



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 330 799**

(51) Int. Cl.:
C08F 2/42 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **07112448 .1**

(96) Fecha de presentación : **22.04.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1837322**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **26.09.2007**

(54) Título: **Método para estabilizar monómeros vinilaromáticos empleando inhibidores de polimerización seleccionados y los polímeros preparados a partir de tales monómeros.**

(30) Prioridad: **06.05.2002 US 139524**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.12.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.12.2009

(73) Titular/es:
TOTAL PETROCHEMICALS RESEARCH FELUY
Zone Industrielle C
7181 Seneffe (Feluy), BE

(72) Inventor/es: **Merrill, James T.**

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Método para estabilizar monómeros vinilaromáticos empleando inhibidores de polimerización seleccionados y los polímeros preparados a partir de tales monómeros.

Antecedentes de la invención**1. Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un método para estabilizar monómeros vinilaromáticos empleando inhibidores de polimerización seleccionados y a los polímeros preparados a partir de tales monómeros. La presente invención se refiere particularmente a un método para estabilizar monómeros estirénicos a los polímeros de poliestireno preparados a partir de tales monómeros.

2. Estado de la técnica

Es bien sabido que los compuestos vinilaromáticos tales como monómeros de estireno y alfa-metilestireno, polimerizan fácilmente y que la velocidad de dicha polimerización incrementa a medida que lo hace la temperatura. Los métodos de producción modernos para estos y otros compuestos vinilaromáticos incluyen procedimientos de separación y purificación. Dicha separación y purificación suele llevarse a cabo mediante destilación.

Se han utilizado varios tipos de inhibidores de la polimerización para impedir la polimerización durante la producción y almacenamiento de compuestos vinilaromáticos. Por ejemplo, la Patente US No. 4.466.904 de Watson, *et al.*, describe que inhibidores útiles para inhibir la polimerización de compuestos vinilaromáticos incluyen 4-terc-butilcatecol (TBC), fenotiazina y 2,6-dinitro-p-cresol. En particular, el TBC es un inhibidor de polimerización preferido en aplicaciones de almacenamiento, presentando una buena eficiencia a la hora de prevenir la polimerización prematura sin producir nitrógeno y/o haluros que pueden requerir una atención especial durante las operaciones de desecho de los residuos. Dicho uso de inhibidores de polimerización para prevenir la polimerización de monómeros vinilaromáticos suele referirse como “estabilización” y un monómero en donde está presente una cantidad eficaz de inhibidor de la polimerización suele referirse como “estabilizado”.

Algunos inhibidores de la polimerización trabajan bien en ausencia de oxígeno. El 2,6-dinitro-p-cresol trabaja bien como un inhibidor de la polimerización en un monómero vinilaromático en un procedimiento libre de oxígeno. Otros no lo hacen así. Otra clase de compuestos químicos útiles como inhibidores de la polimerización en la producción de monómeros vinilaromáticos consiste en las fenilendiaminas. Ciertos inhibidores de la polimerización, tales como fenilendiamina y TBC, requieren la presencia de oxígeno para inhibir la polimerización de monómeros vinilaromáticos.

Una clase más reciente de inhibidores, descritos como metidas de quinonas 7-sustituidas, se ha ofrecido en la Patente US No. 5.750.765 de Nesvadba, *et al.*, y Patente US No. 6.024.894 de Arhancet, *et al.* En Nesvadba, estos inhibidores de la polimerización se describen como siendo más activos que las metidas descritas con anterioridad. En Arhancet, las metidas de quinonas 7-sustituidas se describen como siendo particularmente útiles cuando se emplean en combinación con N,N-bis(hidroxipropil)hidroxilamina.

El uso de dichos inhibidores de la polimerización en general, y de TBC en particular, no está libre de problemas. Por ejemplo, para muchas aplicaciones, el TBC debe separarse antes de la polimerización de los monómeros vinilaromáticos. Un método para separar TBC de los monómeros vinilaromáticos consiste en la filtración a través de alúmina. Otro método para separar TBC de los monómeros vinilaromáticos se lleva a cabo mediante lavado de los monómeros vinilaromáticos con una solución acuosa de hidróxido sódico o potásico.

Resumen de la invención

Según un aspecto, la presente invención consiste en un método para preparar un monómero vinilaromático. El método comprende calentar una mezcla del monómero vinilaromático y una metida de 7-aril-quinona en donde la metida de 7-aril-quinona está presente en una concentración suficiente para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático; separar el monómero vinilaromático y la metida de 7-aril-quinona para producir un destilado por cabeza de monómero vinilaromático y un material de cola; e introducir 4-terc-butilcatecol en el destilado en una concentración suficiente para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático; en donde el 4-terc-butilcatecol se introduce en el destilado de manera que en los materiales de cola esencialmente no entra 4-terc-butilcatecol.

Según otro aspecto, la presente invención consiste en un método para reelaborar una mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol en un procedimiento para la preparación de un monómero vinilaromático empleando una metida de 7-aril-quinona como inhibidor de la polimerización. El método incluye separar prácticamente la totalidad del 4-terc-butilcatecol presente en la mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol antes de que la mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol llegue a entrar en contacto con el monómero vinilaromático estabilizado empleando una metida de 7-aril-quinona.

Otro aspecto de la presente invención consiste en un método para la desactivación *in situ* de un inhibidor de polimerización seleccionado en un monómero vinilaromático. El método comprende mezclar: (A) una mezcla de un

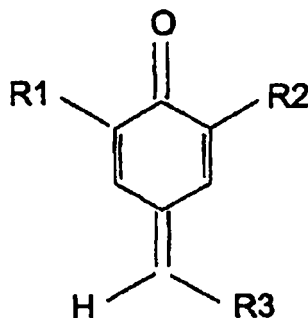
monómero vinilaromático y un inhibidor de la polimerización seleccionado del grupo consistente en 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona; y (B) un compuesto seleccionado del grupo consistente en 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona; en donde el inhibidor de la polimerización en (A) no es el mismo que el compuesto de (B) y en donde la relación del inhibidor de la polimerización de (A) y el compuesto de (B) es tal que sustancialmente no se inhibe la polimerización del monómero vinilaromático.

Según otro aspecto más, la presente invención consiste en un método para preparar monómeros vinilaromáticos. Este método comprende calentar un monómero vinilaromático en presencia de un inhibidor de la polimerización a base de metida de 7-aril-quinona y un inhibidor de la polimerización a base de 4-terc-butilcatecol y además también incluye emplear al menos otro inhibidor de la polimerización, en donde dicho o dichos otros inhibidores de la polimerización están presentes en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático y no consisten en una hidroxilamina.

Otro aspecto de la presente invención consiste en un polímero vinilaromático preparado a partir de una formulación que incluye un monómero vinilaromático no estabilizado, 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona.

Descripción detallada de las modalidades preferidas

Según un aspecto, la presente invención consiste en una mejora introducida en un procedimiento para la preparación de un monómero vinilaromático, en cuyo procedimiento se emplea una metida de 7-aril-quinona en una cantidad eficaz para inhibir la polimerización de los monómeros vinilaromáticos. Para los fines de la presente invención, las metidas de 7-aril-quinona se definen como aquellos compuestos que tienen la fórmula general:



en donde R_1 y R_2 son independientemente H, alquilo C_4 a C_{18} ; cicloalquilo C_5 a C_{12} ; o fenilalquilo C_7 a C_{15} . Preferentemente, R_1 y R_2 son terc-butilo, terc-amilo, terc-octilo, ciclohexilo, α -metilbencilo o α,α -dimetilbencilo. Preferentemente, R_3 es arilo o arilo sustituido con alquilo C_1 a C_6 , alcoxi, hidroxilo, nitro, amino, carboxi o mezclas de los mismos. Métodos para la preparación de estos compuestos se pueden encontrar en la Patente US No. 4.032.547. Con suma preferencia, la metida de 7-aril-quinona es 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona.

Un aspecto importante de la presente invención es el descubrimiento del hecho de que los dos inhibidores de la polimerización, las metidas de 7-aril-quinona y el TBC, cuando se emplean en combinación, no inhiben la polimerización en el mismo grado en que lo harían en el caso de que se emplearan cada uno de ellos por separado. Dicho de otro modo, se ha observado el fenómeno de que cuando estos dos compuestos se emplean juntos, los mismos pueden hacer, en una gran medida, que cada uno del otro compuesto sea incapaz de inhibir la polimerización de un monómero vinilaromático.

En los procedimientos para la preparación de monómeros vinilaromáticos una práctica común consiste en utilizar inhibidores de la polimerización para estabilizar el monómero a medida que este es producido. En ciertas partes críticas del procedimiento, un material intermedio que comprende monómero, contaminantes y un inhibidor de la polimerización se somete a calentamiento para destilar el monómero de punto de ebullición comparativamente bajo, produciendo un destilado que principalmente consiste en monómero y un material de cola que incluye monómero, monómero polimerizado y subproductos contaminantes. En este momento es usual en el procedimiento añadir TBC al destilado de monómero, generalmente en algún punto de la unidad de destilación, para evitar la formación de polímero.

Una cantidad comparativamente pequeña de TBC puede reducir una cantidad comparativamente grande de metida de 7-aril-quinona para que sea ineficaz a la hora de inhibir la polimerización. Si en un procedimiento de producción de monómero vinilaromático se emplea una metida de 7-aril-quinona como inhibidor en el procedimiento y se añade TBC a una unidad de destilación en dicho procedimiento en un punto tal que se permita que parte del TBC vuelva a entrar en el procedimiento y recogerse en el material de cola, entonces el material de cola puede comenzar a polimerizar y aumentar rápidamente de viscosidad. Estos materiales de cola se desechan normalmente, con frecuencia quemándolos. Si el material de cola aumenta de viscosidad hasta el punto de solidificación o incluso justo hasta el

punto en donde no puede ser bombeado o separado fácilmente de otro modo para su distribución, pueden presentarse entonces interrupciones en el procedimiento o incluso paradas de la unidad. El coste de una interrupción no esperada en la instalación de producción debido a un problema tal como este puede superar fácilmente los \$1.000.000,00 en cuanto a los costes de limpieza y pérdida de producción.

Sería deseable en la técnica referente a la producción de monómeros vinilaromáticos evitar interrupciones costosas derivadas de interacciones indeseadas entre las metidas de 7-aril-quinona y el TBC. Por tanto, según un aspecto, la presente invención consiste en un procedimiento mejorado para la preparación de un monómero vinilaromático en donde se utiliza una metida de 7-aril-quinona en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático caliente y en donde se añade TBC a un destilado de monómero vinilaromático en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del destilado del monómero vinilaromático, consistiendo la mejora en impedir que el TBC entre en el procedimiento en cualquier punto en donde el monómero vinilaromático es estabilizado por la metida de 7-aril-quinona. Ha de apreciarse que las etapas de calentamiento y las etapas de destilación del método de la presente invención pueden realizarse en las mismas o diferentes partes del procedimiento.

En una modalidad de la presente invención, en donde el procedimiento para la preparación de un monómero vinilaromático incluye una columna de destilación, el TBC no se añadirá al destilado de monómero vinilaromático hasta que el destilado de monómero vinilaromático ha salido de la columna de destilación. Una ventaja de esta modalidad es que el TBC puede ser excluido sustancialmente del resto del procedimiento, pero la adición retardada del TBC hasta este punto en el procedimiento podría dar lugar a una formación excesiva de polímero.

En otra modalidad de la presente invención, en donde el procedimiento para la preparación de un monómero vinilaromático incluye una columna de destilación, el TBC se añade al interior de la columna, pero aguas abajo de un sistema de reciclo separado que evitará que prácticamente la totalidad del TBC llegue al material de cola de destilación. Una ventaja de esta modalidad será la menor producción de polímero debido a que el monómero pasa menos tiempo sin mezclar con un inhibidor de polimerización. Un inconveniente de dicho sistema será el mayor coste de capitalización.

En el procedimiento de la presente invención en donde se introduce TBC en un destilado vinilaromático, de manera que esencialmente no entra TBC en el material de cola de destilación, la concentración de TBC en la cola de destilación es menor de 10 ppm, preferentemente menor de 5 ppm y con suma preferencia menor de 1 ppm. En el método de la presente invención se puede emplear cualquier método conocido de utilidad para los expertos en la materia referente a la preparación de monómeros vinilaromáticos, para añadir una cantidad eficaz de TBC a un destilado de monómero aromático antes de que se formen cantidades indeseables de polímero pero sin dar lugar a que el TBC entre en el material de cola de destilación.

El TBC es un inhibidor de la polimerización preferido para utilizarse con monómeros vinilaromáticos que han de ser almacenados. De manera ocasional, un monómero vinilaromático almacenado no cumplirá las especificaciones o, por cualquier otro motivo, no estará en condición de ser comercializado. Es común en la técnica de preparación de monómeros vinilaromáticos "reelaborar" dichos materiales que están fuera de la especificación. Para los fines de la presente invención, la reelaboración de un material significa el reciclo del mismo a un proceso de producción, de manera que el material se purifica o se retorna de cualquier otro modo a las especificaciones deseadas. Evidentemente, puede no ser deseable la reelaboración de un material que incluye un inhibidor TBC de la polimerización en un procedimiento que utiliza una metida de 7-aril-quinona como inhibidor de la polimerización. Por tanto, otro aspecto de la presente invención consiste en un método para reelaborar un monómero vinilaromático estabilizado empleando una cantidad eficaz de TBC en un procedimiento en donde se utiliza una metida de 7-aril-quinona en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del polímero vinilaromático, comprendiendo la mejora el hecho de separar el TBC del monómero vinilaromático que ha de ser reelaborado pero antes que el monómero vinilaromático a reelaborar llegue a entrar en contacto con el monómero vinilaromático estabilizado empleando una metida de 7-aril-quinona.

En la presente invención se puede emplear cualquier método de utilidad para separar TBC de un monómero vinilaromático, conocido para los expertos en la preparación de dichos monómeros vinilaromáticos. Por ejemplo, se puede emplear un lavado con una base acuosa así como una filtración a través de alúmina.

Otro método que se puede emplear para evitar la interrupción de una planta de producción de monómero vinilaromático debido a la interacción indeseable entre el TBC y la metida de 7-aril-quinona, consistiría en utilizar al menos un inhibidor adicional de la polimerización en el procedimiento en una concentración tal que el inhibidor adicional estaría presente en la cola de destilación en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización rápida de los materiales de cola. Dicha solución evitaría el incremento rápido de la viscosidad del material de cola y la formación de polímero en el monómero que podría causar una interrupción, pero también recibiría el sacrificio de al menos algunas de las ventajas derivadas de utilizar solo una metida de 7-aril-quinona.

La ausencia o baja concurrencia de heteroátomos tal como nitrógeno y de halógenos en las metidas de 7-aril-quinona preferidas podría ser conveniente desde la perspectiva de una distribución adecuada de los materiales de cola. Particularmente cuando el método de distribución deseado consiste en efectuar una combustión para conseguir combustible, la necesidad de reducir la descarga de compuestos tales como NO_x puede incrementar en gran medida el coste de tales prácticas de distribución. El uso de inhibidores de la polimerización de bajo contenido en nitrógeno y halógenos o que están libres de nitrógeno y halógenos reduce o elimina dichos costes.

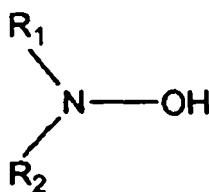
Inhibidores de la polimerización adicionales que podrían utilizarse en el método de la presente invención incluyen fenotiazina, 2,6-dinitro-p-cresol, 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol y otros fenoles y compuestos poli-hidroxi aromáticos tales como hidroquinona y monometiléter de hidroquinona; aminas aromáticas tales como N,N'-di-2-naftil-p-fenilendiamina, N-fenil-N'-(1,3-dimetilbutil)-p-fenilendiamina y N,N'-difenil-p-fenilendiamina. También son útiles los N-oxil compuestos tales como aquellos descritos en la Patente US No. 6.348.598. En el método de la presente invención se puede emplear cualquier composición que sea adecuada como inhibidor de la polimerización para utilizarse con monómeros vinilaromáticos, salvo que se indique lo contrario.

Queda contemplado que la presente invención se puede emplear en la producción y almacenamiento de cualesquiera monómeros vinilaromáticos. Ejemplos de dichos monómeros son estireno monomérico y α -metil-estireno monomérico. La presente invención está dirigida particularmente a la producción y almacenamiento de estireno.

Otra modalidad de la presente invención consiste en un método para la desactivación *in situ* de un inhibidor de la polimerización seleccionado en un monómero vinilaromático que comprende mezclar: (A) una mezcla de un monómero vinilaromático y un inhibidor de la polimerización seleccionado del grupo consistente en TBC y una metida de 7-aril-quinona; y (B) un compuesto seleccionado del grupo consistente en TBC y una metida de 7-aril-quinona; en donde el inhibidor de la polimerización en (A) no es el mismo compuesto utilizado en (B). Antes de la polimerización, suele ser deseable separar un inhibidor de la polimerización de un monómero vinilaromático. En lugar de utilizar los métodos del estado de la técnica descritos anteriormente, es decir, destilación, lavados cáusticos y filtración, el efecto de un inhibidor de la polimerización puede ser negado por la adición de una cantidad eficaz del otro inhibidor de la polimerización. Dicho de otro modo, si el monómero se estabiliza con TBC, entonces se puede emplear la adición de una metida de 7-aril-quinona para contrarrestar los efectos estabilizantes del TBC.

Entre el TBC y las metidas de 7-aril-quinona, el TBC es más efectivo, en peso, a la hora de anular la capacidad de una metida de 7-aril-quinona para inhibir la polimerización de un monómero vinilaromático. Por ejemplo, un monómero de estireno que incluye de 15 a 30 partes por millón (ppm) de TBC y 100 ppm de una metida de 7-aril-quinona formará polímero aproximadamente a la misma velocidad que el mismo monómero que no tiene inhibidor de la polimerización. La eficacia del TBC en la estabilización de la polimerización es bien conocida y la metida de 7-aril-quinona es aproximadamente igual de eficaz que, por ejemplo, el 2,6-dinitro-p-cresol. La relación de la metida de 7-aril-quinona con respecto al TBC, necesaria para eliminar sustancialmente la capacidad de los dos materiales para estabilizar un monómero vinilaromático, es de alrededor de 3:1 a 40:1, con preferencia de alrededor de 4:1 a 25:1 y con suma preferencia de alrededor de 5:1 a 6:1.

En otra modalidad, la presente invención consiste en un método para la preparación de monómeros vinilaromáticos que comprende calentar un monómero vinilaromático en presencia de una metida de 7-aril-quinona como inhibidor de la polimerización y de un 4-terc-butilcatecol como inhibidor de la polimerización, comprendiendo también además el uso de al menos otro inhibidor de polimerización, en donde dicho o dichos otros inhibidores de la polimerización están presentes en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático y no consisten en una hidroxilamina. Las hidroxilaminas excluidas de las combinaciones de inhibidores de la polimerización de la presente invención tienen la fórmula general:



en donde R_1 y R_2 son iguales o diferentes y representan hidrógeno, alquilo, arilo, alcarilo, aralquilo o hidroxialquilo y preferentemente tienen de 3 a 20 átomos de carbono aproximadamente. Dentro del alcance de la presente invención queda contemplada cualquier otra combinación de una metida de 7-aril-quinona y un inhibidor de la polimerización. Los inhibidores de la polimerización se pueden mezclar con el polímero estabilizado empleando cualquier método conocido para los expertos en la materia de producción de monómeros o polímeros vinilaromáticos y que sean de utilidad a la hora de mezclar tales materiales.

Otra modalidad de la presente invención consiste en un polímero vinilaromático preparado a partir de una formulación que incluyen un monómero vinilaromático sin estabilizar, TBC y una metida de 7-aril-quinona. Con preferencia, el TBC está presente en una concentración en el polímero de 10 a 30 ppm aproximadamente. Igualmente, con preferencia, la metida de 7-aril-quinona está presente dentro del intervalo de las relaciones ya descritas y a un nivel suficiente para hacer que el TBC sea eficaz a la hora de inhibir la polimerización, o bien a una concentración de 30 a 240 ppm aproximadamente.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se ofrecen para ilustrar la presente invención. Los ejemplos no intentan limitar el alcance de la invención y no deberán así ser interpretados. Las cantidades son partes en peso o porcentajes en peso salvo que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

Se lleva a cabo un ensayo en matraz de la eficacia de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona mezclando 100 ppm en peso de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona con monómero de estireno a una temperatura de alrededor de 122°C en ausencia de oxígeno. Después de 90 minutos, se ensaya una muestra del monómero de estireno con respecto al contenido en polímero empleando precipitación con metanol. Se determina que el contenido en polímero es de 2,5%.

Ejemplo 2

Se repite el ejemplo 1 y se ensaya de un modo sustancialmente idéntico excepto que la mezcla de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona y monómero de estireno incluye además 15 ppm de 4-terc-butilcatecol. El contenido en polímero se determina en 10%.

Ejemplo 3

Se repite el ejemplo 1 y se ensaya de un modo sustancialmente idéntico excepto que con el monómero se mezclan adicionalmente 100 ppm de fenilendiamina. Ha de observarse que la ausencia de oxígeno previene que la fenilendiamina actúe como inhibidor de la polimerización. Se determina que el contenido en polímero es de 2%.

Ejemplo 4

Se lleva a cabo un ensayo en matraz empleando un monómero de estireno que contiene 15 ppm de 4-terc-butilcatecol que está mezclado con 100 ppm de fenilendiamina y 100 ppm de 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol. La mezcla monómera se calienta a 122°C en ausencia de oxígeno durante 2 horas. Se toma una muestra de la mezcla y se analiza respecto al contenido en polímero. Ha de observarse que la ausencia de oxígeno evita que la fenilendiamina actúe como inhibidor de polimerización. Se determina que el contenido en polímero es de 2%.

Ejemplo 5

Se lleva a cabo un ensayo en matraz y se ensaya de un modo sustancialmente idéntico al descrito en el ejemplo 4 excepto que se utiliza 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona en lugar de 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol. Se determina que el contenido en polímero es de 6% aproximadamente.

Ejemplo 6

Se lleva a cabo un ensayo en matraz y se ensaya de un modo sustancialmente idéntico al descrito en el ejemplo 4 excepto que no se utiliza inhibidor de la polimerización. Se determina que el contenido en polímero es de 13% aproximadamente.

El ejemplo 1 muestra el grado de formación de polímero en un monómero inhibido con 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona. El ejemplo 2 muestra que la adición de 4-terc-butilcatecol al mismo monómero incrementa la formación de polímero. El ejemplo 3 muestra que la adición de fenilendiamina a un monómero inhibido con 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona no causa un incremento en la formación de polímero, incluso en ausencia de oxígeno que es requerido por la fenilendiamina para que actúe como inhibidor de la polimerización. El ejemplo 4 muestra que el efecto de añadir tanto 4-terc-butilcatecol como fenilendiamina, que ambos requieren oxígeno para que actúen como inhibidores de la polimerización, a 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol no incrementa la formación de polímero. El ejemplo 5 muestra que la repetición del ejemplo 4 en donde se utiliza 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona en lugar de 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol da lugar a una formación incrementada de polímero. El ejemplo 6 muestra el grado de formación de polímero en un sistema no inhibido.

REIVINDICACIONES

1. Un método para reelaborar una mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol en un procedimiento para la preparación de un monómero vinilaromático empleando una metida de 7-aril-quinona como inhibidor de la polimerización, que comprende separar el 4-terc-butilcatecol presente en la mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol antes de que la mezcla de monómero vinilaromático y 4-terc-butilcatecol llegue a entrar en contacto con el monómero vinilaromático estabilizado empleando una metida de 7-aril-quinona.

2. Un método según la reivindicación 1, en donde el monómero vinilaromático es estireno y la metida de 7-aril-quinona es 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona.

3. Un método según la reivindicación 2, en donde la separación del 4-terc-butilcatecol se efectúa mediante un procedimiento seleccionado del grupo consistente en destilación, lavado con una base acuosa y filtración a través de alúmina.

4. Un método según la reivindicación 3, en donde el producto de la reivindicación 3 tiene una concentración de 4-terc-butilcatecol menor de 1 ppm.

5. Un método para la desactivación *in situ* de un inhibidor de polimerización seleccionado en un monómero vinilaromático, que comprende mezclar: (A) una mezcla de un monómero vinilaromático y un inhibidor de la polimerización seleccionado del grupo consistente en 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona; y (B) un compuesto seleccionado del grupo consistente en 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona; en donde el inhibidor de la polimerización en (A) no es el mismo que el compuesto de (B) y en donde la relación del inhibidor de la polimerización de (A) y el compuesto de (B) es tal que sustancialmente no se inhibe la polimerización del monómero vinilaromático.

6. Un método según la reivindicación 5, en donde el monómero vinilaromático es estireno y la metida de 7-aril-quinona es 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona.

7. Un método según la reivindicación 6, en donde la relación de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona a 4-terc-butilcatecol es de 3:1 a 40:1.

8. Un método según la reivindicación 7, en donde la relación de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona a 4-terc-butilcatecol es de 4:1 a 25:1.

9. Un método según la reivindicación 8, en donde la relación de 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona a 4-terc-butilcatecol es de 5:1 a 6:1.

10. Un método para preparar monómeros vinilaromáticos, que comprende calentar un monómero vinilaromático en presencia de un inhibidor de la polimerización a base de metida de 7-aril-quinona y un inhibidor de la polimerización a base de 4-terc-butilcatecol, comprendiendo también además emplear al menos otro inhibidor de la polimerización, en donde dicho o dichos otros inhibidores de la polimerización están presentes en una cantidad eficaz para prevenir la polimerización del monómero vinilaromático y no consisten en una hidroxilamina.

11. Un método según la reivindicación 10, en donde el monómero vinilaromático es estireno y la metida de 7-aril-quinona es 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona.

12. Un método según la reivindicación 11, en donde dicho o dichos otros inhibidores de la polimerización se eligen del grupo consistente en fenotiazina, 2,6-dinitro-p-cresol, 2-sec-butil-4,6-dinitrofenol, hidroquinona, monometiléter de hidroquinona, N,N'-di-2-naftil-p-fenilendiamina, N-fenil-N'-(1,3-dimetilbutil)-p-fenilendiamina y N,N'-difetil-p-fenilendiamina.

13. Un polímero vinilaromático preparado a partir de una formulación que incluye un monómero vinilaromático sin estabilizar, 4-terc-butilcatecol y una metida de 7-aril-quinona.

14. Un polímero vinilaromático según la reivindicación 13, en donde el polímero vinilaromático es poliestireno y la metida de 7-aril-quinona es 2,6-di-terc-butil-4-benciliden-ciclo-2,5-dienona.