio del intercambiador de calor (23) a la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación (21) y la otra parte de las colas se transporta a través de la línea (24) a través de un intercambiador de calor (25) en el que las colas se calientan a una temperatura de 60 a 100°C. Posteriormente, el producto de cola que se ha calentado de esta manera se bombea de nuevo a la parte inferior de la columna de predeshidratación (7), en el 5º a 10º plato, calculado desde la parte inferior de la columna.

El gas de cola o de recirculación (etileno, oxígeno sin reaccionar y CO₂ formado como subproducto) que abandona la columna de lavado (21) a través de la línea (26) se combina con el gas de evaporación instantánea que comprende principalmente etileno y, además, CO₂, gases inertes tales como nitrógeno y argón y también ácido acético y pequeñas cantidades de acetato de vinilo y acetato de etilo, que se transporta a través de la línea para el gas de evaporación instantánea (35) a línea (10). Además, se introduce etileno fresco a través de la línea (29), así como se introduce gas de recirculación con una cantidad reducida de CO₂ a través de la línea (73) en la línea (10) que entra en el intercambiador de calor a contracorriente (9) en el que la corriente de gas se calienta. La corriente de gas precalentado sale del intercambiador de calor (9) a través de la línea (70) y se comprime por medio del compresor de gas de recirculación (27) y se recircula a través de la línea (1) y el vaporizador de ácido acético (2) al reactor (5). Parte del gas de recirculación se elimina como gas residual a través de la línea (71) para la descarga de CO₂ en el sistema de eliminación de CO₂ (72). El sistema de eliminación de CO₂ tiene un diseño conocido en sí mismo. En general, el sistema de eliminación de CO₂ es una columna de lavado. La eliminación de CO₂ comprende una etapa de enfriamiento, que es seguida por una etapa de lavado con ácido acético y posteriormente una etapa de lavado con agua. Las etapas de lavado son seguidas por la etapa de absorción de CO₂, por ejemplo, tratamiento con hidróxido potásico. Para evitar la introducción de vapor de agua en el gas de recirculación, el gas de recirculación con la cantidad reducida de CO₂ que abandona el sistema de eliminación de CO₂ (72) a través de la línea (73) se enfría, preferentemente a una temperatura de 10 a 60°C, más preferentemente de 20 a 40°C.

El líquido obtenido en la parte inferior de la columna de predeshidratación (7), que comprende principalmente acetato de vinilo, ácido acético y agua y contiene prácticamente todo el acetato de etilo, se introduce a través de la línea (31) en un recipiente (32), denominado además como recipiente de recogida de acetato de vinilo en bruto, y se despresuriza en el mismo, a una presión de 0,1 a 0,15 MPa. El gas de evaporación instantánea formado en éste, que comprende principalmente etileno y, adicionalmente, CO₂, inertes tales como nitrógeno y argón, y además componentes orgánicos tales como ácido acético, se descarga a través de la línea (33), se combina con el gas de recirculación transportado a través de la línea (57), que tiene aproximadamente la misma composición y, después de la compresión en el compresor de gas de evaporación instantánea (34), se combina a través de la línea (35) con el gas de recirculación desde el columna de lavado de gas de recirculación (21) y se lleva a través de la línea (26) a la línea (10). La fase orgánica obtenida después de la despresurización en el recipiente de recogida de acetato de vinilo en bruto (32) se retira a través de la línea (36) y se introduce en la segunda columna de destilación (37), denominada además como columna azeotrópica.

El vapor de la parte superior de la segunda columna de destilación (37) se transporta a través de la línea (38) al condensador (39) y se condensa en el mismo. El condensado introducido a través de la línea (40) en el separador de fases (41) se separa en una fase acuosa (42) que se retira a través de la línea (43) y una fase orgánica (44) que se combina con la fase orgánica transportada a través de la línea (58). La fase orgánica combinada en el separador de fases (41) se descarga por medio de la bomba (45). Parte de la fase orgánica descargada se introduce a través de la línea (46) en la parte superior de la columna azeotrópica (37) y sirve como reflujo para la misma. La parte que no se utiliza como reflujo se descarga a través de la línea (47) y se introduce en una tercera columna de destilación (48), es decir, la columna de deshidratación. El acetato de etilo introducido a través de la línea (36) en la columna (37) se retira de una zona de enriquecimiento por encima de la parte inferior de la columna (37) a través de la línea (49). El producto de cola de la columna (37) comprende prácticamente todo el ácido acético obtenido en el tratamiento del acetato de vinilo, no más del 10% en peso de agua y además pequeñas cantidades de fracciones de punto de ebullición elevado y polímeros y sólo trazas de acetato de vinilo y acetato de etilo.

El ácido acético acuoso se retira de la parte inferior de la columna (37) a través de la línea (50) y se divide. Dependiendo del diseño de la columna de lavado (21) y la temperatura del gas que va a lavarse, se requieren diferentes cantidades de ácido acético como líquido de lavado. La proporción requerida para el lavado con ácido acético se introduce a través de la línea (51) y la bomba (52) en la columna de lavado (21). El resto se introduce a través de la bomba (53) y la línea (3) en el vaporizador de ácido acético (2). Se introduce ácido acético fresco en una cantidad correspondiente a la cantidad de ácido acético consumido en la reacción en la parte superior del vaporizador de ácido acético (2) a través de la línea (54) y al mismo tiempo sirve como solución de lavado del ácido acético recuperado transportado a través de la línea (3), denominado además como ácido acético de recirculación.

El resto de la fase orgánica (18) del separador de fases (14), si no la totalidad de la fase orgánica (18), se utiliza como reflujo en la columna de predeshidratación (7), se introduce a través de la línea (55) en el recipiente de despresurización (56). El gas de recirculación formado durante la despresurización a una presión de 0,02 a 0,2 MPa se descarga a través de la línea (57), combinado con el gas de recirculación transportado a través de la línea (33) y,

después de la compresión por medio del compresor de gas de recirculación (34), se recircula al proceso a través de la línea (35).

5 El líquido obtenido en el recipiente (56) se introduce a través de la línea (58) en el separador de fases (41) desde el que se introducen las fases orgánicas combinadas en parte como reflujo a través de la línea (46) en la columna azeotrópica (37) y en parte como alimentación a través de la línea (47) en la tercera columna de destilación (48), denominada además como columna de deshidratación. La alimentación a la columna de deshidratación está virtualmente libre de ácido acético.

10 Las fracciones de bajo punto de ebullición y los últimos residuos de agua presentes en el vapor de la parte superior de la columna (48) se transportan a través de la línea (59) y se descargan del proceso de tratamiento.

15 El acetato de vinilo prácticamente libre de agua obtenido en la parte inferior de la columna (48) se introduce a través de la línea (60) en la cuarta columna de destilación (61), denominada además como columna de acetato de vinilo puro. El vapor de la parte superior de esta columna va a través de la línea (62) al condensador (63). El condensado obtenido es acetato de vinilo puro que está libre de acetato de etilo. Una parte muy pequeña de este acetato de vinilo se recircula como reflujo a la columna (61) a través de la línea (64). El acetato de vinilo puro se retira a través de la línea (65). El producto de cola de la columna (61), que contiene pequeñas cantidades de acetato de etilo, polímeros y fracciones de punto de ebullición elevado, se recircula a través de la línea (66) y la bomba (67) a la columna (37). Desde el vaporizador de ácido acético (2), al que todas las fracciones de punto de ebullición elevado y polímeros se recirculan finalmente, se retira una corriente secundaria a través de la línea (67) para descargar los polímeros/productos pesados finales.

25 Según una realización preferente, una medida importante para el proceso de tratamiento de la presente invención es la recirculación de las colas de ácido acético de la columna de lavado (21) calentadas a la parte inferior de la columna de predeshidratación (7), con el calentamiento una vez más de las colas de ácido acético de la columna de lavado previamente calentadas. Esta medida está asociada con una variedad de ventajas.

30 Esta medida da lugar a una reducción en la solubilidad de los componentes gaseosos, en particular etileno y dióxido de carbono, que están presentes en el flujo de salida desde la parte inferior de la columna de lavado del gas de recirculación y se eliminan a través de la parte superior de la primera columna de destilación y se devuelven al gas de recirculación en una etapa temprana del proceso.

35 Como resultado, se obtiene menos gas de recirculación en la despresurización y éste se comprime con menor consumo de energía en el compresor de gas de recirculación (34) y se devuelve al proceso. De este modo, se reduce la carga en el compresor de gas de recirculación.

40 La introducción de las colas de ácido acético de la columna de lavado (21) en la parte inferior de la columna de predeshidratación (7) consigue un efecto de lavado y prácticamente todo el acetato de etilo se lava en la parte inferior de la columna de predeshidratación (7) y se descarga a través de las colas. Sólo una cantidad muy pequeña de acetato de etilo se transporta en la fase orgánica (18) que se recoge en el recipiente de recogida (14). Por lo tanto, la corriente eliminada a través de la línea (55) apenas contiene acetato de etilo. Por lo tanto, se puede permitir una cantidad más grande de ésta en comparación con el modo de operación conocido, de lo que se reduce como resultado la carga de la columna azeotrópica (37), que además conduce a ahorros de energía adicionales. De este modo, la columna azeotrópica puede ser operada a una relación de reflujo significativamente menor.

50 Del mismo modo, una mayor cantidad de agua se descarga a través de la parte superior de la columna de predeshidratación (7), como resultado de lo cual puede aumentarse la cantidad de agua obtenida en el recipiente (14). Por lo tanto, la eliminación de agua a través de la columna de predeshidratación (7) puede funcionar más eficazmente. El agua se elimina de este modo en un mayor grado en una etapa temprana del proceso y se reduce la carga para la eliminación de agua en las etapas posteriores del proceso.

55 Además, todo el ácido acético se descarga con las colas de la columna azeotrópica (37), de modo que la alimentación a la columna de deshidratación (48) y, por lo tanto, además a la columna de acetato de vinilo puro (61) está prácticamente libre de ácido acético. Por lo tanto, se pueden evitar fenómenos de corrosión por ácido acético en estas partes de la planta y es posible emplear una cantidad menor de materiales resistentes a la corrosión. El evitar un contenido de ácido acético en la alimentación a la columna de acetato de vinilo puro (61) reduce además el gasto de destilación para aislar el acetato de vinilo puro, ya que la eliminación de los residuos de ácido acético de acetato de vinilo es muy difícil. Por lo tanto, la destilación para aislar el acetato de vinilo puro puede operarse con una entrada de energía menor y a una relación de reflujo inferior, lo que generalmente significa un ahorro considerable de vapor.

60

Ejemplo:

5 El proceso según la presente invención se lleva a cabo según el modo de realización representado en la figura. El proceso según la presente invención se compara con el proceso descrito en la figura 1 del documento EP-A1-1760065.

10 Operado a plena carga, el intercambiador de calor a contracorriente (9) calienta el gas de recirculación junto con el etileno fresco, el gas de recirculación procedente del sistema de eliminación de CO₂ (72) y el gas de evaporación instantánea hasta 50 K. De este modo, pueden transferirse hasta 4300 KW de la corriente de gas procedente de la columna de predeshidratación (7) a la corriente de gas de recirculación (10) antes de entrar en el compresor de gas de recirculación (27). 4300 kW corresponden a 7,4 Ton/h de vapor.

15 La corriente de gas precalentado que sale del intercambiador de calor a contracorriente (9) a través de la línea (70) se transfiere después de la compresión mediante el compresor de gas de recirculación (27) al reactor de acetato de vinilo (5) y, posteriormente, a la columna de predeshidratación (7). Debido al aumento de la temperatura del gas de recirculación se aumenta el reflujo a la columna de predeshidratación (7) y, como consecuencia, se descarga más agua ya que se transfiere menos agua a la segunda columna de destilación (columna azeotrópica (37)). Por lo tanto, se requiere menos vapor en la columna azeotrópica.

20 La siguiente tabla demuestra el consumo de vapor reducido del proceso según la presente invención en comparación con el proceso según el documento EP-A1-1760065.

Tabla

	Cantidad de gas de recirculación al compresor de gas de recirculación (27)	Temperatura de la parte superior de la columna de lavado (21)	Energía transferida al intercambiador de calor a contracorriente (9)	Reducción de la composición de vapor
Carga normal	180 Ton/h	38°C	3050 KW	5,2 Ton/h

25 Además, el consumo de agua de refrigeración en el condensador (12) se reduce significativamente. Operado a plena carga, se ha observado una reducción de agua de refrigeración de 800 m³/h.

30 En comparación con el proceso descrito en la figura 1 del documento EP-A1-1760065, se puede observar una reducción del consumo de energía de, aproximadamente, el 20% y una reducción del consumo de vapor en condiciones de plena carga de, aproximadamente, el 22%.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para la separación de acetato de vinilo a partir de una mezcla gaseosa formada mediante la reacción de etileno con ácido acético y oxígeno en fase gaseosa sobre catalizadores que comprenden paladio o compuestos de paladio, que comprende
- a) introducir dicha mezcla gaseosa que abandona el reactor de acetato de vinilo (5) en una columna de predeshidratación (7),
- 10 b) enfriar la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la columna de deshidratación (7) por debajo de 85°C, preferentemente a una temperatura por debajo de 80°C y más preferentemente a una temperatura de entre 55°C y 75°C en un intercambiador de calor a contracorriente (9),
- c) enfriar adicionalmente la mezcla gaseosa o la mezcla de gas y líquido que sale del intercambiador de calor (9) en la etapa b) de -20 a 50°C separando el condensado obtenido en una fase acuosa (17) y una fase orgánica (18),
- 15 d) retirar la fase acuosa formada en la etapa c),
- e) recircular la totalidad o parte de la fase orgánica formada en la etapa c) como reflujo a la parte superior de la columna de deshidratación (7) utilizada en la etapa a) y retirar la parte de la fase orgánica que no se utiliza como reflujo,
- f) lavar el gas que comprende acetato de vinilo que no se condensa en la etapa b) en una columna de lavado de gas (21) por medio de una solución acuosa de ácido acético,
- 20 g) aislar el acetato de vinilo,
- h) calentar el gas de recirculación que abandona la columna de lavado (21), opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ (72) y/o gas de evaporación instantánea en el intercambiador de calor a contracorriente (9), reduciendo de ese modo la temperatura de la mezcla gaseosa que sale de la parte superior de la columna de deshidratación (7), e
- 25 i) introducir el gas de recirculación opcionalmente junto con etileno fresco y/o gas de recirculación procedente de un sistema de eliminación de CO₂ (72) y/o gas de evaporación instantánea precalentado en la etapa h) en el reactor de acetato de vinilo (5).
- 30 2. Proceso, según la reivindicación 1, en el que la etapa c) se lleva a cabo con un condensador enfriado por agua (12) en el que se enfría la mezcla gaseosa o la mezcla de gas y líquido a menos de 35°C.
3. Proceso, según la reivindicación 1 ó 2, en el que la parte de la fase orgánica que no se utiliza como reflujo en la etapa e) se transfiere a un recipiente de despresurización (56).
- 35 4. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las colas de la columna de lavado de gas (21) utilizada en la etapa f) se separan con una corriente secundaria y se recirculan con enfriamiento por medio del intercambiador de calor (23) a la parte inferior de la columna de lavado de gas de recirculación (21) y, preferentemente la otra parte de las colas se transportan a través de un intercambiador de calor (25) en el que las colas se calientan a, como mínimo, 30°C, preferentemente de 60 a 120°C.
- 40 5. Proceso, según la reivindicación 4, en el que el producto de cola calentado se transporta a la parte inferior de la columna de predeshidratación (7), preferentemente en el 2º al 15º plato, calculado desde la parte inferior.
- 45 6. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la corriente (10) que entra en el intercambiador de calor a contracorriente (9) en la etapa h) tiene una temperatura de 10 a 60°C, preferentemente de 20 a 40°C.
- 50 7. Proceso, según la reivindicación 6, en el que la corriente (10) que entra en el intercambiador de calor a contracorriente (9) en la etapa h) comprende etileno fresco que tiene una temperatura antes de entrar en la corriente de -20 a 40°C, preferentemente de -20 a 10°C.
- 55 8. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la corriente precalentada (70) en la etapa h), que abandona el intercambiador de calor a contracorriente (9) tiene una temperatura de 50 a 90°C, preferentemente de 65 a 80°C.
- 60 9. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que una parte de la corriente precalentada (70) en la etapa h), que abandona el intercambiador de calor a contracorriente (9) se elimina como el gas de salida para la descarga de CO₂ en un sistema de eliminación de CO₂ (72).
10. Proceso, según la reivindicación 9, en el que la corriente de gas que sale del sistema de eliminación de CO₂ (72) y que entra en la corriente de gas de recirculación tiene una temperatura de 10 a 60°C, preferentemente de 20 a 40°C.

11. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la corriente precalentada (70) en la etapa h), que abandona el intercambiador de calor a contracorriente (9) entra en el compresor de gas de recirculación (27) desde el sitio de succión.

5 12. Proceso, según como mínimo una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el líquido obtenido en la parte inferior de la columna de predeshidratación (7) que comprende esencialmente acetato de vinilo, ácido acético, agua y acetato de etilo se despresuriza a una presión de 0,02 a 0,2 MPa, preferentemente de 0,1 a 0,15 MPa, para formar gas de evaporación instantánea.

10 13. Proceso, según la reivindicación 12, en el que el líquido despresurizado se introduce en una columna de destilación azeotrópica (37).

