

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **033968**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2019.12.16**

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

(21) Номер заявки  
**201891221**

(22) Дата подачи заявки  
**2016.11.01**

---

(54) **СПОСОБ ЭПОКСИДИРОВАНИЯ ОЛЕФИНА**

---

(31) **15196528.2**

(56) **WO-A1-2005000827**

(32) **2015.11.26**

(33) **EP**

(43) **2018.12.28**

(86) **PCT/EP2016/076268**

(87) **WO 2017/089074 2017.06.01**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ЭВОНИК ДЕГУССА ГМБХ;  
ТИССЕНКРУПП ИНДАСТРИАЛ  
СОЛЮШНС АГ (DE)**

(72) Изобретатель:  
**Паскали Маттиас, Берц Манфред,  
Брендель Марк, Ян Роберт, Шемель  
Йюрген, Допфер Михаэль (DE)**

(74) Представитель:  
**Веселицкая И.А., Веселицкий М.Б.,  
Кузенкова Н.В., Каксис Р.А., Белоусов  
Ю.В., Куликов А.В., Кузнецова Е.В.,  
Соколов Р.А., Кузнецова Т.В. (RU)**

---

(57) Способ эпоксидирования олефина, проводимый путем непрерывного введения в реакцию олефина с пероксидом водорода в растворителе-метаноле в неподвижном слое катализатора эпоксидирования, включающего титансодержащий цеолит, пероксид водорода используют в виде водного раствора пероксида водорода, полученного по методике с применением антрахинона, водный раствор пероксида водорода смешивают с метанолом и получают загрузочную смесь и эту загрузочную смесь фильтруют до ее введение во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксидирования.

---

**B1**

**033968**

**033968**

**B1**

### **Область техники, к которой относится изобретение**

Изобретение относится к способу эпоксицирования олефина, проводимого путем непрерывного введения в реакцию олефина с пероксидом водорода в растворителе-метаноле в неподвижном слое катализатора эпоксицирования.

### **Уровень техники**

Проводимое в жидкой фазе эпоксицирование олефинов с использованием пероксида водорода, катализируемое титаново-силикатным катализатором в неподвижном слое, описано в EP 0100119A1. Реакцию обычно проводят в растворителе-метаноле для обеспечения высокой скорости протекания реакций и селективности образования продукта. Проведение эпоксицирования в непрерывном режиме обеспечивают путем пропускания смеси, содержащей олефин, пероксид водорода и метанол, через неподвижный слой катализатора эпоксицирования, как это описано в WO 99/28029, WO 01/10855 и EP 1085017A1.

### **Краткое изложение сущности изобретения**

Согласно изобретению было установлено, что, если такое проводимое в непрерывном режиме эпоксицирование с использованием водного раствора пероксида водорода, полученного по методике с применением антрахинона, осуществляют в течение длительного промежутка времени, то на катализаторе могут образовываться отложения, которые невозможно удалить с помощью проведения обычных процедур регенерации катализатора путем промывки растворителем-метанолом или нагревания. Эти отложения уменьшают активность катализатора и могут вызвать неравномерное распределение жидкости в неподвижном слое катализатора и это приводит к возникновению неустойчивого профиля температуры в неподвижном слое, что ухудшает селективность образования эпоксида. Если используют кожух отрубный реактор и смесь, содержащую пероксид водорода и метанол, подают в трубы через отверстия устройства для распределения жидкости, то такие же отложения могут образовываться или накапливаться на отверстиях и засорение отверстий отложениями может привести к неравномерной подаче жидкости в отдельные трубы.

Согласно изобретению также было установлено, что количество таких отложений можно уменьшить или их образование можно избежать путем смешивания раствора пероксида водорода с метанолом и фильтрования полученной смеси до ее использования в реакции эпоксицирования.

Поэтому объектом настоящего изобретения является способ эпоксицирования олефина, проводимый путем непрерывного введения в реакцию олефина с пероксидом водорода в растворителе-метаноле в неподвижном слое катализатора эпоксицирования, включающего титансодержащий цеолит, в котором пероксид водорода используют в виде водного раствора пероксида водорода, полученного по методике с применением антрахинона, водный раствор пероксида водорода смешивают с метанолом и получают загрузочную смесь и эту загрузочную смесь фильтруют до ее введения во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксицирования.

### **Подробное описание изобретения**

В способе, предлагаемом в настоящем изобретении, олефин вводят в реакцию с пероксидом водорода а растворителе-метаноле в неподвижном слое катализатора эпоксицирования, включающего титансодержащий цеолит.

Предпочтительно, если олефином является неразветвленный олефин, более предпочтительно неразветвленный C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-олефин. Олефин может быть замещенным, таким как, например, аллилхлорид. Наиболее предпочтительно, если олефином является пропен. Пропен можно использовать в смеси с пропаном, предпочтительно при отношении количества молей пропана к количеству молей пропена, составляющем от 0,001 до 0,15, и более предпочтительно от 0,08 до 0,12.

Пероксидом водорода, используемым в способе, предлагаемом в настоящем изобретении, является водный раствор пероксида водорода, полученный по методике с применением антрахинона. В методике с применением антрахинона используют рабочий раствор, содержащий по меньшей мере один из следующих: 2-алкилантрахинон, 2-алкилтетрагидроантрахинон, или их смесь, ниже называемые хинонами, и по меньшей мере один растворитель, предназначенный для растворения хинона и гидрохинона. Предпочтительно, если 2-алкилантрахиноном является 2-этилантрахинон (ЭАХ), 2-амилантрахинон (ААХ) или 2-(4-метилпентил)антрахинон (МПАХ) и более предпочтительно, если используют смесь ЭАХ и ААХ и/или МПАХ, в которой молярное содержание хинонов, содержащих этильную группу, составляет от 0,05 до 0,95. Предпочтительно, если рабочий раствор дополнительно содержит соответствующие 2-алкилтетрагидроантрахиноны и предпочтительно, если отношение количества 2-алкилтетрагидроантрахинонов и 2-алкилтетрагидроантрагидрохинонов к количеству 2-алкилантрахинонов и 2-алкилантрагидрохинонов поддерживают в диапазоне от 1 до 20 путем регулирования условий проведения стадий гидрирования и регенерации, используемых в методике с применением антрахинона. Предпочтительно, если рабочий раствор содержит смесь алкилбензолов, содержащих 9 или 10 атомов углерода, используемую в качестве растворителя для антрахинонов, и по меньшей мере один полярный растворитель, выбранный из группы, включающей диизобутилкарбинол (ДИБК), метилциклогексилacetат (МЦА), триоктилфосфат (ТОФ), тетрабутилмочевину (ТБМ) и N-октилкапролактан, используемый в качестве растворителя для антрагидрохинонов, предпочтительными являются ДИБК, МЦА и

ТОФ, и наиболее предпочтительным является ТОФ.

Методика с применением антрахинона представляет собой циклическую методику, включающую стадию гидрирования, на которой водород вводят в реакцию с рабочим раствором в присутствии катализатора гидрирования и происходит превращение по меньшей мере части хинона в соответствующий гидрохинон, последующую стадию окисления, на которой подвергнутый гидрированию рабочий раствор, содержащий гидрохинон, вводят в реакцию с кислородом и получают пероксид водорода и хинон, и стадию экстракции, на которой пероксид водорода экстрагируют водой из подвергнутого окислению рабочего раствора и получают водный раствор пероксида водорода, причем подвергнутый экстракции рабочий раствор возвращают на стадию гидрирования для завершения реакционного цикла.

На стадии гидрирования рабочий раствор вводят в реакцию с водородом в присутствии гетерогенного катализатора гидрирования. В ходе реакции все хиноны или их часть превращается в гидрохиноны. На стадии гидрирования в качестве катализаторов можно использовать все катализаторы гидрирования, известные из предшествующего уровня техники, как предназначенные для циклической методики с применением антрахинона. Предпочтительными являются катализаторы на основе благородных металлов, содержащие в качестве основного компонента палладий. Катализаторы можно использовать в виде неподвижных слоев катализатора или в виде суспендированных катализаторов и суспендированными катализаторами могут являться катализаторы без подложки, такие как палладиевая чернь, или катализаторы, нанесенные на подложку, причем предпочтительными являются нанесенные на подложку суспендированные катализаторы. Для неподвижных слоев катализаторов или для нанесенных на подложку суспендированных катализаторов в качестве материалов подложки можно использовать  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и их смешанные оксиды, а также цеолиты,  $\text{BaSO}_4$  или полисилоксаны, причем предпочтительными являются  $\text{TiO}_2$  и смешанные оксиды  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ . Также можно использовать катализаторы, в виде обладающих монокристаллической или ячеистой структурой формованных изделий, на поверхность которых нанесено покрытие из благородного металла. Гидрирование можно провести в емкостных реакторах с перемешиванием, трубчатых реакторах, реакторах с неподвижным слоем, петлевых реакторах или аэролитных реакторах, которые могут быть снабжены устройствами для подачи водорода в рабочий раствор, такими как статические смесители или впрыскивающие сопла. Предпочтительно, если используют трубчатый реактор с возможностью рециркуляции и снабженный соплом Вентури для впрыскивания водорода в находящееся в реакторе сырье, известный из WO 02/34668. Гидрирование проводят при температуре, равной от 20 до 100°C, предпочтительно от 45 до 75°C, и при давлении, равном от 0,1 до 1 МПа, предпочтительно от 0,2 до 0,5 МПа. Предпочтительно, если гидрирование проводят таким образом, что в основном весь водород, введенный в реактор для гидрирования, расходуется во время одного прохода через реактор. Предпочтительно, если отношение количества водорода к количеству рабочего раствора выбирают таким образом, чтобы превратить от 30 до 80% хинонов в соответствующие гидрохиноны. Если используют смесь 2-алкилантрахинонов и 2-алкилтетрагидроантрахинонов, то предпочтительно, если отношение количества водорода к количеству рабочего раствора выбирают таким образом, что только 2-алкилтетрагидроантрахиноны превращаются в гидрохиноны и 2-алкилантрахиноны остаются в форме хинонов.

На стадии окисления подвергнутый гидрированию рабочий раствор вводят в реакцию с содержащим кислород газом, предпочтительно с воздухом или с обогащенным кислородом воздухом. Для проведения окисления можно использовать все реакторы для окисления, известные из предшествующего уровня техники, как предназначенные для методики с применением антрахинона, предпочтительными являются барботажные колонны, работающие в проточном режиме. Барботажная колонна может не содержать находящихся внутри устройств, однако предпочтительно, если она содержит распределяющие устройства в виде насадок или сетчатых тарелок, наиболее предпочтительными являются сетчатые тарелки в комбинации с внутренними охлаждающими устройствами. Окисление проводят при температуре, равной от 30 до 70°C, предпочтительно от 40 до 60°C. Предпочтительно, если окисление проводят с использованием избытка кислорода, чтобы превратить более 90%, предпочтительно более 95% гидрохинонов в хиноны.

На стадии экстракции подвергнутый окислению рабочий раствор, содержащий растворенный пероксид водорода, экстрагируют водным раствором и получают водный раствор пероксида водорода и экстрагированный подвергнутый окислению рабочий раствор, в основном не содержащий пероксид водорода. Предпочтительно, если для экстракции пероксида водорода используют деионизированную воду, которая необязательно может содержать добавки, предназначенные для стабилизации пероксида водорода, регулирования значения pH и/или защиты от коррозии. Предпочтительно, если водный раствор, используемый для экстракции пероксида водорода из рабочего раствора, содержит фосфорную кислоту при концентрации, равной от 50 до 500 мас.ч./млн. Предпочтительно, если экстракцию проводят в противоточной экстракционной колонне непрерывного действия, наиболее предпочтительными являются колонны с сетчатыми тарелками. Водный раствор пероксида водорода, полученный путем экстракции, можно использовать непосредственно в реакции эпоксицирования или его можно концентрировать путем отгонки воды при пониженном давлении, предпочтительно до обеспечения концентрации, равной от 40 до 70 мас.%. Водный раствор пероксида водорода, полученный путем экстракции, также можно очистить, предпочтительно путем промывки растворителем, который предпочтительно является растворите-

лем, содержащимся в рабочем растворе.

Предпочтительно, если методика с применением антрахинона включает по меньшей мере одну дополнительную стадию, предназначенную для регенерации рабочего раствора, на которой побочные продукты, полученные в ходе проведения методики, превращают в хиноны. Регенерацию проводят путем обработки подвергнутого гидрированию рабочего раствора оксидом алюминия или гидроксидом натрия, предпочтительно с использованием обводного контура, не включенного в оборудование для циклической методики. В дополнение к регенерации подвергнутого гидрированию рабочего раствора в обводном контуре можно регенерировать экстрагированный подвергнутый окислению рабочий раствор с использованием оксида алюминия, гидроксида натрия или органического амина. Подходящие методики регенерации рабочего раствора в методике с применением антрахинона известны из предшествующего уровня техники.

В способе, предлагаемом в настоящем изобретении, олефин вводят в реакцию с пероксидом водорода в растворителе-метаноле. В качестве метанола можно использовать метанол технической чистоты, поток растворителя, извлеченный при обработке реакционной смеси, полученной при реакции эпоксицирования, или смесь их обоих. Метанол может содержать незначительные количества других растворителей, таких этанол, причем предпочтительно, если количество таких других растворителей составляет менее 2 мас.%. Предпочтительно, если в реакции эпоксицирования растворитель-метанол используют при отношении его массы к массе водного раствора пероксида водорода, составляющем от 0,5 до 20.

Предпочтительно, если олефин используют при отношении количества молей олефина к количеству молей пероксида водорода, составляющем от 1,1:1 до 30:1, более предпочтительно от 2:1 до 10:1 и наиболее предпочтительно от 3:1 до 5:1. Предпочтительно, если реакцию эпоксицирования проводят при температуре, равной от 30 до 80°C, более предпочтительно от 40 до 60°C. Предпочтительно, если реакцию эпоксицирования проводят при давлении, превышающем давление пара олефина при температуре проведения реакции, чтобы поддерживать олефин растворенным в растворителе-метаноле или, чтобы он содержался в виде отдельной жидкой фазы. Предпочтительно, если реакцию эпоксицирования проводят с добавлением аммиака для повышения селективности образования эпоксида, как это описано в EP 0230949A2. Предпочтительно, если аммиак добавляют в количестве, составляющем от 100 до 3000 ч./млн в пересчете на массу пероксида водорода.

Если олефином является пропен, то предпочтительно, если давление при проведении реакции эпоксицирования равно от 1,9 до 5,0 МПа, более предпочтительно от 2,1 до 3,6 МПа и наиболее предпочтительно от 2,4 до 2,8 МПа. Предпочтительно, если пропен используют в избыточном количестве, достаточном для поддержания наличия дополнительной обогащенной пропенем жидкой фазы в ходе реакции эпоксицирования. Использование избытка пропена при высоком давлении обеспечивает высокие скорость реакции и степень превращения пероксида водорода и в то же время высокую селективность образования пропеноксида.

Олефин в непрерывном режиме вводят в реакцию с пероксидом водорода в неподвижном слое катализатора эпоксицирования, включающего титансодержащий цеолит. Подходящие титансодержащие цеолиты содержат в кристаллической решетке атомы титана в положениях атомов кремния. Предпочтительно, если используют титаново-силикалитный катализатор, предпочтительно обладающий кристаллической структурой MFI или MEL. Наиболее предпочтительно если используют титаново-силикалитный катализатор 1, обладающий структурой MFI, известный из EP 0100119A1. Предпочтительно, если титаново-силикалитный катализатор используют в виде формованного катализатора, находящегося в виде гранул, экструдатов или формованных материалов. Формованный катализатор может содержать от 1 до 99% материала связующего или носителя, подходящими являются все материалы связующих и носителей, которые не вступают в реакцию с пероксидом водорода или пропенксидом в условиях проведения реакции, используемых при эпоксицировании, причем в качестве связующего предпочтительным является диоксид кремния. В качестве неподвижных слоев катализаторов предпочтительно использовать экструдаты диаметром от 1 до 5 мм. Количество используемого катализатора может меняться в широких пределах и его предпочтительно выбирать таким, чтобы при использованных условиях проведения реакции эпоксицирования расход пероксида водорода, превышающий 90%, предпочтительно превышающий 95%, устанавливался за время, составляющее от 1 мин до 5 ч.

Предпочтительно, если реакцию эпоксицирования проводят в реакторе с неподвижным слоем путем пропускания смеси, содержащей олефин, пероксид водорода и метанол, над неподвижным слоем, содержащим формованный титаново-силикалитный катализатор. Предпочтительно, если реактор с неподвижным слоем снабжен охлаждающими устройствами и его охлаждают жидкой охлаждающей средой. Если олефином является пропен, то предпочтительно, если температурный режим внутри этого реактора поддерживают таким, чтобы температура охлаждающей среды в охлаждающих устройствах составляла не ниже 40°C и максимальная температура в слое катализатора не превышала 60°C, предпочтительно 55°C. Предпочтительно, если смесь для реакции эпоксицирования пропускают через слой катализатора в виде нисходящего потока, предпочтительно с поверхностной скоростью, равной от 1 до 100 м/ч, более предпочтительно равной от 5 до 50 м/ч, наиболее предпочтительно равной от 5 до 30 м/ч. Поверхностная скорость определена, как отношение (объемная скорость потока)/(поперечное сечение слоя катализатора).

Кроме того, предпочтительно, если смесь пропускают через слой катализатора при часовой объемной скорости жидкости (ЧОСЖ), равной от 1 до 20 ч<sup>-1</sup>, предпочтительно равной от 1,3 до 15 ч<sup>-1</sup>. Во время реакции эпоксицирования особенно предпочтительно поддерживать слой катализатора в режиме орошения. Условия, подходящие для поддержания режима орошения во время реакции эпоксицирования, раскрыты в WO 02/085873, от стр. 8 строка 23 до стр. 9 строка 15. Если олефином является пропен, то предпочтительно, если реакцию эпоксицирования проводят с использованием неподвижного слоя катализатора, поддерживаемого в режиме орошения, при давлении, близком к давлению пара пропена при температуре проведения реакции, с использованием избытка пропена, что обеспечивает получение реакционной смеси, содержащей две жидкие фазы, обогащенную метанолом фазу и обогащенную пропеном жидкую фазу. Для обеспечения протекания эпоксицирования в непрерывном режиме при регенерации катализатора эпоксицирования можно использовать два или большее количество реакторов с неподвижным слоем, расположенных параллельно или последовательно. Регенерацию катализатора эпоксицирования можно провести путем прокаливанию, путем обработки нагретым газом, предпочтительно содержащим кислород газом, или путем промывки растворителем, предпочтительно путем периодической регенерации, описанной в WO 2005/000827. Также можно использовать комбинацию разных методик регенерации.

В способе, предлагаемом в настоящем изобретении, водный раствор пероксида водорода смешивают с метанолом и получают загрузочную смесь и эту загрузочную смесь фильтруют до ее введения во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксицирования. Загрузочная смесь может содержать весь метанол или часть метанола, используемого для реакции эпоксицирования. Предпочтительно, если водный раствор пероксида водорода смешивают по меньшей мере с 50% метанола, используемого для реакции олефина с пероксидом водорода, более предпочтительно по меньшей мере с 80% метанола, и получают загрузочную смесь, которую фильтруют.

Предпочтительно, если загрузочную смесь фильтруют через фильтрующий материал, обладающий средним размером пор, равным от 0,1 до 50 мкм, более предпочтительно от 1 до 50 мкм. Можно использовать любой фильтрующий материал, который является достаточно стабильным по отношению к пероксиду водорода и метанолу и не вызывает разложения пероксида водорода. Предпочтительно, если фильтрующий материал изготовлен из ароматических полиамидов, полиолефинов, полиамидов, фторированных полимеров, спеченных металлических порошков, или, если используют комбинации этих материалов. Подходящие фильтрующие материалы выпускаются фирмами 3M и Pall. Наиболее предпочтительно, если фильтрующий материал изготовлен из полипропилена или из полиамида, полученного из 1,3-диаминобензола и бензол-1,3-дикарбоновой кислоты, выпускающегося под торговым названием Nomex®.

Предпочтительно, если профильтрованную загрузочную смесь смешивают с олефином до ее введения во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксицирования. Смешивание можно провести в линии для подачи сырья с использованием вихревого потока или в специальном смесителе, таком как статический смеситель. Смешивание также можно провести путем пропускания профильтрованной загрузочной смеси, олефина и необязательно других потоков сырья через слой инертного твердого вещества, такой как слой стеклянных гранул, расположенный после неподвижного слоя катализатора эпоксицирования.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения неподвижный слой катализатора эпоксицирования помещают в трубы вертикально расположенного кожухотрубного реактора и профильтрованную загрузочную смесь подают в верхние части указанных труб через отверстия устройства для распределения жидкости. Предпочтительно, если потоки сырья и условия проведения реакции выбирают таким образом, чтобы поддерживать слой катализатора в режиме орошения, как это описано выше. Подходящие устройства для распределения жидкости известны из предшествующего уровня техники и они имеются в продаже.

Олефин можно добавить к загрузочной смеси, содержащей водный раствор пероксида водорода и метанол, до проведения ее фильтрования, если полученная смесь представляет собой одну жидкую фазу. Альтернативно, профильтрованную загрузочную смесь можно объединить с олефином до ее подачи в верхние части труб. В качестве другой альтернативы, профильтрованную загрузочную смесь и олефин можно подавать в верхние части труб через отверстия двух отдельных устройств для распределения жидкости, что является предпочтительным в случае, если олефин используют в количестве, превышающем количество, которое может быть растворено в профильтрованной загрузочной смеси. Устройства для распределения жидкостей, подходящие для раздельной подачи двух жидкостей в реакционные трубы кожухотрубного реактора известны из предшествующего уровня техники, например, из WO 2005/025716.

Предпочтительно, если загрузочную смесь фильтруют через фильтрующее устройство, которое включает фильтрующий материал и газовый сепаратор, расположенный после указанного фильтрующего материала. Газовый сепаратор продувают инертным газом. Подходящими инертными газами являются азот, благородные газы, диоксид углерода и их смеси, предпочтительным является азот. Инертный газ используют в количестве, достаточном для поддержания концентрации кислорода в продувочном газе, равной менее 5 об.%. Количество инертного газа, используемого для продувки газового сепаратора

можно регулировать путем измерения концентрации кислорода в продувочном газе. Использование газового сепаратора, продуваемого инертным газом, предотвращает образование легко воспламеняющейся газовой фазы в фильтрующем устройстве, содержащего кислород газа, образующегося при разложении пероксида водорода.

Предпочтительно, если фильтрующее устройство, используемое для фильтрации загрузочной смеси, включает датчик температуры, датчик давления и предохранительный клапан, соединенный с загрузочной емкостью, и предохранительный клапан открывают для опорожнения фильтрующего устройства, когда температура или давление в фильтрующем устройстве превышает предельное безопасное значение. Подходящими предельными безопасными значениями для температуры или давления в фильтрующем устройстве являются 75°C и 5 МПа. Предпочтительно, если разгрузочная емкость содержит водный раствор, содержащий стабилизатор пероксида водорода. Опорожнение фильтрующего устройства с использованием предохранительного клапана, когда температура или давление в фильтрующем устройстве превышает предельное безопасное значение, предотвращает неконтролируемое разложение пероксида водорода в фильтрующем устройстве, которое может привести к повреждению корпуса фильтрующего устройства и, соответственно, вытеканию метанола. Перенос содержимого фильтрующего устройства в разгрузочную емкость, содержащую стабилизатор пероксида водорода уменьшает степень разложения пероксида водорода до такого значения, что при этом предотвращается неконтролируемое разложение, которое может привести к образованию больших объемов легко воспламеняющихся смесей кислорода и паров метанола.

Олефиноксид, образовавшийся в ходе реакции эпоксицирования, можно выделить из смеси для реакции эпоксицирования, по методикам, известным из предшествующего уровня техники, таким как дистилляция или экстрактивная дистилляция. Если олефином является пропен, то предпочтительно, если пропенксид выделяют из смеси для реакции эпоксицирования, путем дистилляции после проведения стадии сброса давления, на которой происходит удаление большей части непрореагировавшего пропена. Предпочтительно, если дистилляцию проводят по меньшей мере в двух колоннах, причем первая колонна работает таким образом, что получают кубовой продукт - неочищенный пеноксид, содержащий от 20 до 60% метанола, содержащегося в смеси для реакции, и затем проводят очистку кубового продукта путем проведения по меньшей мере одной дополнительной дистилляции. Предпочтительно, если кубовой продукт дополнительно очищают путем отгонки оставшегося пропена и пропана, затем проводят экстрактивную дистилляцию, наиболее предпочтительно по методике экстрактивной дистилляции, описанной в WO 2004/048355, для дополнительного удаления карбонильных соединений.

### Примеры

#### Пример 1.

В кожухотрубном реакторе в непрерывном режиме проводили эпоксицирование пропена с использованием пероксида водорода в растворителе-метаноле и в неподвижном слое формованного титаново-силикатного катализатора, расположенного внутри труб. Жидкий пропен и смесь метанола и водного раствора пероксида водорода подавали по отдельности в верхние части труб через отверстия устройства для распределения жидкости и обеспечивали режим орошения в неподвижном слое. Смесь получали путем смешивания метанола и 70 мас.% водного раствора пероксида водорода, полученного по методике с применением антрахинона, при массовом отношении, составляющем 5:1. После проведения процедуры в течение 3 месяцев наблюдали образование белого осадка в устройстве для распределения жидкости и после проведения процедуры в течение еще 3 месяцев наблюдали засорение отверстий, через которые подавали смесь пероксида водорода и метанола.

#### Пример 2.

Повторяли процедуру, описанную в примере 1, но до подачи смеси пероксида водорода и метанола в устройство для распределения жидкости ее фильтровали через фильтр, изготовленный из полипропилена, обладающий номинальным размером пор, равным 1 мкм. В ходе проведения процедуры в течение 12 месяцев не наблюдали образование осадка в устройстве для распределения жидкости и не происходило засорение отверстий.

### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ эпоксицирования олефина, проводимый путем непрерывного введения в реакцию олефина с пероксидом водорода в растворителе-метаноле в неподвижном слое катализатора эпоксицирования, включающего титансодержащий цеолит, характеризующийся тем, что пероксид водорода используют в виде водного раствора пероксида водорода, полученного по методике с применением антрахинона, водный раствор пероксида водорода смешивают с метанолом и получают загрузочную смесь и эту загрузочную смесь фильтруют до ее введения во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксицирования.

2. Способ по п.1, в котором водный раствор пероксида водорода смешивают по меньшей мере с 50% метанола, используемого для реакции олефина с пероксидом водорода.

3. Способ по п.1 или 2, в котором загрузочную смесь фильтруют через фильтрующий материал, об-

ладающий средним размером пор, равным от 0,1 до 50 мкм.

4. Способ по любому из пп.1-3, в котором фильтрующий материал выбирают из группы, включающей ароматические полиамиды, полиолефины, полиамиды, фторированные полимеры и спеченные металлические порошки.

5. Способ по любому из пп.1-4, в котором олефином является пропен.

6. Способ по любому из пп.1-5, в котором профильтрованную загрузочную смесь смешивают с олефином до ее введения во взаимодействие с неподвижным слоем катализатора эпоксицирования.

7. Способ по любому из пп.1-6, в котором неподвижный слой катализатора эпоксицирования помещают в трубы вертикально расположенного кожухотрубного реактора и профильтрованную загрузочную смесь подают в верхние части указанных труб через отверстия устройства для распределения жидкости.

8. Способ по п.7, в котором профильтрованную загрузочную смесь объединяют с олефином до ее подачи в верхние части труб.

9. Способ по п.7, в котором профильтрованную загрузочную смесь и олефин подают в верхние части указанных труб через отверстия двух отдельных устройств для распределения жидкости.

10. Способ по любому из пп.1-9, в котором загрузочную смесь фильтруют через фильтрующее устройство, включающее фильтрующий материал и газовый сепаратор, расположенный после указанного фильтрующего материала, и указанный газовый сепаратор продувают инертным газом.

11. Способ по п.10, в котором фильтрующее устройство включает датчик температуры, датчик давления и предохранительный клапан, соединенный с разгрузочной емкостью, и предохранительный клапан открывают для опорожнения фильтрующего устройства, когда температура или давление в фильтрующем устройстве превышает предельное безопасное значение.

