(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 741 123**

(51) Int. CI.:

B01J 37/02 (2006.01)
B01J 35/02 (2006.01)
B01J 21/06 (2006.01)
B01J 21/08 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.11.2003 PCT/EP2003/050877**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **17.06.2004 WO04050241**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2003 E 03796045 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2019 EP 1572362**

(54) Título: **Proceso para preparar un catalizador de epoxidación y proceso para preparar epóxidos**

(30) Prioridad:

02.12.2002 EP 02258294

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.02.2020

(73) Titular/es:

SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
Carel van Bylandtlaan 30
2596 HR The Hague, NL

(72) Inventor/es:

BUIJINK, JAN KAREL FREDERIK y
JANSSEN, FRANK JOAN

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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 preparar un catalizador de epoxidación y proceso para preparar epóxidos

La presente invención se refiere a la preparación de un catalizador de epoxidación y al proceso de preparación de óxido de alquileno con la ayuda de dicho catalizador.

Antecedentes de la invención

Se entiende que un catalizador de epoxidación es un catalizador que cataliza la fabricación de un compuesto que contiene un grupo epoxi. Un proceso bien conocido comprende poner en contacto hidroperóxido orgánico y alqueno con un catalizador de epoxidación heterogéneo y extraer una corriente de producto que comprende óxido de alquileno y un alcohol.

Los catalizadores para la fabricación de un compuesto que contiene un grupo epoxi, son bien conocidos. El documento EP-A-345856 describe la preparación de dicho catalizador que comprende impregnar un compuesto de silicio con una corriente de tetracloruro de titanio gaseoso que comprende preferiblemente un gas inerte. En el ejemplo, se menciona que se usa sílice seca.

El documento US-A-6,114,552 enseña el uso de un soporte de sílice de superficie específica elevada o similar que tiene una superficie específica superior a 1100 m^2/g en la preparación de catalizadores de epoxidación. El sólido de superficie específica elevada se impregna con una disolución de un haluro de titanio en un disolvente hidrocarbonado no oxigenado o con una corriente de gas de tetracloruro de titanio. Se menciona que es deseable secar el soporte de sílice antes de la impregnación, por ejemplo calentando durante varias horas a una temperatura de al menos 200 a 700 °C. Los soportes de sílice ejemplificados para impregnar con tetracloruro de titanio gaseoso, se secaron a 450 ºC al aire.

El documento US-A-5,932,751 describe la preparación de titanio sobre catalizadores de sílice en los que la sílice se ha lavado antes de la deposición del componente de titanio sobre el mismo. Se utiliza una disolución para depositar el componente de titanio.

Existe un interés continuo en mejorar la selectividad de los catalizadores de epoxidación en general, y más específicamente de catalizadores para la preparación de óxido de alquileno. Encontramos una forma simple y atractiva de lograrlo.

Sumario de la invención

Sorprendentemente, se encontró que la selectividad de un catalizador de epoxidación se ve influida por la forma en que el vehículo de gel de sílice se ha secado antes de la impregnación. La única información en la técnica anterior sobre la etapa de secado es que se lleva a cabo para alcanzar un grado de sequedad suficiente. No hay ninguna enseñanza ni sugerencia de que la selectividad de un catalizador de epoxidación pueda mejorarse cambiando las condiciones de secado antes de la impregnación gaseosa. Sorprendentemente, encontramos que se podía obtener un catalizador más selectivo si el agua se eliminaba del vehículo de sílice a una temperatura específica antes del contacto con el cloruro de titanio gaseoso. Sin desear estar ligado a ninguna teoría, se piensa que el secado a esta temperatura específica crea sitios de superficie que tienen una selectividad mejorada después de haber reaccionado con compuestos de titanio gaseosos.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de un catalizador de epoxidación, en donde la cantidad de titanio (como titanio metálico) está en el intervalo de 0,1 a 10% en peso, basado en el peso total del catalizador, cuyo proceso comprende:

a) secar un vehículo de gel de sílice que tiene un tamaño de partícula promedio en peso de 0,1 a 2 milímetros y una superficie específica de como mucho 1000 m^2/gramo a una temperatura de 210 a 290 °C, en donde el secado se lleva a cabo durante 15 minutos hasta 10 horas;

b) poner en contacto el vehículo obtenido en la etapa (a) con una corriente de gas que contiene haluro de titanio para obtener un vehículo impregnado;

c) calcinar el vehículo impregnado,

d) hidrolizar el vehículo impregnado calcinado, y

e) poner en contacto el vehículo obtenido en la etapa (d) con un agente de sililación.

Una ventaja del secado a una temperatura relativamente baja es el hecho de que esto reduce el tiempo requerido para preparar el catalizador de epoxidación. La presente invención es muy sorprendente en vista de los beneficios de tener una temperatura de secado baja y la selectividad mejorada observada.

Un método de preparación preferido comprende además que el secado de la etapa (a) se lleva a cabo a una temperatura que es más alta que la temperatura a la cual se lleva a cabo la impregnación de la etapa (b). Dicho secado garantiza que no haya una cantidad sustancial de agua presente durante la impregnación del vehículo de gel de sílice con haluro de titanio. Esto evita que una cantidad sustancial del haluro de titanio reaccione con el agua. La reacción entre el haluro de titanio y el agua hace que se formen compuestos de titanio que no contribuyen a catalizar la reacción de epoxidación, como el óxido de titanio.

Una realización preferida adicional comprende suministrar una cantidad de haluro de titanio en la etapa (b) que es tal que la relación molar de haluro de titanio añadido al silicio presente en el vehículo es de 0,050 a 0,063.

Descripción detallada de la invención

El catalizador preparado por el método de la presente invención se obtiene secando un soporte de gel de sílice, y posteriormente impregnando el soporte.

Se sabe que los contaminantes pueden influir en el rendimiento del catalizador final. Se ha encontrado que la impregnación en fase gas de acuerdo con la presente invención proporciona resultados especialmente buenos si el vehículo de sílice contiene como mucho 1200 ppm de sodio, más específicamente como mucho 1000 ppm de sodio. Además, el vehículo de sílice comprende preferiblemente como mucho 500 ppm de aluminio, como mucho 500 ppm de calcio, como mucho 200 ppm de potasio, como mucho 100 ppm de magnesio y como mucho 100 ppm de hierro.

El vehículo de gel de sílice para uso en la presente invención puede ser en principio cualquier vehículo derivado de un gel que contiene silicio. En general, los geles de sílice son una forma amorfa, sólida de dióxido de silicio hidratado que se distingue de otros dióxidos de silicio hidratados por su microporosidad y superficie hidroxilada. Los geles de sílice suelen contener redes tridimensionales de partículas de sílice agregadas de dimensiones coloidales. Normalmente se preparan acidificando una disolución acuosa de silicato de sodio a un pH inferior a 11 al combinarla con un ácido mineral fuerte. La acidificación provoca la formación de ácido monosilicílico ($Si(OH)_4$), que se polimeriza en partículas con enlaces internos de siloxano y grupos silanol externos. A un cierto pH, las partículas de polímero se agregan, formando así cadenas y, en última instancia, redes de gel. La concentración de silicato, la temperatura, el pH y la adición de coagulantes afectan el tiempo de gelificación y las características finales del gel tales como densidad, resistencia, dureza, área de superficie y volumen de poros. El hidrogel resultante normalmente se lava sin electrolitos, se seca y se activa. Un vehículo de gel de sílice adecuado sería el soporte de sílice V432 y DAVICAT P-732, que están disponibles comercialmente de Grace Davison.

El vehículo de gel de sílice para uso en la presente invención tiene una superficie específica de como mucho 1000 m^2/gramo, más preferiblemente como mucho 800 m^2/gramo, lo más preferiblemente como mucho 500 m^2/gramo. Generalmente, el área de superficie será de al menos 10 m^2/gramo, más específicamente de al menos 20 m^2/gramo. Los vehículos de gel de sílice que se encontraron especialmente adecuados tenían una superficie específica de 300 m^2/g.

Se encontró que los vehículos de gel de sílice que tienen un tamaño de partícula promedio en peso de sustancialmente más de 2 milímetros, tal como sílice G 57 ex Grace, no son adecuados para uso en la presente invención. Los tamaños de partícula que se encontraron que eran especialmente adecuados eran tamaños de partícula promedio en peso de 0,2 a 1,8 mm, más específicamente de 0,4 a 1,6 mm, más específicamente de 0,6 a 1,4 mm.

Se observó una mejora adicional si el vehículo que contenía silicio se había sometido a un tratamiento previo que comprendía calcinar el vehículo que contenía silicio y, posteriormente, hidrolizar el vehículo obtenido. La hidrólisis comprende tratar el vehículo con agua o vapor. Preferiblemente, la hidrólisis se lleva a cabo con vapor. Alternativamente, el tratamiento de hidrólisis puede comprender un tratamiento de lavado usando una disolución acuosa de un ácido mineral, una disolución acuosa de una sal de amonio o una combinación de los mismos. Cualquier agua que pueda estar presente después de la hidrólisis, se elimina preferiblemente antes de seguir tratando el vehículo. El agua se elimina preferiblemente por secado. Preferiblemente, la calcinación se lleva a cabo a una temperatura relativamente alta. El tratamiento de calcinación a alta temperatura preferido comprende (a) calcinar un vehículo de gel de sílice a una temperatura de al menos 400 °C, (b) hidrolizar el vehículo de gel de sílice calcinado, (c) impregnar el vehículo hidrolizado obtenido en la etapa (b) con un agente impregnante que contiene titanio y (d) calcinación del vehículo impregnado. Preferiblemente, la calcinación de la etapa (a) se lleva a cabo a una temperatura de 450 a 800 ºC, más preferiblemente de 500 a 700 ºC. Si se lleva a cabo tal tratamiento de calcinación a alta temperatura, el secado de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo en el vehículo calcinado e hidrolizado.

El secado de acuerdo con la presente invención comprende someter el vehículo que contiene silicio a una temperatura de 210 a 290 ºC. El tiempo durante el cual se lleva a cabo el secado depende en gran medida del tipo de gel de sílice utilizado y del tratamiento previo del gel de sílice. Sin embargo, el secado se llevará a cabo de 15 minutos a 10 horas, más específicamente de 1 a 8 horas, más específicamente de 1 a 5 horas. Más específicamente, el secado se lleva a cabo a una temperatura de al menos 210 ºC, preferiblemente de más de 210 ºC, más preferiblemente de al menos 220 ºC, más preferiblemente de al menos 225 ºC. La temperatura de secado es como mucho 290 °C, más preferiblemente menos de 290 °C, más preferiblemente como mucho 280 °C, más preferiblemente a lo más 275 °C. Más preferiblemente, la temperatura de secado es de aproximadamente 250 ºC.

Se encontró que el vehículo de gel de sílice que se había secado de esta manera tenía el tipo de superficie que daba un excelente catalizador tras la impregnación con haluro de titanio gaseoso.

Se observó una mejora adicional si el secado de la etapa (a) se lleva a cabo a una temperatura que es más alta que la temperatura a la que se lleva a cabo la impregnación de la etapa (b). La temperatura de impregnación es la temperatura del vehículo de sílice antes de ponerse en contacto con el haluro de titanio gaseoso. Cuando el vehículo de sílice reacciona con el haluro de titanio, la temperatura del vehículo aumenta debido a la naturaleza exotérmica de la reacción.

Además, se ha encontrado especialmente ventajoso si la cantidad de haluro de titanio suministrado en la etapa (b) es tal que la relación molar de titanio a silicio del vehículo es de 0,050 a 0,063. Se ha encontrado que dicha relación molar proporciona un catalizador más selectivo que catalizadores similares de los cuales el vehículo seco ha estado en contacto con más haluro de titanio o menos haluro de titanio. Sin desear estar ligado a ninguna teoría, se piensa que esta relación molar específica proporciona una unión de los compuestos de titanio, lo que es especialmente ventajoso para la selectividad del catalizador.

Generalmente, el vehículo que contiene silicio se pone en contacto con el haluro de titanio en el transcurso de 0,1 y 10 horas, más específicamente de 0,5 a 6 horas. Preferiblemente, se añade al menos 30% en peso de titanio durante el primer 50% del tiempo de impregnación. El tiempo de impregnación se toma como el tiempo durante el cual el vehículo que contiene silicio está en contacto con haluro de titanio gaseoso. Más preferiblemente, el vehículo que contiene silicio se pone en contacto con una cantidad similar de haluro de titanio durante todo el tiempo de la impregnación. Sin embargo, será claro para alguien experto en la técnica que se permiten desviaciones de esto como al inicio de la impregnación, al final de la impregnación y por intervalos de tiempo relativamente cortos durante la impregnación.

Los haluros de titanio que se pueden usar comprenden complejos de titanio tri- y tetra-sustituidos que tienen de 1 a 4 sustituyentes haluro con el resto de los sustituyentes, si los hay, son grupos alcóxido o amino. El haluro de titanio puede ser tanto un solo compuesto de haluro de titanio o puede ser una mezcla de compuestos de haluro de titanio. Preferiblemente, el haluro de titanio comprende al menos el 50% en peso de tetracloruro de titanio, más específicamente al menos el 70% en peso de tetracloruro de titanio. Más preferiblemente, el haluro de titanio es tetracloruro de titanio.

La presente invención comprende el uso de una corriente de gas que comprende haluro de titanio. Preferiblemente, la corriente de gas consiste en haluro de titanio opcionalmente en combinación con un gas inerte. Si está presente un gas inerte, el gas inerte es preferiblemente nitrógeno. Se encontró que se podían obtener catalizadores especialmente selectivos con la ayuda de una corriente de gas que consistía únicamente en haluro de titanio. En tal proceso, la preparación se lleva a cabo en ausencia de un gas vehículo. Sin embargo, se permite que estén presentes cantidades limitadas de compuestos gaseosos adicionales durante el contacto entre el vehículo que contiene silicio y el haluro de titanio gaseoso. El gas en contacto con el vehículo durante la impregnación consiste preferiblemente en al menos 70% en peso de haluro de titanio, más específicamente al menos 80% en peso, más específicamente al menos 90% en peso, más específicamente al menos 95% en peso.

El haluro de titanio gaseoso se puede preparar de cualquier manera conocida por alguien experto en la técnica. Una forma simple y fácil comprende calentar un recipiente que contiene haluro de titanio a una temperatura tal que se obtiene el haluro de titanio gaseoso. Si va a estar presente un gas inerte, el gas inerte se puede dirigir sobre el haluro de titanio calentado.

El vehículo impregnado se calcinará y, posteriormente, se hidrolizará y sililará antes de usarse como catalizador. Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso que comprende (c) calcinar el vehículo impregnado obtenido en la etapa (a), (d) hidrolizar el vehículo impregnado calcinado, y (e) poner en contacto el vehículo obtenido en la etapa (d) con un agente de sililación.

Se cree que la calcinación elimina el haluro de hidrógeno, más específicamente el cloruro de hidrógeno que se forma tras la reacción del haluro de titanio y los compuestos de silicio presentes en la superficie del vehículo que contiene silicio.

La calcinación del vehículo impregnado generalmente comprende someter el vehículo impregnado a una temperatura de al menos 500 °C, más específicamente de al menos 600 °C. Preferiblemente, la calcinación se lleva a cabo a una temperatura de al menos 650 °C. Desde un punto de vista práctico, se prefiere que la temperatura de calcinación aplicada sea como mucho 1000 °C.

La hidrólisis del vehículo impregnado y calcinado puede eliminar los enlaces de haluro-Ti. La hidrólisis del vehículo impregnado generalmente será algo más severa que la hidrólisis del vehículo antes de la impregnación. Por consiguiente, esta hidrólisis del vehículo impregnado se lleva a cabo adecuadamente con vapor a una temperatura en el intervalo de 150 a 400 ºC.

El vehículo impregnado hidrolizado se silila posteriormente. La sililación se lleva a cabo poniendo en contacto el vehículo impregnado hidrolizado con un agente de sililación, preferiblemente a una temperatura de entre 100 y 425 °C.

Los agentes de sililación adecuados incluyen organosilanos como silanos tetra-sustituidos con sustituyentes hidrocarbilo C_1-C_3. Un agente de sililación muy adecuado es el hexametildisilazano. Los ejemplos de métodos de sililación y agentes de sililación adecuados se describen, por ejemplo, en los documentos US-A-3,829,392 y US-3,923,843 a los que se hace referencia en US-A-6,011,162 y en EP-A-734764.

La cantidad de titanio (como titanio metálico) estará normalmente en el intervalo de 0,1 a 10% en peso, adecuadamente 1 a 5% en peso, basado en el peso total del catalizador. Preferiblemente, el titanio o un compuesto de titanio, tal como una sal o un óxido, es el único metal y/ o compuesto de metal presente.

Como se mencionó anteriormente, es bien conocido en la técnica producir óxidos de alquileno, tales como óxido de propileno, por epoxidación de la olefina correspondiente usando un hidroperóxido tal como peróxido de hidrógeno o un hidroperóxido orgánico como fuente de oxígeno. El hidroperóxido puede ser peróxido de hidrógeno o cualquier hidroperóxido orgánico tal como hidroperóxido de terc-butilo, hidroperóxido de cumeno e hidroperóxido de etilbenceno. El alqueno será generalmente propeno que proporciona alquileno, óxido de propileno. Se ha encontrado que el catalizador preparado de acuerdo con la presente invención proporciona resultados especialmente buenos en dicho proceso. Por lo tanto, la presente invención se refiere además a un proceso para la preparación de óxido de alquileno cuyo proceso comprende poner en contacto un hidroperóxido y un alqueno con un catalizador de epoxidación heterogéneo y extraer una corriente de producto que comprende óxido de alquileno y un alcohol y/o agua, en cuyo proceso el catalizador se prepara de acuerdo con la presente invención.

Un hidroperóxido orgánico específico es el hidroperóxido de etilbenceno, en cuyo caso el alcohol obtenido es 1-fenil etanol. El 1-feniletanol generalmente se convierte además por deshidratación para obtener estireno.

Otro método para producir óxido de propileno es la coproducción de óxido de propileno y metil terc-butil éter (MTBE) a partir de isobutano y propeno. Este proceso es bien conocido en la técnica e implica etapas de reacción similares a las del proceso de producción de estireno/óxido de propileno descrito en el párrafo anterior. En la etapa de epoxidación el hidroperóxido de terc-butilo se hace reaccionar con propeno formando óxido de propileno y terc-butanol. El terc-butanol se eterifica posteriormente en MTBE.

Otro método adicional comprende la fabricación de óxido de propileno con la ayuda de cumeno. En este proceso, el cumeno se hace reaccionar con oxígeno o aire para formar hidroperóxido de cumeno. El hidroperóxido de cumeno así obtenido se hace reaccionar con propeno en presencia de un catalizador de epoxidación para producir óxido de propileno y 2-fenilpropanol. Este último se puede convertir en cumeno con la ayuda de un catalizador heterogéneo e hidrógeno. Los procesos adecuados específicos se describen por ejemplo en el documento WO 02/48126.

Las condiciones para la reacción de epoxidación de acuerdo con la presente invención son las aplicadas convencionalmente. Para las reacciones de epoxidación de propeno con la ayuda de hidroperóxido de etilbenceno, las condiciones de reacción típicas incluyen temperaturas de 50 a 140 °C, adecuadamente de 75 a 125 °C, y presiones de hasta 80 bar con el medio de reacción en fase líquida.

La invención se ilustra además mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplos 1 y 2

El soporte de gel de sílice utilizado en los ejemplos tenía una superficie específica de 300 m^2/g y un tamaño de partícula promedio en peso de alrededor de 1 mm. Sustancialmente todas las partículas tenían un tamaño de partícula entre 0,6 y 1,4 mm.

Se secaron 75 gramos de este vehículo de gel de sílice diferentes temperaturas durante 2 horas.

Posteriormente, los vehículos de gel de sílice secos así obtenidos se pusieron en contacto con una corriente de gas que consiste en tetracloruro de titanio. La corriente de gas se obtuvo calentando tetracloruro de titanio a 200 °C con la ayuda de un sistema de calentamiento eléctrico. El vehículo de sílice se impregnó para obtener un vehículo impregnado que contenía un 3,63% en peso de titanio sobre la cantidad total de vehículo impregnado.

Los catalizadores impregnados así obtenidos se calcinaron a 600 ºC durante 7 horas. Los catalizadores calcinados se pusieron en contacto posteriormente con vapor a 325 ºC durante 6 horas. El flujo de vapor consistió en 3 gramos de agua por hora y 8 N1 de nitrógeno por hora. Finalmente, los catalizadores se sililaron a 185 °C durante 2 horas al ponerse en contacto con 18 gramos de hexametildisilazano por hora en un flujo de nitrógeno de 1,4 N1 por hora.

El rendimiento catalítico de las muestras de catalizador de titanio se midió a 80 °C en una unidad de prueba discontinua que consiste en un reactor de lecho fijo que contiene 15 gramos de catalizador, un recipiente de alimentación que contiene 180 gramos de alimentación y una bomba de circulación. Una mezcla de octeno y 36% en peso de hidroperóxido de etilbenceno en etilbenceno se hizo circular a través del lecho del catalizador a una velocidad constante de 5 kg/h. La relación molar de octeno a hidroperóxido de etilbenceno fue 2. La temperatura del recipiente de alimentación y del lecho catalítico se mantuvo constante por medio de aceite circulante.

El octeno convertido se reemplazó por helio en el control de presión. Después de 2 horas, la mezcla de reacción se analizó mediante cromatografía de fluidos supercríticos en línea (SFC) para determinar la selectividad del hidroperóxido de etilbenceno al óxido de octileno.

En la tabla 1, se proporcionan las selectividades para los catalizadores derivados de vehículos secados a diferentes temperaturas. La selectividad es la relación molar de óxido de octileno formado a hidroperóxido de etilbenceno convertido.

Tabla 1

	Temperatura de secado (°C)	Selectividad a óxido de octileno (%)
Catalizador comparativo A	150	92,0
Catalizador 1	225	92,2
Catalizador 2	256	92,3
Catalizador comparativo B	350	92,1

Ejemplos 3 y 4

Los vehículos de gel de sílice como se describe en los Ejemplos 1 y 2 se secaron a 250 ºC durante 2 horas.

Posteriormente, los vehículos de gel de sílice secos así obtenidos se pusieron en contacto con una corriente de gas que consiste en tetracloruro de titanio. La corriente de gas se obtuvo calentando tetracloruro de titanio a 200 °C con la ayuda de un sistema de calentamiento eléctrico. La Tabla 2 describe la relación molar de la cantidad total de tetracloruro de titanio conducida sobre el vehículo a la cantidad de silicio presente en el vehículo. Además, las cargas de titanio de los catalizadores obtenidos se proporcionan en la Tabla 2. Las cargas de titanio se determinaron mediante métodos de fluorescencia de rayos X. Los catalizadores tienen un contenido de titanio similar, mientras que se utilizaron cantidades sustancialmente diferentes de cloruro de titanio. Sin desear estar ligado a ninguna teoría, se piensa que el contenido similar de titanio es causado por el número similar de grupos de silanol disponibles en los vehículos.

Los vehículos impregnados se trataron adicionalmente como se describe en los Ejemplos 1 y 2.

La selectividad de los catalizadores así obtenidos se midió en un proceso de epoxidación como se describe en los ejemplos 1 y 2 con la excepción de que la alimentación contenía propeno en lugar de octeno.

La tabla 2 proporciona datos analíticos y de rendimiento para los catalizadores.

Tabla 2

	Ti (% w)	Proporción $TiCl_4/Si$	Selectividad al óxido de propileno (%)
Catalizador 3	3,63	0,061	77,2
Catalizador 4	3,65	0,074	72,1

De la Tabla 2 quedará claro que un catalizador que tiene una relación molar de titanio a silicio de 0,061 proporciona un catalizador que tiene una mayor selectividad que un catalizador que tiene una relación molar de titanio a silicio de 0,074. Esto es muy sorprendente en vista de la mayor cantidad de tetracloruro de titanio utilizado en la preparación de este último.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación de un catalizador de epoxidación, en donde la cantidad de titanio (como titanio metálico) está en el intervalo de 0,1 a 10% en peso, basado en el peso total del catalizador, proceso que comprende:

a) secar un vehículo de gel de sílice que tiene un tamaño de partícula promedio en peso de 0,1 a 2 milímetros y una superficie específica de como mucho 1000 m^2/gramo a una temperatura de 210 a 290 °C, en donde el secado se lleva a cabo durante 15 minutos hasta 10 horas;

b) poner en contacto el vehículo obtenido en la etapa (a) con una corriente de gas que contiene haluro de titanio para obtener un vehículo impregnado;

c) calcinar el vehículo impregnado,

d) hidrolizar el vehículo impregnado calcinado, y

e) poner en contacto el vehículo obtenido en la etapa (d) con un agente de sililación.

2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el proceso de secado de la etapa (a) se lleva a cabo a una temperatura que es más alta que la temperatura a la que se lleva a cabo la impregnación de la etapa (b).

3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el proceso de la cantidad de haluro de titanio suministrado en la etapa (b) es tal que la relación molar de haluro de titanio añadido al silicio presente en el vehículo es de 0,050 a 0,063.

4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el flujo de gas consiste en haluro de titanio.

5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el vehículo del gel de sílice tiene una superficie específica de como mucho 500 m^2/g.

6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el vehículo del gel de sílice se seca durante 1 a 8 horas.

7. Proceso para la preparación de óxido de alquileno, cuyo proceso comprende poner en contacto un hidroperóxido y alqueno con un catalizador de epoxidación heterogéneo y extraer una corriente de producto que comprende óxido de alquileno y un alcohol y/o agua, en cuyo proceso el catalizador se prepara de acuerdo con el proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el alqueno es propeno y el óxido de alquileno es óxido de propileno.

9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, en el que el hidroperóxido es hidroperóxido de etilbenceno y en el que el alcohol es 1-fenil etanol.

10. Proceso de acuerdo con la reivindicación 9, cuyo proceso comprende además deshidratación de 1-feniletanol para obtener estireno.