



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 292 797**

⑤1 Int. Cl.:
C07D 301/06 (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧6 Número de solicitud europea: **02759655 .0**

⑧6 Fecha de presentación : **12.09.2002**

⑧7 Número de publicación de la solicitud: **1434770**

⑧7 Fecha de publicación de la solicitud: **07.07.2004**

⑤4 Título: **Procedimiento de epoxidación directa usando zeolita de titanio previamente tratada.**

③0 Prioridad: **09.10.2001 US 973663**

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2008

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2008

⑦3 Titular/es: **Lyondell Chemical Technology, L.P.**
Two Greenville Crossing
4001 Kennett Pike, Suite 238
Greenville, Delaware 19807, US

⑦2 Inventor/es: **Hancu, Dan**

⑦4 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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 de epoxidación directa usando zeolita de titanio previamente tratada.

5 Campo de la invención

Esta invención se refiere a un procedimiento de epoxidación usando una zeolita de titanio previamente tratada. El procedimiento comprende hacer reaccionar una olefina, hidrógeno y oxígeno en presencia de un catalizador que comprende un metal noble y una zeolita de titanio previamente tratada. El pretratamiento de la zeolita consiste en
10 poner en contacto la zeolita con un agente de lixiviación. De forma sorprendente, la zeolita de titanio muestra una menor apertura de anillo hacia glicoles indeseados y glicol éteres en la epoxidación de olefinas.

Antecedentes de la invención

Se han desarrollado muchos procedimientos diferentes para la preparación de epóxidos. Por lo general, los epóxidos se forman por la reacción de una olefina con un agente oxidante en presencia de un catalizador. La producción de óxido de propileno a partir de propileno y un agente oxidante de hidroperóxido orgánico, tal como hidroperóxido de etil benceno o hidroperóxido de terc-butilo, se pone en práctica de forma comercial. Este procedimiento se lleva a cabo en presencia de un catalizador de molibdeno solubilizado, véase la patente de Estados Unidos nº 3.351.635, o un
20 catalizador de titanio o sílice, véase la patente de Estados Unidos nº 4.367.342.

El peróxido de hidrógeno es otro agente oxidante útil para la preparación de epóxidos. La epoxidación de olefinas usando peróxido de hidrógeno y una zeolita de silicato de titanio se demuestra en la patente de Estados Unidos nº 4.833.260. Una desventaja de todos estos procedimientos es la necesidad de preconformar el agente oxidante antes de
25 la reacción con la olefina.

Otra tecnología que se pone en práctica de forma comercial es la epoxidación directa de etileno a óxido de etileno por reacción con oxígeno sobre un catalizador de plata. Desafortunadamente, el catalizador de plata no ha demostrado ser muy útil en la epoxidación de olefinas superiores. Por tanto, hoy en día la investigación se ha centrado en la epoxi-
30 dación directa de olefinas superiores con oxígeno e hidrógeno en presencia de un catalizador. En este procedimiento, se cree que el oxígeno y el hidrógeno reaccionan *in situ* formando un agente oxidante. Así, el desarrollo de un procedimiento eficiente (y un catalizador) promete una tecnología menos costosa comparada con las tecnologías comerciales que emplean agentes oxidantes preconformados.

Se han propuesto muchos catalizadores diferentes para usar en la epoxidación directa de olefinas superiores. Por ejemplo, el documento JP 4-352771 describe la epoxidación de óxido de propileno procedente de la reacción de propileno, oxígeno e hidrógeno usando un catalizador que contiene un metal del Grupo VIII tal como paladio en un titanosilicato cristalino. La patente de Estados Unidos nº 5.859.265 describe un catalizador en el que un metal como platino, seleccionado de Ru, Rh, Pd, Os, Ir y Pt, está soportado en un silicato de titanio o de vanadio. Además, se
40 describe que el catalizador puede contener también elementos adicionales que incluyen Fe, Co, Ni, Re, Ag o Au.

Una desventaja de los catalizadores de epoxidación directa descritos es que son propensos a abrir el anillo del epóxido producto en condiciones de reacción convencionales formando subproductos con anillo abierto menos deseables tales como glicoles o éteres de glicol. Como con algunos procesos químicos, es deseable desarrollar nuevos
45 procedimientos y catalizadores de epoxidación directa.

En resumen, son necesarios nuevos procedimientos para la epoxidación directa de olefinas.

Son especialmente deseables catalizadores que reduzcan la posibilidad de apertura del anillo de los epóxidos a
50 glicoles o éteres de glicol. Los autores de la invención han descubierto un procedimiento de epoxidación conveniente y eficaz que reduce los productos no deseados de anillo abierto y proporciona buena capacidad de producción y selectividad al epóxido.

Sumario de la invención

La invención es un procedimiento de epoxidación de olefinas que comprende hacer reaccionar olefina, oxígeno e hidrógeno en presencia de un catalizador que comprende un metal noble y zeolita de titanio previamente tratada, formándose la zeolita de titanio previamente tratada poniendo en contacto una zeolita de titanio con un agente de lixiviación tal que se elimina más del 0,1 por ciento en peso del titanio de la zeolita de titanio. Los autores han encontrado
60 de forma sorprendente que los catalizadores producidos con la zeolita de titanio previamente tratada proporcionan una cantidad de subproductos de anillo abierto significativamente reducida al compararlo con zeolita de titanio sin tratar.

Descripción detallada de la invención

El procedimiento de la invención emplea un catalizador que comprende un metal noble y una zeolita de titanio previamente tratada. Zeolitas de titanio adecuadas son los materiales cristalinos que tienen una estructura de tamiz molecular poroso con átomos de titanio sustituidos en la estructura tridimensional. La elección de la zeolita de titanio
65

empleada dependerá de una serie de factores, que incluyen el tamaño y forma de la olefina que se va a epoxidar. Por ejemplo, se prefiere el uso de una zeolita de titanio de tamaño de poro relativamente pequeño tal como un silicato de titanio si la olefina es una olefina alifática inferior tal como etileno, propileno o 1-buteno. Cuando la olefina es propileno, es especialmente ventajoso el uso de silicalita de titanio TS-1. Para una olefina más voluminosa como ciclohexano, puede ser preferible el uso de una zeolita de titanio de mayor tamaño de poro tal como zeolita de titanio que tenga una estructura isomorfa con zeolita beta.

Las zeolitas de titanio comprenden la clase de sustancias zeolíticas en las que una porción de los átomos de silicio están sustituidos por átomos de titanio en la estructura tridimensional reticular de un tamiz molecular. Tales sustancias son bien conocidas en la técnica.

Zeolitas de titanio particularmente preferidas incluyen la clase de tamices moleculares denominados comúnmente como silicalitas de titanio, en particular "TS-1" (que tienen una topología MEL análoga a la de las zeolitas de aluminosilicato ZSM-5), "TS-2" (que tiene una topología MEL análoga a la de las zeolitas de aluminosilicato ZSM-11) y "TS-3" (que se describen en la patente Belga nº 1.001.038). Los tamices moleculares que contienen titanio tienen estructuras tridimensionales isomorfas a la zeolita beta, y son también adecuadas para su uso mordenita, ZSM-48, ZSM-12, y MCM-41. Las zeolitas de titanio no contienen preferiblemente elementos distintos del titanio, silicio y oxígeno en la estructura tridimensional reticular, aunque pueden estar presentes cantidades minoritarias de boro, hierro, aluminio, sodio, potasio, cobre y similares.

Las zeolitas de titanio preferidas tendrán por lo general una composición que corresponde a la siguiente fórmula empírica $x\text{TiO}_2 \cdot (1-x)\text{SiO}_2$, donde x varía de 0,0001 a 0,5000. Más preferiblemente, el valor de x varía de 0,01 a 0,125. La relación molar de Si:Ti en la estructura tridimensional reticular de la zeolita varía de forma ventajosa de 9,5:1 a 99:1 (lo más preferiblemente de 9,5:1 a 60:1). También puede ser deseable el uso de zeolitas relativamente ricas en titanio.

Las zeolitas de titanio pueden contener impurezas de anatasa. Aunque son aceptables cantidades de anatasa menores que 5 por ciento en peso de anatasa (comparadas con la cantidad total de zeolita de titanio), se prefiere que la zeolita de titanio esté esencialmente exenta de anatasa.

La zeolita de titanio previamente tratada se forma poniendo en contacto una zeolita de titanio con un agente de lixiviación. El agente de lixiviación puede ser cualquier compuesto capaz de eliminar más del 0,1 por ciento de titanio de la zeolita de titanio, en base a la cantidad de titanio en la zeolita (es decir, (moles de Ti lixiviado) / (moles de Ti en la zeolita_{inicial}) > 0,1%). Agentes de lixiviación preferidos incluyen compuestos orgánicos quelantes como glicoles compuestos ácido carboxílico y compuestos hidroxiketona. Los agentes de lixiviación preferidos incluyen ácidos minerales.

Los glicoles son compuestos orgánicos que contienen dos o más funcionalidades hidroxilo. Glicoles adecuados incluyen, aunque sin quedar limitados a los mismos, glicerol, propilenglicol, etilenglicol y similares. Los compuestos ácido carboxílico contienen una o más funcionalidades ácido carboxílico. Ejemplos de compuestos ácido carboxílico incluyen, aunque sin quedar limitados a los mismos, ácido acético, ácido pirúvico, ácido láctico y similares. Compuestos hidroxiketona contienen una o más funcionalidad hidroxilo y una o más funcionalidad cetona. Ejemplos de compuestos hidroxiketona incluyen, aunque sin quedar limitados a los mismos, acetol, 2-hidroxiacetofeno, 2'-hidroxiacetofenona y similares. Ácidos minerales adecuados incluyen ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido nítrico y similares. Los compuestos orgánicos quelantes particularmente preferidos incluyen propilenglicol y ácido láctico. El agente de lixiviación puede también consistir en una combinación de peróxido de hidrógeno y un compuesto orgánico quelante.

El tratamiento previo de la zeolita de titanio se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, no obstante, se prefieren temperaturas elevadas mayores que 40°C. El tiempo requerido para el pretratamiento no es crítico, pero dependerá del agente de lixiviación que se emplea. De forma típica, el tratamiento previo requiere más de 0,5 horas y preferiblemente mas de 10 horas.

El catalizador empleado en el procedimiento de la invención también contiene un metal noble. Aunque se puede utilizar cualquiera de los metales nobles (es decir, oro, plata, platino, paladio, iridio, rutenio, ósmio), bien solo o en combinación, se prefiere de forma particular el paladio. De forma típica, la cantidad de metal noble presente en el catalizador variará en el intervalo de desde 0,01 a 20 por ciento en peso, preferiblemente de 0,1 a 5 por ciento en peso. La forma en la que el metal noble se incorpora al catalizador no se considera particularmente crítica. Por ejemplo, el metal noble puede estar soportado en la zeolita pretratada por medio de impregnación o similar o soportarse primero sobre otra sustancia tal como sílice, alúmina, carbón activado o similar y luego mezclarse físicamente con la zeolita pretratada. De forma alternativa, el metal noble se puede incorporar en la zeolita pretratada por intercambio iónico con, por ejemplo, cloruro de Pd tetraamina con o sin adición de hidróxido de aluminio.

No hay restricciones particulares en lo que se refiere a la elección del compuesto de metal noble o complejo usado como fuente del metal noble. Por ejemplo, compuestos adecuados para este fin incluyen los nitratos, sulfatos, haluros (por ejemplo, cloruros, bromuros), carboxilatos (por ejemplo acetato) y complejos de amina de metales nobles. De igual forma, el estado de oxidación del metal noble no se considera crítico. Por ejemplo, en el caso del paladio, el paladio puede estar en un estado de oxidación cualquiera desde 0 a +4 o cualquier combinación de dichos estados

de oxidación. Para conseguir el estado de oxidación o combinación de estados de oxidación deseado, el compuesto de metal noble después de haberse introducido en la zeolita pretratada se puede someter a una reducción previa total o parcial. No obstante, se puede conseguir sin ninguna reducción previa el rendimiento catalítico satisfactorio. Para conseguir el estado activo de paladio, el catalizador se puede someter a un tratamiento previo tal como tratamiento

5 térmico con nitrógeno, vacío, hidrógeno o aire.

Después de la incorporación del metal noble, se recupera el catalizador. Procedimientos adecuados de recuperación del catalizador incluyen filtración y lavado, evaporación rotatoria y similares. El catalizador se seca de forma típica a una temperatura mayor que aproximadamente 50°C antes de usarse en la epoxidación. La temperatura de secado varía

10 con preferencia de aproximadamente 50°C a aproximadamente 300°C. El catalizador puede comprender además un aglutinante o similar y puede moldearse, secarse por aspersión, conformarse o extrusionarse en una forma cualquiera deseada antes de su uso en la epoxidación.

El proceso de epoxidación de la invención comprende poner en contacto una olefina, oxígeno e hidrógeno en presencia de un catalizador que comprende un metal noble y una zeolita de titanio previamente tratada. Olefinas adecuadas incluyen cualquier olefina que tenga al menos un doble enlace carbono-carbono y, por lo general, de 2 a 60 átomos de carbono. Con preferencia, la olefina es un alqueno acíclico de 2 a 30 átomos de carbono; el proceso de la invención es particularmente deseado para epoxidar olefinas C₂-C₆. Pueden estar presentes más de un doble enlace, como en el caso de, por ejemplo, un dieno o trieno. La olefina puede ser un hidrocarburo (es decir, contener solo

20 átomos de carbono e hidrógeno) o puede contener grupos funcionales tales como grupos haluro, carboxilo, hidroxilo, éter, carbonilo, ciano o nitro o similares. El proceso de la invención es especialmente útil para convertir propileno a óxido de propileno.

La epoxidación de acuerdo con la invención se lleva a cabo a una temperatura eficaz para conseguir la epoxidación de la olefina deseada, con preferencia a temperaturas en el intervalo de 0-250°C, más preferiblemente, 20-100°C. La relación molar de hidrógeno a oxígeno puede variar normalmente en el intervalo de H₂:O₂ = 1:10 a 5:1 y, es especialmente favorable a 1:5 a 2:1. La relación molar de oxígeno a olefina es normalmente de 1:1 a 1:20, y preferiblemente de 1:1,5 a 1:10. Para ciertas olefinas pueden ser ventajosas relaciones molares de oxígeno a olefina relativamente altas (por ejemplo, 1:1 a 1:3).

30 También se puede usar en el proceso de epoxidación un gas portador. Como gas portador, se puede usar cualquier gas inerte deseado. La relación molar de olefina a gas portador varía normalmente en el intervalo de 100:1 a 1:10 y especialmente de 20:1 a 1:10.

35 Como gas inerte, son adecuados gases nobles tales como helio, neón y argón, además de nitrógeno y dióxido de carbono. También son adecuados hidrocarburos saturados con 1-8, especialmente 1-6 y, preferiblemente con 1-4 átomos de carbono, por ejemplo, metano, etano, propano y butano. Los gases inertes portadores preferidos son nitrógeno e hidrocarburos saturados C₁-C₄. También se pueden usar mezclas de los gases inertes portadores enumerados.

40 De forma específica, en la epoxidación de propileno de acuerdo con la invención, se puede alimentar propano de un modo tal que, en presencia de un exceso apropiado de gas portador, los límites explosivos de mezclas de propileno, propano, hidrógeno y oxígeno se eviten de forma segura y, de este modo, no pueda formarse una mezcla explosiva en el reactor o en las tuberías de alimentación y descarga.

45 La cantidad de catalizador usado se puede determinar en base a la relación molar de titanio contenido en la zeolita de titanio a la olefina que se alimenta por unidad de tiempo. De forma típica, hay presente catalizador suficiente para proporcionar una relación de alimentación titanio/olefina que varía de 0,0001 a 0,1 horas. El tiempo requerido para la epoxidación se puede determinar en base a la velocidad espacial horaria de gas, es decir, el volumen total de olefina, hidrógeno, oxígeno y gas portador(es) por hora unitaria por unidad de volumen de catalizador (abreviado GHSV). De forma típica, es satisfactoria una GHSV en el intervalo de 10 a 10.000 hr⁻¹.

55 Dependiendo de la olefina que se hace reaccionar, la epoxidación de acuerdo con la invención se puede llevar a cabo en fase líquida, en fase gas o en fase supercrítica. Cuando se usa un medio de reacción líquido, el catalizador está preferiblemente en forma de una suspensión o lecho fijo. El proceso se puede llevar a cabo usando un modo de operación de flujo continuo, semicontinuo o discontinuo.

Si la epoxidación se lleva a cabo en fase líquida, resulta ventajoso trabajar a una presión de 1-100 x 10⁵ Pa y en presencia de uno o más disolventes. Disolventes adecuados incluyen, aunque sin quedar limitados a los mismos, alcoholes alifáticos inferiores como metanol, etanol, isopropanol y terc-butanol, o mezclas de los mismos, y agua. Se pueden usar alcoholes fluorados. También es posible usar mezclas de los alcoholes citados con agua.

Los siguientes ejemplos simplemente ilustran la invención. Los expertos en la técnica reconocerán muchas variaciones que están dentro del espíritu de la invención y del alcance de las reivindicaciones.

Ejemplo 1

Experimentos de lixiviación de titanio usando diversos agentes de lixiviación

- 5 Se puede preparar TS-1 de acuerdo con cualquier procedimiento conocido de la bibliografía. Véase por ejemplo la patente de Estados Unidos nº 4.410.501, DiRenzo, *et. al.*, *Microporous Materials* (1997), Vol. 10, 283, o Edler, *et. al.*, *J. Chem. Soc. Chem. Comm.* (1995), 155.

Experimentos 1A-1G

10

- Se cargan en un matraz de una boca equipado con un condensador TS-1 (0,35 g), una solución de peróxido de hidrógeno (50 g, 5% en peso de peróxido de hidrógeno; 84% en peso de MeOH; 11% en peso de agua) y un compuesto lixivante (aproximadamente 2 g). La suspensión se agita durante 28 horas a 45°C, luego se filtra a presión de nitrógeno y se seca en un horno de vacío a 45°C durante la noche. El filtrado se filtra seguidamente a través de una membrana de PTFE de 0,2 micrómetros y se analiza para determinar el contenido en titanio. La tabla 1 muestra el efecto de la combinación de H₂O₂ y de diversos agentes de lixiviación sobre la lixiviación de titanio.

Experimento 1H

- 20 El experimento 1H se lleva a cabo de acuerdo con el procedimiento de 1A-1G, salvo porque se usan como agente de lixiviación solo 0,57 g de ácido láctico (85 por ciento en peso de ácido láctico en solución acuosa).

Experimento 1J

- 25 El experimento 1J se lleva a cabo de acuerdo con el procedimiento de 1A-1G, salvo porque se usa como agente de lixiviación ácido láctico (2,0 g, de una solución acuosa de ácido láctico al 85 por ciento en peso) y se usa metanol (50 g) en lugar de solución de peróxido de hidrógeno.

30 Ejemplo 2

Preparación del catalizador

- 35 *Catalizador 2A:* Se cargan en un matraz de una boca equipado con un condensador TS-1 (1,75 g), una solución de peróxido de hidrógeno (103 g, 12,5% en peso de peróxido de hidrógeno en agua) y propilenglicol (12,03 g). La suspensión se agita durante 128 horas a 45°C, luego se filtra bajo una presión de nitrógeno y se seca en un horno de vacío a 45°C durante la noche. El filtrado se filtra seguidamente a través de una membrana de PTFE de 0,2 micrómetros y se analiza para determinar el contenido en titanio. Se mide la pérdida de titanio como 2,9%.

- 40 Se calcina el TS-1 pretratado en aire a 550°C durante 4 horas. Se colocan en un matraz de fondo redondo de una boca y 250 ml el TS-1 pretratado (0,76 g), [Pd (NH₃)₄](NO₃)₂] (0,09 g de una solución acuosa de Pd al 5% en peso) y agua desionizada (10 g) formando una mezcla de color blanco pálido. El matraz se conecta a un condensador de agua fría de 38,1 cm y luego se añade nitrógeno a un caudal de 150 cm³/min. El matraz se inserta en un baño de aceite a 80°C y se agita la suspensión de reacción. Después de agitar durante 24 horas, la suspensión se filtra bajo una presión de N₂ y luego se seca el sólido en un horno de vacío a 60°C durante la noche. El catalizador sólido se calcina seguidamente en oxígeno al 4% (resto nitrógeno) a 110°C durante 2 horas y a 150°C durante 4 horas. La carga de Pd del catalizador medida es 0,50% en peso.

- 50 *Catalizador 2B:* Se cargan en un matraz de una boca equipado con un condensador TS-1 (2,2 g), una solución de peróxido de hidrógeno (175 g, 5% en peso de peróxido de hidrógeno; 84% en peso de MeOH; 11% en peso de agua) y ácido láctico (7 g de ácido láctico al 85% en peso en solución acuosa). La suspensión se agita durante 28 horas a 45°C, luego se filtra bajo una presión de nitrógeno y se seca en un horno de vacío a 45°C durante la noche. El filtrado se filtra seguidamente a través de una membrana de PTFE de 0,2 micrómetros y se analiza para determinar el contenido en titanio. Se mide la pérdida de titanio como 5,6%.

55

La incorporación de Pd se lleva a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que para el Catalizador 2A. La carga de Pd medida del catalizador es 0,45% en peso.

- 60 *Catalizador comparativo 2C:* Se incorpora Pd en TS-1 sin tratar de acuerdo con el mismo procedimiento que para el Catalizador 2A. La carga de Pd medida del catalizador es 0,62% en peso.

Ejemplo 3

- 65 *Estudios de epoxidación de propileno*

Para evaluar el rendimiento del catalizador preparado en el Ejemplo 2, se lleva a cabo la epoxidación de propileno usando oxígeno e hidrógeno. Se emplea el siguiente procedimiento.

ES 2 292 797 T3

Se suspende el catalizador en 100 gramos de mezcla de metanol/agua (75% en peso de MeOH; 25% en peso de H₂O) y se añade al sistema reactor, consistente en un reactor de alta presión de 300 ml y un saturador de metanol de 1000 ml. La suspensión se calienta entonces hasta 60°C y se agita a 1500 rpm. Se añade al sistema una alimentación gaseosa consistente en 10% de propileno, 4% de oxígeno, 4% de hidrógeno y 82% de nitrógeno con un caudal total de 1200 cm³/min y una presión de reactor de 2,07 x 10⁶ Pa. Tanto las muestras de gas como de fase líquida se recogen y analizan por cromatografía de gases.

Los resultados de la epoxidación, en la Tabla 2, muestran que el uso de una TS-1 conduce a una disminución inesperada en la cantidad de subproductos de anillo abierto como se muestra por una relación mayor de PO/POE. "POE" significa equivalentes de PO que incluyen óxido de propileno (PO), propilenglicol (PG), dipropilenglicol (DPG), 1-metoxi-2-propanol (PM-1), 2-metoxi-1-propanol (PM-2) y acetol.

TABLA 1

Efecto del agente de lixiviación sobre la lixiviación de titanio

Zeolita pretratada nº	Compuesto orgánico quelante	% peso de comp. orgánico quelante	% peso de H ₂ O ₂	% de pérdida de Ti ^a
1A	PM-1	3,84	5,1	0,016
1B	Glicerol	3,84	5,1	0,25
1C	PG	3,84	5,1	0,36
1D	Ácido acético	3,84	5,1	1,82
1E	Acetol	3,84	5,1	2,13
1F	Ácido pirúvico	3,84	5,1	2,37
1G	Ácido láctico	3,3	5,1	4,25
1H	Ácido láctico	0,94	5,1	3,11
1J	Ácido láctico	3,3	0	2,09

^a Pérdida de Ti = (cantidad de Ti filtrado) / (cantidad de zeolita de Ti_{inicial}) * 100

TABLA 2

Resultados de epoxidación de propileno

Catalizador	Cantidad de catalizador (g)	Tiempo de ejecución (h)	Productividad de PO media (g PO/g cat/h)	Productividad de POE ^a media (g POE/g cat/h)	PO/POE (%)
2A	0,375	45	0,2	0,26	78
2B	0,5	37	0,31	0,46	68
2C*	0,5	42	0,362	0,615	58

* Ejemplo comparativo

^a POE = PO + subproductos con el anillo abierto (PG, DPG, PM-1, PM-2 y acetol).

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la producción de un epóxido que comprende hacer reaccionar una olefina, oxígeno e hidrógeno en presencia de un catalizador que comprende un metal noble y una zeolita de titanio previamente tratada, formándose la zeolita de titanio previamente tratada poniendo en contacto una zeolita de titanio con un agente de lixiviación de forma tal que se elimina de la zeolita de titanio más de 0,1 por ciento de titanio.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el agente de lixiviación es una combinación de peróxido de hidrógeno y un compuesto orgánico quelante.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el compuesto orgánico quelante se selecciona del grupo consistente en glicoles, compuestos ácido carboxílico y compuestos hidroxiketona.
- 15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el agente de lixiviación se selecciona del grupo consistente en compuestos orgánicos quelantes y ácidos minerales.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el compuesto orgánico quelante se selecciona del grupo consistente en glicoles, compuestos ácido carboxílico y compuestos hidroxiketona.
- 20 6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la zeolita de titanio es silicalita de titanio.
7. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la zeolita de titanio es TS-1.
- 25 8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el catalizador está compuesto por 0,01 a 5 por ciento en peso de metal noble.
9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el metal noble es paladio.
- 30 10. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la olefina es una olefina C_2-C_6 .
11. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la olefina es propileno.
12. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además un disolvente seleccionado del grupo consistente en metanol, etanol, isopropanol y terc-butanol, y agua.
- 35 13. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además un gas portador.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que el gas portador se selecciona del grupo consistente en helio, neón, argón, nitrógeno, dióxido de carbono e hidrocarburos saturados C_1-C_8 .
- 40 15. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que el gas portador es propano.

45

50

55

60

65