

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 769 921**

51 Int. Cl.:
C07D 301/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.11.2016 PCT/EP2016/076268**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.06.2017 WO17089074**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.11.2016 E 16791559 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 3380459**

54 Título: **Procedimiento para la epoxidación de una olefina**

30 Prioridad:
26.11.2015 EP 15196528

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.06.2020

73 Titular/es:
**EVONIK DEGUSSA GMBH (50.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE y
THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG
(50.0%)**

72 Inventor/es:
**PASCALY, MATTHIAS;
BÄRZ, MANFRED;
BRENDL, MARC;
JAHN, ROBERT;
SCHEMEL, JÜRGEN y
DOPFER, MICHAEL**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 769 921 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

Procedimiento para la epoxidación de una olefina

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la epoxidación de una olefina haciendo reaccionar de manera continua la olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente de metanol en un catalizador de epoxidación de lecho fijo.

Antecedentes de la invención

10 La epoxidación en fase líquida de olefinas con peróxido de hidrógeno catalizada por un catalizador de silicalita de titanio de lecho fijo se conoce a partir de la Patente Europea EP 0 100 119 A1. La reacción se lleva a cabo normalmente en un disolvente de metanol para conseguir una velocidad de reacción y selectividad del producto altas. La epoxidación continua se consigue haciendo pasar una mezcla que comprende olefina, peróxido de hidrógeno y metanol por un lecho fijo del catalizador de epoxidación, como se describe en la Patente Internacional WO 99/28029, la Patente Internacional WO 01/10855 y la Patente Europea EP 1 085 017 A1.

Sumario de la invención

15 Ahora se ha encontrado que durante la operación prolongada de dicha epoxidación continua, usando una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno a partir de un procedimiento con antraquinona, pueden formarse depósitos en el catalizador que no se eliminan por los procedimientos de regeneración del catalizador habituales de lavado con disolvente metanol o calentamiento. Estos depósitos reducen la actividad del catalizador y pueden producir mala distribución del líquido en el lecho fijo catalítico, conduciendo a un perfil de temperatura irregular en el lecho fijo que reduzca la selectividad para el epóxido. Cuando se usa un reactor de haz tubular y se distribuye a los tubos una mezcla que comprende peróxido de hidrógeno y metanol por los orificios de un distribuidor de líquido, pueden formarse depósitos similares o acumularse en los orificios y el bloqueo de los orificios por los depósitos puede conducir a la mala distribución de líquido a los tubos individuales.

20 Se ha encontrado además que la formación de dichos depósitos puede reducirse o evitarse mezclando la disolución de peróxido de hidrógeno con metanol y filtrando la mezcla resultante antes de usarla en la reacción de epoxidación.

25 Es un objeto de la invención, por lo tanto, un procedimiento para la epoxidación de una olefina haciendo reaccionar de manera continua la olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente de metanol en un catalizador de epoxidación de lecho fijo que comprenda una zeolita de titanio, donde se usa peróxido de hidrógeno como una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno hecha por un procedimiento con antraquinona, la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se mezcla con metanol para proporcionar una mezcla de alimentación y esta mezcla de alimentación se filtra antes de que se ponga en contacto con el catalizador de epoxidación de lecho fijo.

Descripción detallada de la invención

En el procedimiento de la invención se hace reaccionar una olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente de metanol en un catalizador de epoxidación de lecho fijo que comprende una zeolita de titanio.

35 La olefina es preferiblemente una olefina no ramificada, más preferiblemente una olefina C2-C6 no ramificada. La olefina puede ser sustituida, como por ejemplo en cloruro de alilo. Lo más preferiblemente, la olefina es propeno. Puede usarse propeno mezclado con propano, preferiblemente con una relación molar de propano a propeno de 0,001 a 0,15 y más preferiblemente de 0,08 a 0,12.

40 El peróxido de hidrógeno usado en el procedimiento de la invención es una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno hecha por un procedimiento con antraquinona. En el procedimiento de la antraquinona se usa una disolución de trabajo que comprende al menos una 2-alquilantraquinona, 2-alkiltetrahydroantraquinona o una mezcla de ambas, referidas como quinonas en lo que sigue, y al menos un disolvente para disolver la quinona y la hidroquinona. La 2-alquilantraquinona es preferiblemente 2-etilantraquinona (EAQ), 2-amilantraquinona (AAQ) o 2-(4-metilpentil)-antraquinona (IHAQ) y más preferiblemente una mezcla de EAQ con AAQ o IHAQ donde la fracción molar de quinonas que soportan un grupo etilo es de 0,05 a 0,95. La disolución de trabajo preferiblemente comprende además las correspondientes 2-alkiltetrahydroantraquinonas y la relación de 2-alkiltetrahydroantraquinonas más 2-alkiltetrahydroantraquinonas a 2-alquilantraquinonas más 2-alquilantraquinonas se mantiene preferiblemente en el intervalo de 1 a 20 ajustando las condiciones de las etapas de hidrogenación y regeneración usadas en el procedimiento de la antraquinona. La disolución de trabajo comprende preferiblemente una mezcla de alquilbencenos que tienen 9 o 10 átomos de carbono como disolvente para las antraquinonas y al menos un disolvente polar seleccionado de diisobutilcarbinol (DiBC), acetato de metilciclohexilo (MCA), fosfato de trioctilo (TOP), tetrabutilurea (TBU) y N-octilcaprolactama como disolvente para las antraquinonas, prefiriéndose DiBC, MCA y TOP y siendo el más preferido TOP.

El procedimiento de la antraquinona es un procedimiento cíclico que comprende una etapa de hidrogenación, donde se hace reaccionar hidrógeno con disolución de trabajo en presencia de un catalizador de hidrogenación para convertir al menos parte de la quinona en la correspondiente hidroquinona, una fase de oxidación posterior, donde la disolución de trabajo hidrogenada que contiene hidroquinona se hace reaccionar con oxígeno para formar peróxido de hidrógeno y quinona, y una fase de extracción, donde se extrae peróxido de hidrógeno de la disolución de trabajo oxidada con agua para proporcionar una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno, devolviéndose la disolución de trabajo extraída a la fase de hidrogenación para completar un ciclo de reacción.

En la fase de hidrogenación, la disolución de trabajo se hace reaccionar con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación heterogéneo. Durante la reacción todas las quinonas, o una parte de ellas, se convierten en las correspondientes hidroquinonas. Todos los catalizadores de hidrogenación conocidos de la técnica anterior para el procedimiento cíclico de la antraquinona pueden usarse como catalizadores en la fase de hidrogenación. Se prefieren los catalizadores de metales nobles que contienen paladio como componente principal. Los catalizadores pueden usarse como catalizadores de lecho fijo o como un catalizador suspendido y los catalizadores suspendidos pueden ser catalizadores no soportados, como negro de paladio, o catalizadores soportados, prefiriéndose los catalizadores soportados y suspendidos. SiO₂, TiO₂, Al₂O₃ y sus óxidos mixtos, así como zeolitas, BaSO₄ o polisiloxanos, pueden usarse como materiales de soporte para catalizadores de lecho fijo o catalizadores suspendidos soportados, prefiriéndose óxidos mixtos de TiO₂ y SiO₂/TiO₂. También se pueden usar catalizadores en la forma de moldeados monolíticos o en forma de panel, cuya superficie está recubierta con el metal noble. Se puede llevar a cabo hidrogenación en reactores de tipo tanque agitado, reactores tubulares, reactores de lecho fijo, reactores de bucle o reactores de aire comprimido que pueden estar equipados con dispositivos para distribuir hidrógeno en la disolución de trabajo, como mezcladores estáticos o toberas de inyección. Preferiblemente, se usa un reactor tubular con un reciclado y una tobera Venturi para inyectar hidrógeno a la alimentación del reactor como se sabe a partir de la Patente Internacional WO 02/34668. La hidrogenación se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20 °C a 100 °C, preferiblemente de 45 °C a 75 °C, y una presión de 0,1 MPa a 1 MPa, preferiblemente de 0,2 MPa a 0,5 MPa. La hidrogenación se realiza preferiblemente de tal manera que esencialmente todo el hidrógeno introducido en el reactor de hidrogenación se consume en un solo paso por el reactor. La relación entre hidrógeno y disolución de trabajo alimentada al reactor de hidrogenación se elige preferiblemente para convertir entre el 30 % y el 80 % de las quinonas en las correspondientes hidroquinonas. Si se usa una mezcla de 2-alquilantraquinonas y 2-alquiltetrahydroantraquinonas, la relación entre hidrógeno y disolución de trabajo se elige preferiblemente de manera que solo las 2-alquiltetrahydroantraquinonas se convierten en hidroquinonas y las 2-alquilantraquinonas permanecen en la forma quinona.

En la fase de oxidación, la disolución de trabajo hidrogenada se hace reaccionar con un gas que contiene oxígeno, preferiblemente con aire o con aire enriquecido en oxígeno. Todos los reactores de oxidación conocidos de la técnica anterior para el procedimiento de la antraquinona pueden usarse para la oxidación, prefiriéndose columnas de burbujas que se hacen funcionar en cocorriente. La columna de burbujas puede no tener dispositivos internos, pero preferiblemente contiene dispositivos de distribución en la forma de rellenos o placas perforadas, lo más preferiblemente placas perforadas junto con refrigeradores internos. La oxidación se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 30 °C a 70 °C, preferiblemente de 40 °C a 60 °C. La oxidación se realiza preferiblemente con un exceso de oxígeno para convertir más del 90 %, preferiblemente más del 95 %, de las hidroquinonas en la forma quinona.

En la fase de extracción, la disolución de trabajo oxidada que contiene peróxido de hidrógeno disuelto se extrae con una disolución acuosa para proporcionar una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno y una disolución de trabajo oxidada y extraída que no contiene esencialmente peróxido de hidrógeno. El agua desionizada, que puede contener opcionalmente aditivos para estabilizar el peróxido de hidrógeno, ajustando el pH y/o la protección frente a la corrosión, se usa preferiblemente para extraer el peróxido de hidrógeno. La disolución acuosa usada para extraer peróxido de hidrógeno de la disolución de trabajo comprende preferiblemente ácido fosfórico en una concentración de 50 ppm a 500 ppm, en peso. La extracción se lleva a cabo preferiblemente en una columna de extracción continua en contracorriente, siendo lo más preferido columnas de platos perforados. La disolución acuosa de peróxido de hidrógeno obtenida por extracción puede usarse directamente en la epoxidación o puede concentrarse separando por destilación agua a presión reducida, preferiblemente a una concentración del 40 % al 70 %, en peso. La disolución acuosa de peróxido de hidrógeno obtenida por extracción también puede purificarse, preferiblemente por lavado con un disolvente, que es preferiblemente un disolvente comprendido en la disolución de trabajo.

El procedimiento de la antraquinona comprende preferiblemente al menos una fase adicional para regenerar la disolución de trabajo, donde los subproductos formados en el procedimiento se vuelven a convertir en quinonas. La regeneración se lleva a cabo tratando disolución de trabajo hidrogenada con alúmina o hidróxido de sodio, preferiblemente usando una corriente secundaria para el procedimiento cíclico. Además de la regeneración de la disolución de trabajo hidrogenada, puede regenerarse disolución de trabajo oxidada y extraída en una corriente secundaria usando alúmina, hidróxido de sodio o una amina orgánica. Los métodos adecuados para regenerar la disolución de trabajo en un procedimiento con antraquinona son conocidos a partir de la técnica anterior.

En el procedimiento de la invención, la olefina se hace reaccionar con peróxido de hidrógeno en un disolvente de metanol. El metanol puede usarse como metanol de grado técnico, una corriente de disolvente recuperada en el tratamiento final de la mezcla de reacción de epoxidación o una mezcla de ambas. El metanol puede comprender

otros disolventes en cantidades minoritarias, como etanol, siendo la cantidad de esos otros disolventes preferiblemente menor que el 2 % en peso. El disolvente metanol se usa preferiblemente en la epoxidación en una relación en peso en el intervalo de 0,5 a 20 respecto al peso de la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno.

5 La olefina se usa preferiblemente en una relación molar de olefina a peróxido de hidrógeno de 1,1 : 1 a 30 : 1, más preferiblemente de 2 : 1 a 10 : 1 y lo más preferiblemente de 3 : 1 a 5 : 1. La reacción de epoxidación se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 30 °C a 80 °C, más preferiblemente a una temperatura de 40 °C a 60 °C. La reacción de epoxidación se lleva a cabo preferiblemente a una presión que sea mayor que la presión de vapor de la olefina a la temperatura de reacción para mantener disuelta la olefina en el disolvente metanol o presente como fase líquida separada. La reacción de epoxidación se lleva a cabo preferiblemente adicionando amoníaco para mejorar la selectividad de epóxido como se describe en la Patente Europea EP 0 230 949 A2. El amoníaco se añade preferiblemente en una cantidad de 100 ppm a 3000 ppm basado en el peso de peróxido de hidrógeno.

10 Cuando la olefina es propeno, la presión en la reacción de epoxidación está preferiblemente en el intervalo de 1,9 MPa a 5,0 MPa, más preferiblemente de 2,1 MPa a 3,6 MPa y lo más preferiblemente de 2,4 MPa a 2,8 MPa. El propeno se usa preferiblemente en un exceso suficiente para mantener una fase líquida adicional rica en propeno durante toda la reacción de epoxidación. Usar un exceso de propeno a alta presión proporciona velocidad de reacción y conversión de peróxido de hidrógeno altas y al mismo tiempo alta selectividad para el óxido de propeno.

15 La olefina se hace reaccionar de manera continua con peróxido de hidrógeno en un catalizador de epoxidación de lecho fijo que comprende una zeolita de titanio. Las zeolitas de titanio adecuadas contienen átomos de titanio en posiciones de la red de silicio. Preferiblemente, se usa un catalizador de silicalita de titanio, preferiblemente con una estructura cristalina de tipo MFI o MEL. Lo más preferiblemente se usa un catalizador de silicalita 1 de titanio con estructura tipo MFI como se conoce a partir de la Patente Europea EP 0 100 119 A1. El catalizador de silicalita de titanio se emplea preferiblemente como un catalizador conformado en la forma de gránulos, mezclas extruídas o cuerpos conformados. El catalizador conformado puede contener un porcentaje del 1 % al 99 % de un aglutinante o material portador, siendo adecuados todos los aglutinantes y portadores materiales que no reaccionen con peróxido de hidrógeno o con óxido de propeno en las condiciones de reacción empleadas para la epoxidación, prefiriéndose la sílice como aglutinante. Se usan preferiblemente mezclas extruídas con un diámetro de 1 mm a 5 mm como catalizadores de lecho fijo. La cantidad de catalizador empleada puede variar dentro de amplios límites y se elige preferiblemente de manera que se consiga un consumo de peróxido de hidrógeno mayor que el 90 %, preferiblemente mayor que el 95 %, en un intervalo de 1 minuto a 5 horas en las condiciones de reacción de epoxidación empleadas.

20 La epoxidación se lleva a cabo preferiblemente en un reactor de lecho fijo haciendo pasar una mezcla que comprende olefina, peróxido de hidrógeno y metanol por un lecho fijo que comprende un catalizador de silicalita de titanio conformado. El reactor de lecho fijo está equipado preferiblemente con medios de refrigeración y se refrigera con un medio líquido de refrigeración. Cuando la olefina es propeno, el perfil de temperatura en este reactor se mantiene preferiblemente de manera que la temperatura del medio de refrigeración sea al menos 40 °C y la temperatura máxima en el lecho catalítico sea 60 °C a lo sumo, preferiblemente 55 °C. Se hace pasar preferiblemente la mezcla de reacción de epoxidación por el lecho catalítico en el modo de flujo descendente, preferiblemente con una velocidad superficial de 1 m/h a 100 m/h, más preferiblemente de 5 m/h a 50 m/h, lo más preferido de 5 m/h a 30 m/h. La velocidad superficial se define como la relación de caudal volumétrico/sección transversal del lecho catalítico. Adicionalmente, se prefiere hacer pasar la mezcla de reacción por el lecho catalítico con una velocidad espacial horaria del líquido (LHSV, en inglés) en el intervalo de 1 h⁻¹ a 20 h⁻¹, preferiblemente de 1,3 h⁻¹ a 15 h⁻¹. Se prefiere, en particular, mantener el lecho catalítico en un estado de lecho percolador durante la reacción de epoxidación. Las condiciones adecuadas para mantener el estado de lecho percolador durante la reacción de epoxidación se describen en la Patente Internacional WO 02/085873 de la página 8, línea 23, a la página 9, línea 15. Cuando la olefina es propeno, la reacción de epoxidación se lleva a cabo lo más preferiblemente con un lecho fijo catalítico mantenido en un estado de lecho percolador a una presión próxima a la presión de vapor de propeno a la temperatura de la reacción, usando un exceso de propeno que proporciona una mezcla de reacción que comprende dos fases líquidas, una fase rica en metanol y una fase líquida rica en propeno. Se pueden hacer operar dos o más reactores de lecho fijo en paralelo o en serie para poder hacer operar el procedimiento de epoxidación de manera continua cuando se regenera el catalizador de epoxidación. La regeneración del catalizador de epoxidación puede llevarse a cabo por calcinación, por tratamiento con un gas calentado, preferiblemente un gas que contiene oxígeno o mediante un lavado con disolvente, preferiblemente mediante la regeneración periódica descrita en la Patente Internacional WO 2005/000827. También se pueden combinar diferentes métodos de regeneración.

55 En el procedimiento de la invención, la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se mezcla con metanol para proporcionar una mezcla de alimentación y esta mezcla de alimentación se filtra antes de que se ponga en contacto con el catalizador de epoxidación de lecho fijo. La mezcla de reacción puede comprender todo el metanol, o parte del mismo, usado en la reacción de epoxidación. Preferiblemente, la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se mezcla con al menos el 50 % del metanol usado para hacer reaccionar la olefina con peróxido de hidrógeno, más preferiblemente con al menos el 80 % del metanol, para proporcionar la mezcla de alimentación que se filtra.

60

La mezcla de alimentación se filtra preferiblemente por un medio de filtración que tiene un tamaño de poro promedio de 0,1 μm a 50 μm , más preferiblemente de 1 μm a 50 μm . Puede usarse cualquier medio de filtración que sea suficientemente estable para el peróxido de hidrógeno y el metanol y no favorezca la descomposición de peróxido de hidrógeno. Preferiblemente, se usa un medio de filtración hecho de polímeros de aramida, poliolefinas, poliamidas, polímeros fluorados, metales sinterizados o combinaciones de los mismos. Los medios de filtración adecuados están comercialmente disponibles de 3M y Pall. Lo más preferiblemente, el medio de filtración se hace de polipropileno o de la poliamida de 1,3-diaminobenceno y ácido benceno-1,3-dicarboxílico disponible con el nombre comercial Nomex®.

La mezcla de alimentación filtrada se mezcla preferiblemente con la olefina antes de que se ponga en contacto con el catalizador de epoxidación de lecho fijo. Puede llevarse a cabo la mezcla mediante flujo turbulento en una línea de alimentación o en un mezclador dedicado, como un mezclador estático. La mezcla también se puede conseguir haciendo pasar la mezcla de alimentación filtrada, la olefina y opcionalmente corrientes de alimentación adicionales por una capa de sólido inerte, como una capa de perlas de vidrio, dispuestas aguas arriba del catalizador de epoxidación de lecho fijo.

En una realización preferida de la invención, el catalizador de epoxidación de lecho fijo se pone en los tubos de un reactor de haz de tubos dispuestos verticalmente y la mezcla de alimentación filtrada se distribuye en la parte de arriba de estos tubos por orificios de un distribuidor de líquido. Las corrientes de alimentación y las condiciones de reacción se seleccionan preferiblemente para mantener el lecho catalítico en un estado de lecho percolador como se describió anteriormente. Los distribuidores de líquidos adecuados son conocidos a partir de la técnica anterior y están comercialmente disponibles.

La olefina se puede añadir a la mezcla de reacción de peróxido de hidrógeno acuoso y metanol antes de que se filtre si la mezcla resultante comprende una sola fase líquida. Alternativamente, la mezcla de alimentación filtrada se puede combinar con la olefina antes de que se distribuya a la parte de arriba de los tubos. En una alternativa más, la mezcla de alimentación filtrada y la olefina se pueden distribuir a la parte de arriba de los tubos por orificios de dos distribuidores separados de líquidos, que se prefiere cuando la olefina se emplea en una cantidad que excede de su solubilidad en la mezcla de alimentación filtrada. Los distribuidores adecuados de líquidos para distribuir por separado dos líquidos a tubos de reacción de un reactor de haz de tubos son conocidos a partir de la técnica anterior, por ejemplo de la Patente Internacional WO 2005/025716.

La mezcla de alimentación se filtra preferiblemente con un filtro que comprende un medio de filtración y un separador de gases aguas arriba del medio de filtración. El gas separador se purga con un gas inerte. Los gases inertes adecuados son nitrógeno, gases nobles, dióxido de carbono y mezclas de los mismos, prefiriéndose nitrógeno. El gas inerte se usa en una cantidad suficiente para mantener una concentración de oxígeno en el gas de purga menor que el 5 % en volumen. La cantidad de gas inerte usado para purgar el gas separador puede regularse midiendo la concentración de oxígeno en el gas de purga. El uso de un separador de gases purgado con gas inerte evita la formación de una fase gaseosa inflamable en el filtro, conteniendo el gas oxígeno formado por descomposición de peróxido de hidrógeno.

El filtro usado para filtrar la mezcla de alimentación comprende preferiblemente un sensor de temperatura, un sensor de presión y una válvula de seguridad conectada con un recipiente de descarga, y la válvula de seguridad se abre para vaciar el filtro cuando la temperatura o la presión en el filtro excede de un límite de seguridad preestablecido. Los límites de seguridad adecuados para la temperatura o la presión en el filtro son 75 °C y 5 MPa. El recipiente de descarga contiene preferiblemente una disolución acuosa que comprende un estabilizador de peróxido de hidrógeno. Vaciar el filtro por una válvula de seguridad cuando la temperatura o la presión en el filtro excede de un límite de seguridad evita el descontrol de la descomposición del peróxido de hidrógeno en el filtro que puede conducir a la rotura de la envoltura del filtro y una posterior liberación de metanol. Vaciar el contenido del filtro a un recipiente de descarga que contiene estabilizador de peróxido de hidrógeno reduce la descomposición del peróxido de hidrógeno a un nivel en que se evita el descontrol de la descomposición que puede conducir a grandes volúmenes de mezclas inflamables de oxígeno y vapor de metanol.

El óxido de olefina formado por la reacción de epoxidación se puede separar de la mezcla de reacción de epoxidación por métodos conocidos a partir de la técnica anterior, como por destilación o destilación extractiva. Cuando la olefina es propeno, se separa preferiblemente óxido de propeno de la mezcla de reacción de epoxidación por destilación después de una fase de liberación de presión que elimina la mayoría del propeno no reaccionado. La destilación se lleva a cabo preferiblemente en al menos dos columnas, operando la primera columna para proporcionar un producto de destilado de cabeza de óxido de propeno bruto que contiene un porcentaje del 20 % al 60 % del metanol contenido en la mezcla de reacción de epoxidación y purificando adicionalmente el producto de destilado de cabeza por al menos una destilación adicional. El producto destilado de cabeza se purifica además preferiblemente separando por destilación el propeno y propano restante, seguido por destilación extractiva, lo más preferiblemente usando el método de destilación extractiva de la Patente Internacional WO 2004/048355 para eliminación adicional de compuestos de carbonilo.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Se epoxidó de manera continua propeno con peróxido de hidrógeno en un reactor de haz de tubos con un lecho fijo de un catalizador de silicalita de titanio conformado en el interior de los tubos. Se distribuyeron por separado propeno líquido y una mezcla de metanol y una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno en la parte de arriba de los tubos por orificios de un distribuidor de líquido para proporcionar un flujo percolado en el lecho fijo. Se obtuvo la mezcla mezclando metanol y una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno al 70 % en peso, hecha por un procedimiento con antraquinona, con una relación en peso de 5 : 1. Después de 3 meses de operación se observó un precipitado blanco en el distribuidor de líquidos y después de 3 meses más de operación se observó un bloqueo de los orificios por los que se distribuía la mezcla de peróxido de hidrógeno y metanol.

Ejemplo 2

15 Se repitió el ejemplo 1, pero se filtró la mezcla de peróxido de hidrógeno y metanol por un filtro hecho de polipropileno que tenía un tamaño de poro nominal de 1 μm antes de hacerlo pasar al distribuidor de líquidos. Durante 12 meses de operación no se observó precipitado en el distribuidor de líquidos y no ocurrió bloqueo de los orificios.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la epoxidación de una olefina haciendo reaccionar de manera continua la olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente de metanol en un catalizador de epoxidación de lecho fijo que comprende una zeolita de titanio, caracterizado por que se usa peróxido de hidrógeno como una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno hecha por un procedimiento con antraquinona, la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se mezcla con metanol para proporcionar una mezcla de alimentación y dicha mezcla de alimentación se filtra antes de que se ponga en contacto con el catalizador de epoxidación de lecho fijo.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en donde la disolución acuosa de peróxido de hidrógeno se mezcla con al menos el 50 % del metanol usado para hacer reaccionar la olefina con peróxido de hidrógeno.
3. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en donde la mezcla de alimentación se filtra por un medio de filtración que tiene un tamaño de poro promedio de 0,1 μm a 50 μm .
4. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el medio de filtración se selecciona de polímeros de aramida, poliolefinas, poliamidas, polímeros fluorados y metales sinterizados.
5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la olefina es propeno.
6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la mezcla de alimentación filtrada se mezcla con la olefina antes de que se ponga en contacto con el catalizador de epoxidación de lecho fijo.
7. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el catalizador de epoxidación de lecho fijo se pone en los tubos de un reactor de haz de tubos dispuesto verticalmente y la mezcla de alimentación filtrada se distribuye a la parte de arriba de dichos tubos por los orificios de un distribuidor de líquido.
8. El procedimiento según la reivindicación 7, en donde la mezcla de alimentación filtrada se combina con la olefina antes de que se distribuya a la parte de arriba de los tubos.
9. El procedimiento según la reivindicación 7, en donde la mezcla de alimentación filtrada y la olefina se distribuyen a la parte de arriba de dichos tubos por los orificios de dos distribuidores separados de líquido.
10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la mezcla de alimentación se filtra con un filtro que comprende un medio de filtración y un separador de gases aguas arriba de dicho medio de filtración, y dicho separador de gases se purga con un gas inerte.
11. El procedimiento según la reivindicación 10, en donde el filtro comprende un sensor de temperatura, un sensor de presión y una válvula de seguridad conectada con un recipiente de descarga, y la válvula de seguridad se abre para vaciar el filtro cuando la temperatura o la presión en el filtro excede de un límite de seguridad preestablecido.