



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 268 388**

51 Int. Cl.:
C07D 301/12 (2006.01)
C07D 301/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03744342 .1**
86 Fecha de presentación : **07.03.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1485366**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **15.12.2004**

54 Título: **Proceso para la epoxidación de olefinas.**

30 Prioridad: **18.03.2002 EP 02006080**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2007

73 Titular/es: **Degussa GmbH**
Bennigsenplatz 1
40474 Düsseldorf, DE
Uhde GmbH

72 Inventor/es: **Hofen, Willi;**
Thiele, Georg;
Haas, Thomas;
Woell, Wolfgang;
Kampeis, Percy y
Kolbe, Bärbel

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 268 388 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para la epoxidación de olefinas.

La presente invención se refiere a un proceso para la epoxidación de olefinas, por el cual se toman medidas para garantizar la operación segura del proceso en todas las etapas sin poner en compromiso la economía global del proceso.

Técnica anterior

Es sabido por el documento EP-A 100 118 que el propileno puede hacerse reaccionar con peróxido de hidrógeno para producir óxido de propileno si se utiliza como catalizador titanio-silicalita. Una reacción secundaria que se produce siempre en pequeña proporción sobre el catalizador de titanio-silicalita es la descomposición del per-óxido de hidrógeno para formar oxígeno molecular. Se conoce por el documento EP-A 659 473 la introducción de una pequeña cantidad de vapor de propileno en el reactor para propósitos de purga de cualquier cantidad de oxígeno formada por descomposición del peróxido de hidrógeno. Una corriente de purga que comprende predominantemente propileno y algo de oxígeno y óxido de propileno se retira del reactor.

Los documentos EP-A 936 219 y EP-A 1 074 547 describen un proceso para regeneración de un catalizador de titanio-silicalita que se ha desactivado en un proceso de epoxidación de propileno con peróxido de hidrógeno. En este caso, el reactor se purga discontinuamente con un gas inerte para eliminar propileno dado que la regeneración del catalizador tiene que realizarse en ausencia de la olefina. Se expone en estas referencias que la purga tiene la ventaja adicional de que el oxígeno formado por la descomposición del peróxido de hidrógeno se elimina también periódicamente del reactor, mejorando con ello la seguridad del proceso. Pero con objeto de garantizar una operación segura la purga de gas inerte tiene que realizarse en intervalos cortos, lo que conduce a periodos de parada largos indeseables.

Los documentos EP-A 1 085 017 y WO 99/48883 exponen, con relación a algunas realizaciones preferidas de un proceso para epoxidación de propileno con peróxido de hidrógeno, la posibilidad de introducir una corriente gaseosa que comprende propileno y gas inerte en el reactor. Sin embargo, no se hace exposición alguna con respecto a la descomposición de oxígeno o requerimientos de seguridad.

Sin embargo, todos los procesos expuestos anteriormente tienen de hecho en común la desventaja de que se pierden cantidades considerables de propileno y óxido de propileno junto con el oxígeno en la corriente de purga.

Los documentos EP-A 719768 y EP-A 1 122 246 describen un proceso para epoxidación de olefinas, preferiblemente propileno, con peróxido de hidrógeno por el cual una corriente de vapores que comprende propileno, óxido de propileno y oxígeno que sale del reactor se trata en una unidad de absorción para recuperar productos valiosos de la corriente de vapores. Debido al aumento de la concentración de oxígeno en el espacio de gas de la unidad de absorción, dado que el gas está empobrecido en propileno y óxido de propileno, puede ser ventajoso por razones de seguridad introducir una corriente de gas inerte en la unidad de absorción. Aunque estos documentos de la técnica anterior tratan de los aspectos de seguridad en la unidad de absorción, no abordan los requerimientos de segu-

ridad del proceso global. Especialmente en el reactor de epoxidación propiamente dicho no se toma medida alguna a fin de garantizar una conducción segura del proceso. Por consiguiente, el proceso puede conducirse únicamente dentro de un estrecho intervalo de parámetros de proceso para garantizar la seguridad de la reacción, con el resultado de que existe un alto riesgo asociado con cualquier clase de funcionamiento anormal en la etapa de reacción.

De acuerdo con ello, el objeto de la presente invención es, proporcionar un proceso para la epoxidación de olefinas que tiene un balance mejorado de seguridad de operación y economía del proceso.

Objeto de la invención

Este objeto se alcanza por un proceso para la epoxidación catalítica de olefinas en al menos una etapa de reacción, que comprende:

- (a) hacer reaccionar la olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente orgánico miscible con el agua en presencia de un catalizador de titanio-silicalita en un reactor mientras se alimenta continuamente al reactor una corriente de gas inerte;
- (b) retirar continuamente del reactor una corriente gaseosa de salida que contiene óxido de olefina, olefina sin reaccionar, oxígeno y un gas inerte;
- (c) poner la corriente gaseosa de salida en contacto en una unidad de absorción con el mismo disolvente utilizado en la etapa de reacción;
- (d) retirar de la unidad de absorción una corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina y
- (e) descargar de la unidad de absorción una corriente gaseosa que contiene oxígeno y el gas inerte.

Descripción de la invención

Se ha encontrado ahora que no sólo las pérdidas de olefina y óxido de olefina que se producen en la descarga de la corriente gaseosa de salida que contiene oxígeno durante la epoxidación de olefina con peróxido de hidrógeno y un catalizador de titanio-silicalita pueden reducirse de una manera sencilla por absorción de la mayor parte del óxido de olefina, la olefina y opcionalmente el alcano correspondiente con el disolvente utilizado para la epoxidación, sino que puede garantizarse también la seguridad del proceso de epoxidación global en todas las etapas. Una ventaja particular de la presente invención es que el proceso de oxidación puede conducirse dentro de una extensa gama de parámetros de proceso sin poner en compromiso la seguridad del proceso, dado que debido a la corriente de gas inerte presente en el reactor se garantiza siempre que, a pesar de la descomposición del per-óxido de hidrógeno, no se formará una composición inflamable. Así pues, el proceso puede adaptarse más fácilmente a los requerimientos cambiantes e incluso en el caso de malfuncionamiento durante la conducción del proceso tal como interrupción del suministro de olefina, puede evitarse la formación de composiciones inflamables. Una ventaja adicional es que ya no existe necesidad alguna de introducción de gas inerte en la unidad de absorción.

De acuerdo con una realización preferida de la

presente invención, la corriente de gas inerte se introduce cerca de la entrada del reactor y la corriente gaseosa de salida se retira cerca de la salida del reactor.

De acuerdo con una realización particularmente preferida de la presente invención, la corriente gaseosa de salida, después de abandonar el reactor y antes de entrar en la unidad de absorción, se hace pasar por una unidad de condensación en la cual se condensan parcialmente los componentes condensables de la corriente gaseosa de salida tales como olefina, óxido de olefina, el alcano correspondiente a la olefina y el disolvente utilizado en la reacción de epoxidación. Es ventajoso mantener aproximadamente la misma presión en la unidad de condensación que en el reactor. La presión en la unidad de condensación es al menos 50%, con preferencia al menos 75%, más preferiblemente al menos 90% de la presión en la etapa de epoxidación y de modo muy preferible aproximadamente la misma presión que en la etapa de epoxidación. Por ajuste de la presión en la unidad de condensación tan alta como sea posible, una gran proporción del material condensable puede separarse de la corriente gaseosa de salida con medidas simples de baja energía tales como refrigerantes que funcionan con agua de refrigeración. Otros aparatos adecuados para la unidad de condensación son aparatos cualesquiera que puedan utilizarse como cambiador de calor tales como intercambiadores de calor tubulares e intercambiadores de calor de placas.

El condensado separado de la corriente gaseosa de salida puede combinarse con la mezcla de reacción líquida retirada del reactor y procesarse en etapas de tratamiento subsiguientes. Alternativamente, el condensado puede reciclarse al reactor. En una realización preferida, si se utiliza propileno como la olefina, el condensado comprende predominantemente disolvente orgánico y propileno, y se recicla a la etapa de reacción. En caso de que se utilice como materia prima propileno que contiene propano, puede ser ventajoso someter al menos una parte del condensado a una operación de separación, por la cual se retira el propano antes de reciclar el condensado a fin de evitar una acumulación indeseable de propano en la etapa de reacción.

Una ventaja importante de derecho de tener una unidad de condensación entre el reactor y la unidad de absorción es que la carga de componentes valiosos en la corriente gaseosa de salida está ya reducida considerablemente antes de la entrada en la unidad de absorción. Por consiguiente, la cantidad de disolvente necesaria en la unidad de absorción que tiene que reciclarse dentro del proceso y el volumen de la unidad de absorción pueden reducirse considerablemente. Con ello pueden reducirse tanto los costes de proceso como los costes de inversión, contribuyendo a las mejoras económicas globales asociadas con la presente invención.

Es muy importante que únicamente es posible una operación segura de la unidad de condensación dentro de intervalos amplios de parámetros del proceso si se introduce gas inerte en el reactor de epoxidación y está presente por tanto en la corriente gaseosa de salida procesada en la unidad de condensación. En la unidad de condensación se reduce el contenido de componentes orgánicos condensables en la corriente gaseosa de salida. Así, la concentración de oxígeno en la fase gaseosa se incrementa con la posibilidad

de que se forme una composición de gas inflamable. Por tanto, aun cuando los parámetros de proceso se controlaran cuidadosamente y/o se retirara solamente una pequeña cantidad de componentes condensables, poniendo con ello en compromiso las ventajas económicas arriba descritas, habría todavía un riesgo considerablemente alto de formación de una composición inflamable si no se introdujera gas inerte alguno en el reactor. Por tanto, la presente invención es especialmente ventajosa si se utiliza una unidad de condensación en el tratamiento de la corriente gaseosa de salida que abandona el reactor de epoxidación.

La cantidad de gas inerte introducida en el reactor se selecciona preferiblemente en función de la cantidad y composición de la corriente gaseosa de salida que abandona la etapa de reacción de tal modo que la concentración de oxígeno en la corriente gaseosa de salida en cualquier etapa del tratamiento del gas de salida sea suficientemente baja para evitar la formación de una composición inflamable. Además, preferiblemente la cantidad de gas inerte se selecciona de tal manera que no se retira con la corriente gaseosa de salida más de 5%, preferiblemente no más de 2% del óxido de propileno total generado en el reactor. De este modo, incluso en el caso de variación en las corrientes de producto en el proceso global, es muy sencillo mantener constantemente la composición de la fase gaseosa en cualquier etapa del tratamiento del gas de salida de tal modo que no pueda producirse una mezcla inflamable. Con ello, las dimensiones de la unidad de absorción y la cantidad de disolvente de absorción pueden ser pequeñas al tiempo que se garantiza la seguridad del proceso global.

En una realización particularmente preferida de la presente invención, se mide la concentración de oxígeno en la corriente gaseosa de salida que abandona el reactor, con lo cual, en la realización que utiliza una unidad de condensación, la concentración de oxígeno de la corriente gaseosa de salida se mide después de abandonar la unidad de condensación. La cantidad de gas inerte introducida en el reactor y/o la cantidad de gas de salida que abandona el reactor se controla por medida del contenido de oxígeno en la corriente gaseosa de salida como se ha explicado anteriormente a fin de mantener constante la concentración de oxígeno en la corriente gaseosa de salida. Muy preferiblemente, la cantidad de la corriente gaseosa de salida que abandona el reactor se controla por medida del contenido de oxígeno como se ha explicado anteriormente, con lo cual la relación entre la corriente de gas inerte introducida en el reactor y la corriente gaseosa de salida retirada del reactor se mantiene constante.

Así pues, por la presente invención se consigue un balance mejorado de los requerimientos de seguridad y la economía del proceso global de epoxidación.

Gases inertes adecuados son cualesquiera gases que se disuelven sólo ligeramente en el disolvente utilizado para la epoxidación, no reaccionan con el peróxido de hidrógeno y el óxido de olefina en las condiciones de la reacción de epoxidación y no forman mezclas explosivas con el oxígeno. El gas inerte utilizado preferiblemente comprende nitrógeno, un gas inerte obtenido por combustión de una mezcla metano-aire, vapor de agua, dióxido de carbono o mezclas de los mismos.

Disolventes adecuados son cualesquiera disolventes que no son oxidados o son oxidados sólo ligeramente por el peróxido de hidrógeno en las condi-

ciones de reacción seleccionadas y se disuelven en agua en una cantidad mayor que 10% en peso. Disolventes preferidos son aquellos que son ilimitadamente miscibles con el agua. Disolventes adecuados son alcoholes, tales como por ejemplo metanol, etanol o terc-butanol; glicoles, tales como por ejemplo etilenglicol, 1,2-propanodiol o 1,3-propanodiol; éteres cíclicos, tales como por ejemplo tetrahidrofurano, dioxano u óxido de propileno; glicol-éteres, tales como por ejemplo etilenglicol-monometil-éter, etilenglicol-monooetil-éter, etilglicol-monobutil-éter o propilenglicol-monometil-éteres y cetonas, tales como por ejemplo acetona o 2-butanona. De modo particularmente preferible se utiliza metanol como disolvente. La absorción se realiza a una presión total comprendida en el intervalo que va de 1 a 25 bar, preferiblemente a la misma presión que la reacción de epoxidación, a la cual se obtiene el gas de salida que contiene oxígeno. La absorción puede realizarse a temperaturas comprendidas entre el punto de fusión del disolvente y 100°C, con preferencia en el intervalo de 0 a 60°C.

En una realización particularmente preferida de la presente invención, la corriente gaseosa de salida se hace pasar en contracorriente con el disolvente. Una unidad de absorción que es adecuada para esta realización es en particular una columna con un relleno o inserciones inertes, en la cual la corriente gaseosa de salida cargada entre otras cosas con olefina, óxido de olefina y el gas inerte se alimenta al fondo de la columna, el disolvente se suministra al extremo superior de la columna, la corriente gaseosa de salida se descarga por el extremo superior de la columna y la corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina se retira por el fondo de la columna.

De acuerdo con una realización alternativa de la presente invención, en la unidad de absorción la fase gaseosa se dispersa en una fase líquida continua del disolvente.

La ventaja de dicha realización es que si la fase gaseosa que comprende componentes combustibles y oxígeno se dispersa en una fase líquida continua del disolvente durante la absorción, incluso si debido al empobrecimiento de componentes combustibles de la fase gaseosa la concentración de oxígeno en la fase gaseosa aumenta por encima del límite de explosión, la fase gaseosa no puede inflamarse sin embargo dentro de la unidad de absorción debido a que la fase gaseosa está dispersada finamente en la fase líquida continua del disolvente. Por consiguiente, la cantidad de gas inerte introducida en el reactor puede reducirse y el control de la concentración de oxígeno es únicamente necesario a fin de que la corriente gaseosa de salida no puede convertirse en una composición inflamable antes de entrar en la unidad de absorción. Con ello se garantiza la seguridad del proceso dado que la fase gaseosa, aun cuando el contenido de oxígeno puede ser superior al límite de explosión, no puede inflamarse.

De este modo, el proceso de absorción es muy eficiente dado que la fase gaseosa contiene menos gas inerte. Por consiguiente, las dimensiones de la unidad de absorción pueden reducirse ulteriormente, ahorrando con ello costes de inversión, y puede utilizarse un volumen reducido del fluido de absorción, es decir el disolvente, con el efecto de que la cantidad de disolvente a reciclar o procesar en las etapas de tratamiento puede reducirse considerablemente, mejorando con ello la economía global del proceso.

De acuerdo con una realización preferida, las burbujas de gas dispersadas en la fase continua del disolvente de absorción tienen un diámetro de 10 milímetros o menos, preferiblemente 2-10 milímetros, y muy preferiblemente 5 milímetros como máximo.

De acuerdo con una realización específicamente preferida de la presente invención, la corriente gaseosa se introduce en la unidad de absorción en una sección inferior de la unidad de absorción, y la fase de disolvente líquido entra en la unidad de absorción en una posición situada aguas arriba con respecto a la localización de entrada de la corriente gaseosa en la unidad de absorción, y la fase de disolvente líquido sale de la unidad de absorción en una posición situada por debajo de la entrada de la corriente gaseosa en la unidad de absorción. Con ello, se consigue que la corriente gaseosa y el disolvente pasen a través de la unidad de absorción en una modalidad de contracorriente. Preferiblemente la unidad de absorción funciona como columna de borboteo.

El caudal de la fase gaseosa dispersada y de la fase continua de disolvente líquido puede modificarse dentro de amplios intervalos con tal que se mantenga el requerimiento de que la fase líquida sea continua y la fase gaseosa sea la fase dispersada. El caudal por unidad de sección transversal para la fase gaseosa es preferiblemente 10-100 m³/m²h, más preferiblemente 20-60 m³/m²h, y el caudal por unidad de sección transversal para la fase líquida es preferiblemente 50-200 m³/m²h, más preferiblemente 100-150 m³/m²h.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la corriente gaseosa de salida se introduce en la unidad de absorción con un sistema de toberas anulares para dispersar finamente la fase gaseosa en la fase líquida continua. Las dimensiones de la unidad de absorción así como las condiciones de flujo de la fase gaseosa y la fase continua de disolvente se seleccionan de modo que proporcionen burbujas de gas dispersadas en la fase líquida continua que tienen un diámetro de 10 milímetros o menos, preferiblemente 2-10 milímetros, más preferiblemente 5 milímetros como máximo. Pueden tomarse varias medidas aisladamente o en combinación para controlar el tamaño de las burbujas arriba definido. Por ejemplo, la sección transversal de los orificios de las toberas anulares puede seleccionarse de modo que esté comprendida dentro del intervalo de 0,2-2 mm, y/o pueden disponerse bandejas de tamices dentro de la unidad de absorción con separaciones definidas que tengan una sección transversal de orificio de 0,2-2 mm y/o el caudal de la fase líquida y la fase gaseosa se ajustan como se ha definido arriba. Si se utilizan bandejas de tamices, la relación de la sección transversal libre de las bandejas de tamices a la sección transversal de la unidad de absorción se ajusta preferiblemente para garantizar un caudal de la fase gaseosa a través de las placas perforadas de 0,5-2 m/s.

La unidad de absorción que puede utilizarse en la realización preferida arriba descrita de la presente invención puede comprender medios de intercambio de calor y/o medios de dispersión del gas. Los medios de intercambio de calor pueden ser útiles para controlar la temperatura en la unidad de absorción, especialmente para disipar el calor de absorción. Pueden disponerse medios de dispersión de gas para mejorar la dispersión del gas y la transferencia de masa entre la fase gaseosa y la fase continua de disolvente. Preferiblemente se utilizan como medios de dispersión de

gas bandejas de tamices, y de modo particularmente preferible bandejas de tamices con tubos bajantes.

Por razones de seguridad, puede ser preferible en esta realización introducir gas inerte en el espacio de cabeza por encima del nivel del líquido en la unidad de absorción. De este modo, la corriente gaseosa que abandona la fase de disolvente líquido se diluye en tal proporción que la concentración de oxígeno es inferior al límite de explosión. Dado que la fase gaseosa después de abandonar la fase de disolvente líquido ya no está dispersada finamente, la mezcla gaseosa será inflamable en el caso de que la concentración de oxígeno debida al empobrecimiento de componentes combustibles durante la absorción sea superior al límite de explosión. En este caso puede utilizarse el mismo gas inerte que se introduce en el reactor.

De acuerdo con una realización alternativa, el volumen del espacio de cabeza en la unidad de absorción por encima del nivel del líquido se reduce mediante desplazadores y la unidad de absorción está equipada con medios de reducción de presión y una barrera de llama en la tubería de salida del gas. En este caso, la cantidad de gas inerte introducida en el espacio de cabeza puede reducirse considerablemente al tiempo que se garantiza una seguridad suficiente para el proceso de absorción.

La corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina recuperada de la unidad de absorción se hace volver a la etapa de reacción o se pasa a una etapa de tratamiento aguas abajo de la etapa de reacción. Preferiblemente, la corriente de producto líquido procedente de la etapa de reacción se trata y el disolvente recuperado así obtenido se devuelve en parte a la unidad de absorción y en parte a la etapa de reacción.

El proceso de acuerdo con la invención es adecuado para la epoxidación de olefinas que tengan 2 a 6 átomos de carbono. La epoxidación de propileno para dar óxido de propileno es sumamente preferida.

Zeolitas cristalinas que contienen titanio de la composición $(\text{TiO}_2)_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$, donde x es de 0,001 a 0,05 y que tienen una estructura cristalina MFI o MEL, conocidas como titanio-silicalita-1 y titanio-silicalita-2, son adecuadas como catalizadores para el proceso de epoxidación de acuerdo con la invención. Tales catalizadores pueden producirse por ejemplo de acuerdo con el proceso descrito en el documento USA 4.410.501. El catalizador de titanio-silicalita puede emplearse en forma de polvo o como catalizador conformado en forma de gránulos, piezas extruidas o cuerpos moldeados. Para el proceso de conformación, el catalizador puede contener 1 a 99% de un material aglomerante o vehículo, siendo adecuados todos los aglomerantes y materiales vehículo que no reaccionan con peróxido de hidrógeno o con el epóxido en las condiciones de reacción empleadas para la epoxidación. Se utilizan preferiblemente como catalizadores en suspensión gránulos correspondientes al documento EP-A 893 558. Como catalizadores de lecho fijo se utilizan preferiblemente piezas extruidas con un diámetro de 1 a 5 mm.

El peróxido de hidrógeno se utiliza en el proceso de acuerdo con la invención en la forma de una solución acuosa con un contenido de peróxido de hidrógeno de 1 a 90% en peso, preferiblemente 10 a 70% en peso y de modo particularmente preferible 30 a 50% en peso. El peróxido de hidrógeno puede utilizarse en la forma de las soluciones estabilizadas

disponibles comercialmente. Son también adecuadas soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno no estabilizadas tales como las que se obtienen en el proceso de la antraquinona para producción de peróxido de hidrógeno. Alternativamente, se pueden utilizar soluciones de peróxido de hidrógeno en alcoholes, preferiblemente en metanol. Estas soluciones alcohólicas se pueden preparar por reacción de hidrógeno y oxígeno en presencia de un catalizador de metal noble y el alcohol.

La epoxidación de olefinas, preferiblemente propileno, se lleva a cabo a una temperatura de -10 a 100°C, preferiblemente a 20° hasta 70°C. La olefina se emplea preferiblemente en exceso con relación al peróxido de hidrógeno a fin de alcanzar un consumo significativo de peróxido de hidrógeno, eligiéndose la relación molar de olefina, preferiblemente propileno, a peróxido de hidrógeno dentro del intervalo de 1,1 a 10. Cuando se añade un disolvente, la cantidad de disolvente se elige preferiblemente de tal modo que esté presente una sola fase líquida en la mezcla de reacción. El disolvente se añade preferiblemente en una relación en peso de 0,5 a 20 referida a la cantidad de solución de peróxido de hidrógeno utilizada. La cantidad de catalizador empleada puede modificarse dentro de amplios límites, y preferiblemente se elige de modo que se alcance un consumo de peróxido de hidrógeno mayor que 90%, preferiblemente mayor que 95%, en el transcurso de 1 minuto a 5 horas en las condiciones de reacción empleadas.

En una realización preferida del proceso de acuerdo con la invención, se utiliza propileno que puede contener entre 0% y 15% de propano. El propileno puede alimentarse tanto en forma líquida como en forma gaseosa al sistema de reacción. La cantidad de propileno que se introduce se elige de tal modo que, en las condiciones de reacción, se forme en los reactores una fase gaseosa constituida predominantemente por propileno, y de tal modo que pueda retirarse del primer reactor del sistema de reacción un gas residual cuyo contenido de oxígeno se encuentra fuera de los límites de explosión para las mezclas propileno-oxígeno.

La presión en el reactor está comprendida preferiblemente entre la presión atmosférica y 50 bar. En el caso de la epoxidación de propileno, la presión en el sistema de reacción se elige preferiblemente de modo que esté comprendida entre 50% y 100% de la presión de vapor saturado del propileno a la temperatura de reacción.

La invención se expondrá a continuación con mayor detalle haciendo referencia a una realización preferida de acuerdo con la Figura 1.

La Figura 1 exhibe una representación esquemática de una realización preferida de la presente invención.

Haciendo referencia a la Fig. 1, propileno 1, gas inerte 2, peróxido de hidrógeno 3 y metanol 4 se alimentan continuamente al reactor de epoxidación I que contiene un catalizador de epoxidación. Se retira continuamente del reactor I una mezcla de reacción líquida como corriente de producto 6, y se dirige a etapas de tratamiento subsiguientes que no se muestran en la Figura 1. Adicionalmente, se retira de modo continuo del reactor I una corriente gaseosa de salida 5 y se dirige a una unidad de condensación II, donde los componentes condensables de la corriente gaseosa de salida 5 se condensan parcialmente. La mezcla bifá-

sica resultante se dirige a un separador de fases III en el cual la fase líquida 7 que comprende los componentes condensados en la corriente gaseosa de salida 5 se separa de la fase gaseosa 8. La fase líquida 7 se recicla al reactor I y la fase gaseosa 8 se alimenta a la unidad de absorción IV. La fase gaseosa 8 se hace pa-

sar por la unidad de absorción IV en contracorriente con una corriente de metanol 9. Una corriente gaseosa 10 sustancialmente exenta de cualesquiera productos valiosos se retira de la unidad de absorción IV, y se recicla al reactor I una fase de disolvente 11 cargada con propileno y óxido de propileno.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la epoxidación catalítica de olefinas en al menos una etapa de reacción, que comprende:

- (a) hacer reaccionar la olefina con peróxido de hidrógeno en un disolvente orgánico miscible con el agua en presencia de un catalizador de titanio-silicalita en un reactor mientras se alimenta continuamente al reactor una corriente de gas inerte;
- (b) retirar continuamente del reactor una corriente gaseosa de salida que contiene óxido de olefina, olefina sin reaccionar, oxígeno y un gas inerte;
- (c) poner la corriente gaseosa de salida en contacto en una unidad de absorción con el mismo disolvente utilizado en la etapa de reacción;
- (d) retirar de la unidad de absorción una corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina y
- (e) descargar de la unidad de absorción una corriente gaseosa que contiene oxígeno y el gas inerte.

2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque no se introduce adicionalmente gas inerte alguno en la unidad de absorción.

3. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la cantidad de gas inerte introducida se selecciona en función de la cantidad y composición de la corriente gaseosa de salida que abandona la etapa de reacción de tal modo que la corriente gaseosa de salida ya no tiene composición inflamable y de tal modo que no más de 5%, preferiblemente no más de 2% del óxido de propileno total generado en el reactor se retira con la corriente gaseosa de salida.

4. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque el gas inerte se selecciona de un gas que se disuelve sólo ligeramente en el disolvente utilizado para la epoxidación, no reacciona con el peróxido de hidrógeno y el óxido de olefina en las condiciones de la reacción de epoxidación y no forma mezclas explosivas con el oxígeno, preferiblemente de nitrógeno, un gas inerte obtenido por combustión de una mezcla metano-aire, vapor de agua, dióxido de carbono o mezclas de los mismos.

5. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la corriente del gas inerte se introduce cerca de la entrada del reactor y la corriente gaseosa de salida se retira cerca de la salida del reactor.

6. Proceso de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado** porque el reactor es un reactor de lecho de goteo y el gas inerte se introduce en el reactor por encima del lecho de goteo, y la corriente gaseosa de salida se retira por debajo del lecho de goteo.

7. Proceso de acuerdo con cualquiera de las rei-

vindicaciones anteriores,

caracterizado porque de la corriente gaseosa de salida, parte del óxido de olefina, la olefina que no ha reaccionado y el disolvente se separan por condensación parcial antes de introducir la corriente gaseosa de salida en la unidad de absorción.

8. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado porque la unidad de absorción es una columna con un relleno o inserciones inertes y las corrientes gaseosas se alimentan al fondo de la columna, el disolvente se suministra a la parte superior de la columna como corriente de disolvente, la corriente gaseosa de salida se descarga por la parte superior de la columna y la corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina se retira por el fondo de la columna.

9. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-7,

caracterizado porque durante la absorción, la fase gaseosa se dispersa en una fase líquida continua del disolvente.

10. El proceso de la reivindicación 9, **caracterizado** porque

las burbujas de gas dispersadas en la fase continua tienen un diámetro de 10 mm o menor, preferiblemente de 5 mm como máximo.

11. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10, **caracterizado** porque la corriente gaseosa se introduce en una unidad de absorción en una sección inferior de la unidad de absorción y la fase de disolvente líquido entra en la unidad de absorción en una posición situada aguas arriba con respecto a la localización de entrada de la corriente gaseosa en la unidad de absorción, con lo cual la corriente gaseosa y el disolvente pasan por la unidad de absorción en contracorriente y la fase de disolvente líquido sale de la unidad de absorción en una posición situada por debajo de la entrada de la corriente gaseosa en la unidad de absorción.

12. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 9-11, **caracterizado** porque la unidad de absorción opera como una columna de borboteo.

13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 9-12, **caracterizado** porque la corriente gaseosa se introduce en la unidad de absorción a través de un sistema de toberas anulares.

14. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 12 y 13, **caracterizado** porque las condiciones de flujo de la unidad de absorción se seleccionan de modo que proporcionan burbujas de gas dispersadas en la fase líquida continua que tienen un diámetro de 10 mm o menos, preferiblemente de 5 mm como máximo.

15. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 11-14, **caracterizado** porque la unidad de absorción comprende medios de intercambio de calor y/o medios de dispersión de gas.

16. El proceso de la reivindicación 15, **caracterizado** porque están dispuestas bandejas de tamices en la unidad de absorción.

17. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado porque la corriente de disolvente cargada con olefina y óxido de olefina se hace volver a la etapa de reacción o se pasa a una etapa de tratamiento situada aguas abajo de la etapa de reacción.

18. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado porque

la corriente de producto líquido procedente de la etapa de reacción se trata y el disolvente recuperado así obtenido se devuelve en parte a la unidad de absorción y en parte a la etapa de reacción.

19. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado porque

la olefina es una olefina que tiene 2-6 átomos de carbono, preferiblemente propileno.

20. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado porque

el disolvente se selecciona de entre alcoholes, glicoles, éteres cíclicos, glicol-éteres y cetonas, y es preferiblemente metanol.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

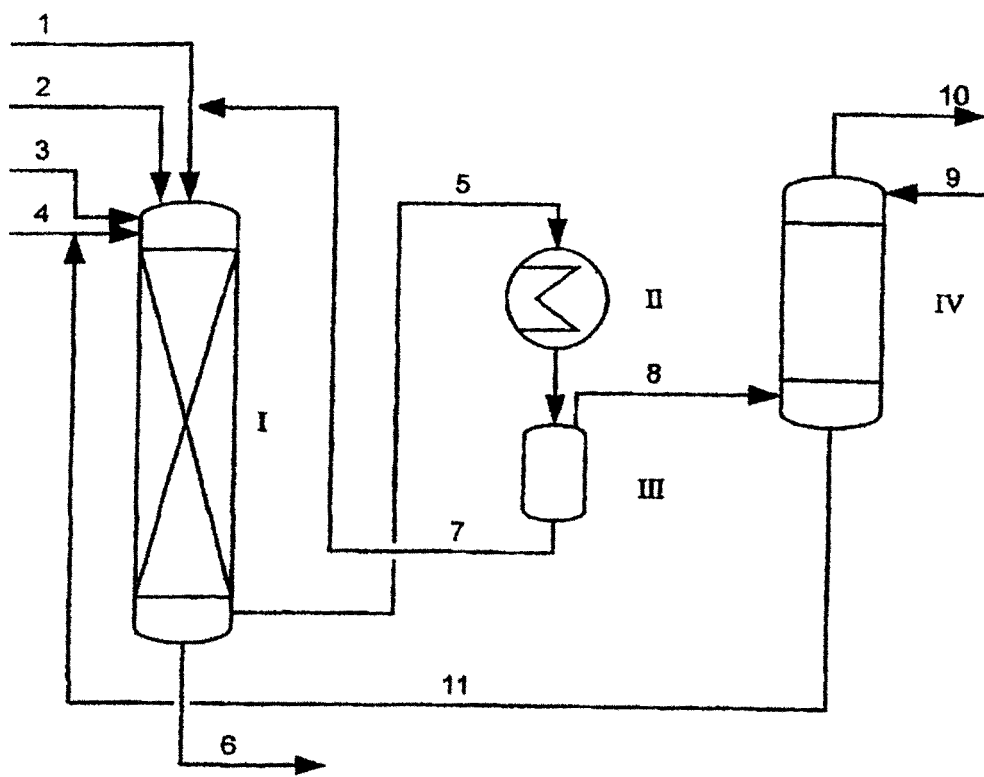


Fig. 1