



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本 (11)證書號數：TW I485141 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 05 月 21 日

(21)申請案號：099144226

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 12 月 16 日

(51)Int. Cl. : C07D301/10 (2006.01)

C07D301/36 (2006.01)

(30)優先權：2009/12/17 美國

61/287,393

(71)申請人：科學設計股份有限公司 (美國) SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC. (US)
美國

(72)發明人：賽克斯 霍華 SACHS, HOWARD (US)；洛克基 安德傑 ROKICKI, ANDRZEJ (AT)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW I283242

TW 200521121

TW 200918513

審查人員：林美君

申請專利範圍項數：13 項 圖式數：0 共 20 頁

(54)名稱

環氧化反應的起動方法

PROCESS FOR EPOXIDATION START-UP

(57)摘要

一種用於起動乙烯之環氧化反應之方法，其包含：在環氧化觸媒存在下，於溫度約 180°C 至約 210°C，藉由令含有乙烯和氧的供料氣體組成物反應而引發環氧化反應；在該供料氣體組成物中添加約 0.05 ppm 至約 2 ppm 減速劑；將該第一溫度提高至約 240°C 至約 250°C 的第二溫度，歷時約 12 小時至約 60 小時；和維持於第二溫度達約 50 小時至約 150 小時。

A method for the start-up of a process for the epoxidation of ethylene comprising: initiating an epoxidation reaction by reacting a feed gas composition containing ethylene, and oxygen, in the presence of an epoxidation catalyst at a temperature of about 180 °C to about 210 °C; adding to the feed gas composition about 0.05 ppm to about 2 ppm of moderator; increasing the first temperature to a second temperature of about 240°C to about 250°C, over a time period of about 12 hours to about 60 hours; and maintaining the second temperature for a time period of about 50 hours to about 150 hours.

863113

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：099144226

※申請日：099 年 12 月 16 日

※IPC 分類：

C07D301/10

(2006.01)

301/36

(2006.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

環氧化反應的起動方法

Process for epoxidation start-up

二、中文發明摘要：

一種用於起動乙烯之環氧化反應之方法，其包含：在環氧化觸媒存在下，於溫度約 180℃ 至約 210℃，藉由令含有乙烯和氧的供料氣體組成物反應而引發環氧化反應；在該供料氣體組成物中添加約 0.05 ppm 至約 2 ppm 減速劑；將該第一溫度提高至約 240℃ 至約 250℃ 的第二溫度，歷時約 12 小時至約 60 小時；和維持於第二溫度達約 50 小時至約 150 小時。

三、英文發明摘要：

A method for the start-up of a process for the epoxidation of ethylene comprising: initiating an epoxidation reaction by reacting a feed gas composition containing ethylene, and oxygen, in the presence of an epoxidation catalyst at a temperature of about 180 °C to about 210 °C; adding to the feed gas composition about 0.05 ppm to about 2 ppm of moderator; increasing the first temperature to a second temperature of about 240°C to about 250°C, over a time period of about 12 hours to about 60 hours; and maintaining the second temperature for a time period of about 50 hours to about 150 hours.

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：無。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關一種環氧化反應的起動方法。

【先前技術】

雖然以微量存在於自然環境中，環氧乙烷首次於 1859 年由法國化學家 Charles-Adolphe Wurtz 使用所謂的“氯乙醇”法，在實驗室環境中合成。但是，在 Wurtz 的時代，未完全瞭解環氧乙烷作為工業化學品的用途；因此，直到第一次世界大戰前才開始使用氯乙醇法以工業規模製造環氧乙烷，此至少一部分係因為在迅速成長的汽車市場中對於作為抗凍劑的乙二醇（其中，環氧乙烷為其中間產物）的需求迅速提高之故。即使如此，氯乙醇法製得的環氧乙烷相當少量且極不經濟。

氯乙醇法自然地被另一種由另一位法國化學家 Théodore Lefort 於 1931 年發現的方法所替代，其中乙烯與氧進行直接催化性氧化反應，此為環氧乙烷合成的第二次突破。Lefort 使用固態銀觸媒和包括乙烯的氣相供料並利用空氣作為氧來源。

在 80 年代，由於開發出直接氧化法，環氧乙烷之製造顯著提高，使得今日，其為化學工業的最大量產物之一，藉由一些估計，其佔藉雜相氧化反應製得之有機化學品之總產值的一半。2000 年的世界產量約 15 億公噸（所製得的環氧乙烷的約三分之二進一步加工成乙二醇，而製得

的環氧乙烷的約 10%直接用於如蒸汽滅菌應用）。

環氧乙烷的產製成長伴隨對於環氧乙烷催化和加工的持續強烈需求，後者為工業和學術研究者皆極感興趣的標的。近年來，特別感興趣的是使用所謂的“高選擇率觸媒”（即，以銀為底質的環氧化觸媒，其含有少量的“促進”元素（如銻或鉍））於製造環氧乙烷時之適當的操作和處理參數。

由於含 Re 觸媒須要起動期間以達最高選擇率，所以關於這些含 Re 觸媒，對於定出最適起動（亦稱為“引發”或“活化”）條件極感興趣。

引發程序於之前已揭示於 Lauritzen 等人的美國專利案第 4,874,879 號和 Shanker 等人的美國專利案第 5,155,242 號，此二者揭示下列起動法：其中含 Re 觸媒經預氯化，之後將氧引至供料和觸媒中以及在氯化物存在下，於溫度低於操作溫度時，進行“預浸”。雖然報導指出使用這些方法觸媒總性能有一些改良，但是預浸和適應條件仍在可以在將氧加至供料中之後開始之正常的環氧乙烷產製之前造成實質上延遲。此延遲會部分或完全抹殺觸媒之選擇率性能提高的優點。此外，欲降低對於因為在預浸階段期間內的過度氯化而造成之觸媒性能的有害影響，通常須進行額外的氯移除步驟，此處，於提高溫度使用乙烯（或一些其他適當的烴，如乙烷）以自觸媒表面移除一些氯化物。

所提出之起動法的更近的例子揭示於 Lockemeyer 等

人的美國專利案第 7,102,022 號，其揭示令含 Re 觸媒床與包含氧的供料接觸並使觸媒床溫度維持於高於 260℃ 達最多 150 小時。同樣地，雖然藉此方法得到觸媒性能的一些改良，此方法亦有些固有缺點，尤其是起動期間內須要高溫。

因此，揭示於前述先前公告案之用以活化含 Re 的環氧化觸媒之處理方法可提供觸媒性能之一些改良，但亦具有前述的數個缺陷。此外，最適活化法能夠賦予含 Re 環氧化觸媒的選擇率之改良，但尚未完全揭露全幅活化法。基於這些原因，先前技術中對於用於烯烴環氧化反應之改良的活化程序仍有持續需求存在。

【發明內容】

發明總論

本發明係關於一種用於起動乙烯之環氧化反應之方法，其包含下列步驟：在環氧化觸媒存在下，於溫度約 180℃ 至約 210℃，藉由令含有乙烯和氧的供料氣體組成物反應而引發環氧化反應；在該供料氣體組成物中添加約 0.05 ppm 至約 2 ppm 減速劑 (moderator)；將該第一溫度提高至約 240℃ 至約 250℃ 的第二溫度，歷時約 12 小時至約 60 小時；和維持於第二溫度達約 50 小時至約 150 小時。

發明之詳細說明

除非另指明，否則此處使用之所有的份數、百分比和

比率皆以體積表示。茲將此處所列所有文獻列入參考。本發明係針對烯烴形成烯烴氧化物的氣相環氧化反應，其藉由令含 Re 之以銀為底質的觸媒與至少含有氧、烯烴和含氯減速劑之供料在反應器中接觸。本發明已發現，藉由使用起動法和特定的氯化物含量範圍、溫度和處理時間，則含 Re 之以銀為底質的觸媒將具有最高選擇率和活性性能。

如前述者，在以銀為底質的觸媒存在下，氯減速劑作為烯烴形成烯烴氧化物之氣相環氧化反應的一部分。現將更詳細地描述以銀為底質的觸媒和環氧化法。

以銀為底質的環氧化觸媒

以銀為底質的環氧化觸媒包括載體、至少催化有效量的銀或含銀化合物；亦任意存在的是促進量的銻或含銻化合物；亦任意存在的是促進量的一或多種鹼金屬或含鹼金屬的化合物。所用載體可選自多種固態耐火載體，其可為多孔且可提供較佳的孔洞結構。氧化鋁已知可作為烯烴之環氧化反應的觸媒載體且係較佳載體。此載體可包含例如下列的材料： α -氧化鋁、炭、浮石、氧化鎂、氧化鋯、氧化鈦、矽藻土、漂白土、碳化矽、氧化矽、碳化矽、黏土、人造沸石、天然沸石、二氧化矽和 / 或二氧化鈦、陶瓷和其組合。此載體可包含至少約 95 重量% α -氧化鋁；較佳地，至少約 98 重量% α -氧化鋁。其餘組份可包括 α -氧化鋁以外的無機氧化物，如氧化矽、鹼金屬氧化物（如

氧化鈉) 和微量的其他含金屬或含非金屬的添加劑或雜質。

無論所用載體的特性，其通常製成粒子、大塊、片、丸、環、球、車輪狀、交錯分割的中空筒等，其具有適用於固定床環氧化反應器的尺寸。載體粒子較佳具有對等直徑範圍約 3 毫米至約 12 毫米，且更佳範圍約 5 毫米至約 10 毫米。（對等整直徑是指所用載體粒子具有相同外表面的球之直徑（即，忽略粒子的孔洞中的表面）對體積的比）。

適當載體可得自 Saint-Gobain Norpro Co., Sud Chemie AG, Noritake Co., CeramTec AG 和 Industrie Bitossi S.p.A。未限於其中所含的特定組成物和調合物，載體組成物的進一步資訊及其製法可見於美國專利公開案第 2007/0037991 號。

爲了製造用於烯烴轉化成烯烴氧化物之氧化反應的觸媒，在具有前述特性的載體之表面上提供催化有效量的銀。此觸媒係藉由令該載體以溶於適當溶劑中的銀化合物、錯合物或鹽浸漬至足以令銀先質化合物澱積在載體上的方式製備。較佳地，使用銀的水溶液。

促進量的銻，其可爲含銻化合物或含銻錯合物，亦可澱積在載體上，此發生於銀澱積之前、當時或之後。銻促進劑的量以載體的觸媒總重計爲約 0.001 重量%至約 1 重量%，較佳約 0.005 重量%至約 0.5 重量%，且更佳約 0.01 重量%至約 0.1 重量%，此以銻金屬表示。

可以在澱積銀和銻之前、當時或之後澱積於載體上之額外組份係促進量的鹼金屬或二或更多種鹼金屬之混合物，及任意之促進量的第 IIA 族鹼土金屬組份或二或更多種第 IIA 族鹼土金屬組份之混合物，和 / 或過渡金屬組份或二或更多種過渡金屬組份之混合物，所有的這些可為溶於適當溶劑中的金屬離子、金屬化合物、金屬錯合物和 / 或金屬鹽形式。載體可以同時或在個別步驟中以各式各樣的觸媒促進劑浸漬。相較於銀和載體和無或僅一種促進劑之相同組合，本發明之載體、銀、鹼金屬促進劑、銻組份、和任意的額外促進劑之特別的組合將提供一或多種催化性質之改良。

此處所謂之觸媒的某些組份的“促進量”是指當相較於不含該組份的觸媒時，有效地改良觸媒的催化性能之組份含量。當然，在其他因素中，所用的確實濃度將取決於所欲銀含量、載體本質、液體黏度、將促進劑輸送至浸漬液所用之特別的化合物之溶解度。催化性質的例子尤其包括操作性（耐脫離性）、選擇率、活性、轉化率、安定性和產率。嫻於此技術者瞭解個別催化性質中之一或多者可藉“促進量”增進，且同時增進或不增進或甚至減低其他的催化性質。

適當的鹼金屬促進劑可選自鋰、鈉、鉀、銣、鉍、或它們的組合，鉍為較佳者，且鉍與其他鹼金屬之組合為特別佳者。澱積或存在於載體上的鹼金屬量係為促進量。以觸媒總重計，以金屬表示，較佳地，此量由約 10 ppm 至

約 3000 ppm，更佳約 15 ppm 至約 2000 ppm，又更佳約 20 ppm 至約 1500 ppm，且特別佳約 50 ppm 至約 1000 ppm。

適當的鹼土金屬促進劑包含元素週期表第 IIA 族元素，其可為鈹、鎂、鈣、鋇和鋇、或它們的組合。適當的過渡金屬促進劑包含元素週期表第 IVA、VA、VIA、VIIA 和 VIIIA 族元素和它們的組合。最佳地，過渡金屬包含選自元素週期表第 IVA、VA 或 VIA 的元素。可存在的較佳過渡金屬包括鉬、鎢、鉻、鈦、鉛、鋅、釩、鉭、鈮、或它們的組合。

澱積在載體上之鹼土金屬促進劑和 / 或過渡金屬促進劑的量係為促進量。過渡金屬促進劑基本上存在量約 0.1 微莫耳 / 克總觸媒至約 10 微莫耳 / 克總觸媒，較佳約 0.2 微莫耳 / 克總觸媒至約 5 微莫耳 / 克總觸媒，且更佳約 0.5 微莫耳 / 克總觸媒至約 4 微莫耳 / 克總觸媒，此以金屬表示。此觸媒可進一步包含促進量的一或多種硫化合物、一或多種磷化合物、一或多種硼化合物、一或多種含鹵素化合物、或它們的組合。

用以浸漬載體的銀溶液亦可包含任意的溶劑或錯合 / 助溶劑，如先前技術已知者。多種溶劑或錯合 / 助溶劑可用以幫助銀在浸漬介質中溶解至所欲濃度。有用的錯合 / 助溶劑包括胺、氨、草酸、乳酸和它們的組合。胺包括具 1 至 5 個碳原子的烷二胺。一個較佳具體實施例中，溶液包含草酸銀和乙二胺之水溶液。相對於每莫耳銀而言，錯

合 / 助溶劑在浸漬液中的存在量可為約 0.1 至約 5.0 莫耳 / 莫耳銀，較佳約 0.2 至約 4.0 莫耳 / 莫耳銀，更佳約 0.3 至約 3.0 莫耳 / 莫耳銀。

使用溶劑時，其可為有機溶劑或水，且可為極性或實質上或整體非極性者。通常，此溶劑應具有足夠的溶解力以溶解溶液的組份。同時，較佳地，選擇溶劑以免對溶解的促進劑有不欲的影響或與溶解的促進劑作用。每個分子具 1 至約 8 個碳原子之以有機物為底質的溶劑為較佳者。可以使用數種有機溶劑之混合物或有機溶劑與水之混合物，只要此混合溶劑具有所述的作用即可。

銀在浸漬液中的濃度基本上在約 0.1 重量%至所用特別的溶劑 / 助溶劑所提供之最高溶解度的範圍內。通常非常適合使用含有 0.5 重量%至 45 重量%銀的溶液，濃度為 5 至 35 重量%銀較佳。

選用的載體之浸漬係使用任一種慣用方法達成；例如，過量溶液浸漬、初步潤濕浸漬、噴塗等。基本上，載體材料與含銀溶液接觸直到載體吸收足量的溶液。較佳地，用以浸漬多孔載體之含銀溶液的量不超過填滿載體孔洞所須的量。可以使用單一浸漬步驟或一系列浸漬步驟，其可以有或無立即乾燥，此部分取決於溶液中之銀組份的濃度。浸漬程序述於，例如，美國專利案第 4,761,394、4,766,105、4,908,343、5,057,481、5,187,140、5,102,848、5,011,807、5,099,041 和 5,407,888 號。可以使用各式各樣促進劑之已知的預澱積、共澱積和後澱積步驟。

載體以含銀化合物（即，銀先質）、銻組份、鹼金屬組份和任意的其他促進劑浸漬之後，經浸漬的載體經鍛燒，鍛燒時間足以將含銀化合物轉化成活性銀物種，及自經浸漬的載體移除揮發性組份以得到觸媒先質。此鍛燒可藉加熱此經浸漬的載體而完成，較佳在壓力在約 0.5 至約 35 巴的範圍內，以遞變速率加熱至約 200℃ 至約 600℃ 範圍的溫度。通常，溫度越高，所須加熱期間越短。先前技術建議寬度的加熱期間範圍；如美國專利案第 3,563,914 號揭示加熱低於 300 秒，而美國專利案第 3,702,259 號揭示於溫度由 100℃ 至 375℃ 加熱 2 至 8 小時，通常期間約 0.5 至約 8 小時。但是，唯一重要的是，加熱時間與溫度有關，使得所含之所有的銀實質上轉化成活性銀物種。連續或逐步加熱均可用於此目的。

鍛燒期間內，經浸漬的載體可暴於包含惰性氣體或惰性氣體與約 10 ppm 至約 21 體積%含氧的氧化性組份之混合物的氣體環境。就本發明之目的，惰性氣體定義為實質上不會與觸媒或觸媒先質在選用於鍛燒的條件下反應之氣體。觸媒製造的進一步資訊可見於前述美國專利公開案第 2007/0037991 號。

環氧化法

環氧化法可藉由令含氧氣體與烯烴（較佳為乙烯）在前述觸媒存在下連續接觸的方式進行。氧可以實質上純分子形式或混合物（如空氣）形式供應至反應。例如，反應

物供料混合物可含有約 0.5%至約 45%乙烯和約 3%至約 15%氧，餘者包含相對惰性的材料，例如二氧化碳、水、惰性氣體、其他烴和前述反應減速劑。惰性氣體的非限制例包括氮、氬、氦和其混合物。其他烴的非限制例包括甲烷、乙烷、丙烷和其混合物。二氧化碳和水係環氧化法的副產物及供料氣體中的常見污染物。此二者對於觸媒皆具有負面影響，因此，這些組份的濃度通常維持最低。

亦存在於反應中的是一或多種氯減速劑，其非限制例包括有機鹵化物，如 C_1 至 C_8 鹵化烴；特別佳者是甲基氯、乙基氯、二氯乙烷和氯乙烯或其混合物。亦適合的是不含氯的氯來源，如全鹵化烴和氯氣係氣相環氧化法中之特別有效的減速劑。全鹵化烴是指其烴中之所有的氫原子均經鹵素原子取代的有機分子；適當的例子是三氯氟甲烷和全氯乙烯。重要的是，控制減速劑的濃度以平衡一些競爭性能；例如，得到活性經改良的減速劑濃度可能會同時降低選擇率。對於本發明之含銻觸媒而言，控制減速劑濃度特別重要，此因隨著含銻觸媒老化，必須細心地偵測減速劑的濃度，以使其持續以極小的升幅提高，此因僅能在狹窄的減速劑濃度範圍內得到最適選擇率之故。

乙烯環氧化法的一般方法包含在本發明之觸媒存在下，乙烯與分子氧氣在固定床管狀反應器中進行蒸氣相氧化反應。慣用市售固定床環氧乙烷反應器基本上為多個並聯的伸長管形式（其約是外徑 0.7 至 2.7 英吋，內徑 0.5 至 2.5 英吋，長 15-53 英呎，充滿觸媒）（在適當外殼中）

。此反應器包括使得烯烴氧化物、未使用的反應物、和副產物離開反應槽的反應器出口。

乙烯環氧化法的基本操作條件含括溫度在約 180℃ 至約 330℃ 的範圍內，且較佳地，約 200℃ 至約 325℃，及更佳約 225℃ 至約 280℃。操作壓力變化可由約大氣壓至約 30 大氣壓，取決於所欲質量速度和產能。在本發明範圍中，可以使用較高壓力。在商業規模反應器中的停留時間約 2 至約 20 秒。

使用慣用方法，所得環氧乙烷，其經由反應器出口離開反應器，自反應產物中分離出和回收。用於此發明，乙烯環氧化法可包括氣體再循環，其中實質上所有的反應器流出物在實質上或部分移除環氧乙烷產物和包括二氧化碳的副產物之後，再回到反應器入口。

前述觸媒已顯示，對於乙烯與分子氧氣之轉化為環氧乙烷之氧化反應具有特別的選擇性，特別是乙烯和氧的高轉化率。用以在本發明之觸媒存在時進行此氧化反應的條件廣泛地包含先前技術描述者。此應用於適當溫度、壓力、停留時間、稀釋劑材料、減速劑、和再循環條件，或在不同反應器中施以連續轉化以提高環氧乙烷產率。本觸媒用於乙烯氧化反應不限於使用已經知道有效的特定條件。

僅用於說明之目的，下列者為目前市售環氧乙烷反應器單元的條件：氣體每小時空間速度（GHSV）為 1500-10,000 小時⁻¹，反應器入口壓力為 150-400 psig，冷卻劑溫度為 180-315℃，氧轉化率為 10-60%，EO 產製率（工

作率) 為 7-20 磅 EO / 立方英尺觸媒 / 小時。起動完全之後和正常操作期間內，反應器入口處的供料組成物基本上包含 (體積%) 1-40% 乙烯、3-12% O_2 ；0.3% 至 20%，較佳 0.3 至 5%，更佳 0.3 至 1% CO_2 ；0-3% 乙烷；一或多種前述氫減速劑的量；供料的餘者由氫、甲烷、氮或其混合物所組成。

前面的段落描述環氧化法的基本操作條件；本發明特別針對用於進行環氧乙烷產製之正常操作的含 Re 環氧化觸媒之起動。此起動法中，新鮮的觸媒加熱至足以引發環氧化反應之約 $180^{\circ}C$ 至約 $210^{\circ}C$ 的第一溫度，同時以含有乙烯、氧和適當載氣 (如甲烷或氮，以氮為佳) 的供料氣體組成物對通至環氧乙烷反應器的循環迴路加壓。氧和乙烯於初時先以低濃度存在，如約 1% 至約 4% 乙烯和約 0.3% 至 0.5% 氧。供料組成物亦可含有減速劑，其濃度約 0.05 ppm 至約 2 ppm，較佳約 0.5 ppm 至約 1 ppm；但較佳地，觀察到反應引發之後，立刻添加減速劑。(此段落所提及的所有濃度係以體積計)。

如前述地引發環氧化反應且持續反應之後，溫度自第一溫度逐漸提高至約 $240^{\circ}C$ 至約 $250^{\circ}C$ ，較佳約 $245^{\circ}C$ ，的第二溫度，歷時約 12 小時至約 60 小時。隨著溫度的提高，亦提高供料中的乙烯和氧量以提高環氧乙烷的產量，此以反應器流出物中的 ΔEO 測量，至大於約 0.6%，較佳大於約 1.5%。據此，在此起動法階段的期間內，供料氣體組成物將含有約 4% 至約 20% 乙烯和約 3% 至約 5% 氧。

氮量維持於與先前步驟中相同的含量。

達到第二溫度之後，此溫度維持或保持約 50 小時至 150 小時，在此期間內，進一步提高供料氣體中的乙烯和氧濃度直到達到的環氧乙烷產製量與完全產製量相當，在此期間內， ΔEO 大於約 2.0%，較佳大於約 2.5%，更佳在 2.0%-4.0% 的範圍內。此時，乙烯和氧量將接近或為最終操作條件，且環氧乙烷產製量在此步驟完成時與完全產製量相當，此環氧化法將於這些條件下連續操作。

亦在此維持期間內，觸媒的選擇率提高至介於 85% 至 90%。若此維持期間內，觸媒選擇率維持低於所欲者，則氮量可以遞增的方式調整以維持選擇率的遞增。本發明中所提的起動法得以添加額外的氮減速劑，以提供小量地向上調節選擇率，且不會因為“過度氮化”而損及觸媒活性或其他觸媒性能。

【實施方式】

將以下列非限制例更詳細地說明本發明。

7 毫米含銻觸媒粒引至具有單一個外徑 1 英吋管之含具 7.2 米觸媒床的反應器中。此觸媒在 N_2 氣體下自常溫加熱至 $200^\circ C$ ，且達到 $200^\circ C$ 之後，供料氣體設定為 3% C_2H_4 、0.3%-0.5% O_2 和 1% CO_2 （餘者持續為氮）。另添加 1 ppm 乙基氮減速劑。之後的 52 小時中，溫度提高至 $245^\circ C$ ，且在此階段增加 C_2H_4 和 O_2 以提高流出物中的環氧乙烷之產製，同時維持 CO_2 固定為 1% 和氮化物為 1

ppm。達 245℃ 之後，繼續維持於此溫度 59 小時，此時，進一步提高 C₂H₄ 和 O₂ 直到達到 ΔEO 為 2.2%。

嫻於此技術者瞭解能夠在不背離本發明之廣泛觀點的情況下，對前述實施例作出改變。因此，瞭解本發明不限於所揭示的特別實施例，而是欲涵蓋在藉所附申請專利範圍所界定之本發明的精神和範圍內之修飾。

七、申請專利範圍：

1. 一種用於起動乙烯的環氧化反應之方法，其包含：

在環氧化觸媒存在下，於溫度約 180℃ 至約 210℃，藉由令含有乙烯和氧的供料氣體組成物反應而引發環氧化反應，其中該環氧化觸媒是含銻(Re)之以銀為底質的觸媒；

在溫度約 180℃ 至約 210℃ 下引發該環氧化反應之後，於該供料氣體組成物中添加約 0.05 ppm 至約 2 ppm 減速劑；

將該第一溫度提高至約 240℃ 至約 250℃ 的第二溫度，歷時約 12 小時至約 60 小時；及

維持於該第二溫度達約 50 小時至約 150 小時。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該減速劑以約 0.5 ppm 至約 1 ppm 的濃度存在。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該減速劑係有機鹵化物。

4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該減速劑係選自 C₁ 至 C₈ 鹵化烴。

5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該減速劑係選自甲基氯、乙基氯、二氯乙烷和氯乙烯。

6. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該減速劑係選自氯氣和全鹵化烴。

7. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在引發步驟期間內，該供料氣體組成物含有約 1% 至約 4% 乙烯、和約

0.3%至 0.5%氧。

8.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在提高步驟期間內，該供料氣體含有約 4%至約 20%乙烯和約 3%至約 5%氧。

9.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第二溫度係約 245℃。

10.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在該維持步驟的期間內， ΔEO 高於約 2.0%。

11.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在該維持步驟的期間內， ΔEO 係由約 2.0%至約 4.0%。

12.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在該維持步驟的期間內，達到的環氧乙烷產製量與完全產製量相當。

13.如申請專利範圍第 1 項之方法，其中在該維持步驟的期間內，選擇率由約 85%至約 90%。