



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0033103

(51)⁸ C07D 301/12

(13) B

(21) 1-2018-04589

(22) 10/03/2017

(86) PCT/EP2017/055656 10/03/2017

(87) WO2017/162446 28/09/2017

(30) 16161439.1 21/03/2016 EP

(45) 25/09/2022 414

(43) 25/02/2019 371A

(73) 1. EVONIK OPERATIONS GMBH (DE)

Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany

2. THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG (DE)

ThyssenKrupp Allee 1, 45143 Essen, Germany

(72) WÖLL, Wolfgang (DE); BRENDDEL, Marc (DE); JAEGER, Bernd (DE);

BREDEMEYER, Niels (DE); KOLBE, Bärbel (DE); ULLRICH, Norbert (DE);

BERNHARD, Maik (DE).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH EPOXY HÓA PROPEN

(57) Sáng chế đề xuất quy trình epoxy hóa propen bằng hydro peroxit trong dung môi metanol với khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong thiết bị phản ứng dạng bó ống có vỏ làm mát, môi trường làm mát được nạp ở tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng với nhiệt độ đầu vào không đổi nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C, dung môi metanol được nạp ở tốc độ nằm trong khoảng từ 50% đến 100% để nạp đầy thiết bị phản ứng, hydro peroxit được nạp ở tốc độ ban đầu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng và gia tăng liên tục hoặc từ từ để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 60°C và mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát không lớn hơn 20°C, và propen được nạp ở tốc độ nằm trong khoảng từ 20% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốc độ nạp propen được gia tăng khi tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit đạt đến tỷ lệ mol để nạp đầy thiết bị phản ứng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bằng hydro peroxit trong sự có mặt của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

EP 0 100 119 A1 đề cập đến quy trình epoxy hóa pha lỏng propen bằng hydro peroxit trong sự có mặt của chất xúc tác titan silicalit. Phản ứng này thường được thực hiện với khối chất xúc tác được tạo hình cố định ở áp suất cao hơn 10 bar (1MPa) để thu được nồng độ cao của propen trong hỗn hợp phản ứng pha lỏng. Phản ứng epoxy hóa này tỏa nhiệt rất mạnh và cần kiểm soát nhiệt độ đầy đủ, do nhiệt độ phản ứng quá mức dẫn đến gia tăng hình thành sản phẩm phụ và làm giảm độ chọn lọc sản phẩm cho propen oxit.

EP 1 247 806 A1 đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bằng khối chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng được làm mát bằng cách sử dụng môi trường làm mát có nhiệt độ tối thiểu bằng 40°C và giới hạn nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định đến 60°C. Các thiết bị phản ứng dạng ống hoặc nhiều ống có vỏ làm mát được sử dụng cho mục đích này.

WO2005/068062 đề cập đến quy trình epoxy hóa propen bằng chất xúc tác titan silicalit trong thiết bị phản ứng dạng bó ống có nhiều ống phản ứng song song được làm mát bằng vỏ làm mát thông thường. Chất xúc tác được bố trí trong các ống và môi trường làm mát được nạp theo kiểu dòng song song qua khoang vỏ làm mát.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng hoạt tính xúc tác cao của chất xúc tác titan silicalit mới hoặc tái chế được tạo hình dạng đệm cố định có thể dẫn đến phá vỡ các khối chất xúc tác được tạo hình trong quá trình bắt đầu phản ứng epoxy hóa. Các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện thấy rằng tốc độ sản sinh cao của propen oxit có thể đạt được trong thời gian ngắn mà không phá vỡ các khối chất xúc tác được tạo hình khi thiết bị

phản ứng epoxy hóa được vận hành trong quá trình bắt đầu làm mát hoàn toàn, ít nhất 50% dung môi được nạp và ít nhất 20% propen được nạp, và tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng ở tốc độ duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định cũng như mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát nhỏ hơn giới hạn nhất định.

Do đó, sáng chế đề xuất quy trình epoxy hóa propen bao gồm bước cho propen phản ứng liên tục với hydro peroxit trong dung môi metanol và trong sự có mặt của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm nhiều ống phản ứng song song và vỏ làm mát bao quanh các ống phản ứng chứa khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong các ống phản ứng, tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit nằm trong khoảng từ 2,5:1 đến 6:1 khi thiết bị phản ứng được nạp đầy, trong đó trong quá trình bắt đầu phản ứng bằng chất xúc tác mới hoặc chất xúc tác tái chế cho đến khi đạt được trạng thái nạp đầy thiết bị phản ứng, môi trường làm mát được nạp vào vỏ làm mát ở tốc độ không đổi để nạp đầy thiết bị phản ứng, nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát được duy trì không đổi ở trị số nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C; dung môi metanol được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 50% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng; hydro peroxit được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp ban đầu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng và được gia tăng liên tục hoặc từ từ đến tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, bước gia tăng tốc độ nạp hydro peroxit được thực hiện để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 60°C và mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát không lớn hơn 20°C; và propen được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 20% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốc độ nạp propen được gia tăng khi tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit đạt đến tỷ lệ mol để nạp đầy thiết bị phản ứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong quy trình theo sáng chế, propen được phản ứng liên tục với hydro peroxit trong dung môi metanol và trong sự có mặt của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm nhiều ống phản ứng song song

và vỏ làm mát bao quanh các ống phản ứng chứa khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong các ống phản ứng. Quy trình theo sáng chế bao gồm bước bắt đầu phản ứng với chất xúc tác mới hoặc chất xúc tác tái chế sau đó thực hiện phản ứng khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Thuật ngữ “nạp đầy thiết bị phản ứng” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ quá trình vận hành thiết bị phản ứng ở tốc độ nạp tối đa của hydro peroxit.

Propen có thể chứa propan, tốt hơn nếu với tỷ lệ mol của propan và propen nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,15 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,12. Hydro peroxit có thể được sử dụng dưới dạng dung dịch nước, tốt hơn nếu chứa hydro peroxit với hàm lượng nằm trong khoảng từ 30 đến 75% khối lượng và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 40 đến 70% khối lượng. Dung môi metanol có thể là metanol đạt tiêu chuẩn kỹ thuật, dòng dung môi được thu hồi trong quá trình vận hành hỗn hợp phản ứng epoxy hóa hoặc hỗn hợp của cả dung môi và hỗn hợp phản ứng epoxy hóa. Tốt hơn nếu dung môi metanol được sử dụng ở tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 so với khối lượng của dung dịch nước hydro peroxit.

Propen được sử dụng ở lượng dư so với hydro peroxit và khi thiết bị phản ứng được nạp đầy, thì tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit nằm trong khoảng từ 2,5:1 đến 6:1, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3:1 đến 5:1.

Quy trình theo sáng chế được thực hiện trong thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm nhiều ống phản ứng song song và vỏ làm mát bao quanh các ống phản ứng. Tốt hơn nếu thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm từ 5000 đến 20000 ống phản ứng song song, tốt hơn nữa nếu từ 7500 đến 15000 ống phản ứng song song. Tốt hơn nếu các ống phản ứng có mặt cắt ngang hình tròn và đường kính trong nằm trong khoảng từ 2cm đến 5cm, tốt hơn nữa nếu từ 2,5cm đến 4cm. Tốt hơn nếu toàn bộ các ống phản ứng của thiết bị phản ứng dạng bó ống có đường kính trong bằng nhau. Các ống tốt hơn nếu phản ứng epoxy hóa có chiều dài nằm trong khoảng từ 5 đến 18m, tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 15m.

Tốt hơn nếu các ống phản ứng song song được bao quanh bằng vỏ làm mát có đầu nạp môi trường làm mát nằm gần đầu vào của các ống phản ứng và đầu xả môi trường làm mát nằm gần đầu tận cùng của các ống phản ứng. Tốt hơn nếu đầu nạp môi trường làm mát được bố trí xuôi chiều so với đầu vào của các ống phản ứng ở khoảng cách nhỏ

hơn 1m và có thể nằm gần đầu vào của các ống phản ứng, khi cần. Đầu nạp môi trường làm mát có thể bao gồm một số lỗ hở trong đó môi trường làm mát thâm nhập vào vỏ làm mát trong khoảng cách này từ đầu vào của các ống phản ứng. Tốt hơn nếu đầu xả môi trường làm mát được bố trí ngược chiều so với đầu tận cùng của các ống phản ứng ở khoảng cách nhỏ hơn 1m và có thể nằm gần đầu tận cùng của các ống phản ứng khi cần. Đầu xả môi trường làm mát có thể bao gồm một số lỗ hở trong đó môi trường làm mát được xả khỏi vỏ làm mát trong khoảng cách này từ đầu tận cùng của các ống phản ứng. Tốt hơn nếu vỏ làm mát bao gồm các tấm dạng ống ở đầu vào của các ống phản ứng và ở đầu tận cùng của các ống phản ứng, phân cách khoảng không gian đầu vào thiết bị phản ứng được nối với đầu vào của toàn bộ ống phản ứng song song từ vỏ làm mát và phân cách khoảng không gian đầu ra thiết bị phản ứng được nối với đầu tận cùng của toàn bộ ống phản ứng song song từ vỏ làm mát. Vỏ làm mát cũng có thể có một hoặc nhiều đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát được bố trí ngược chiều so với đầu xả môi trường làm mát nằm gần đầu tận cùng của các ống phản ứng. Tốt hơn nếu thiết bị phản ứng dạng bó ống có từ 1 đến 3 đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát, tốt hơn nữa nếu 1 hoặc 2 đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát và tốt nhất nếu 1 đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát. Tốt hơn nếu các đầu xả bổ sung được đặt ở từ 15 đến 70% chiều dài của các ống phản ứng, tốt hơn nữa nếu ở từ 18 đến 50% chiều dài, chiều dài được đo từ đầu vào của các ống phản ứng đến đầu tận cùng của các ống phản ứng. Khi thiết bị phản ứng dạng bó ống có nhiều đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát, tốt hơn nếu các đầu xả bổ sung được đặt ở các chiều dài khác nhau dọc theo các ống phản ứng.

Tốt hơn nếu thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm hệ thống làm mát thứ nạp bao gồm ít nhất một bơm tuần hoàn và ít nhất một bộ trao đổi nhiệt để làm mát môi trường làm mát bằng chất làm mát sơ nạp. Bộ trao đổi nhiệt có thể là bộ trao đổi nhiệt lỏng-lỏng để làm mát bằng chất làm mát là nước sông hoặc nước biển và bộ làm mát bằng không khí để làm mát bằng chất làm mát sơ nạp là không khí. Bộ trao đổi nhiệt cũng có thể là bộ làm mát bằng không khí ẩm bằng cách sử dụng quá trình bay hơi của nước vào không khí để làm mát môi trường làm mát.

Theo phương án ưu tiên, thiết bị phản ứng dạng bó ống có các ống phản ứng được bố trí theo chiều dọc và bao gồm ít nhất một bộ phân phối được bố trí ở phía trên đầu vào của các ống phản ứng, có các lỗ hở để nạp chất lỏng vào mỗi ống phản ứng. Tốt hơn nếu

bộ phân phối bao gồm các lỗ hở riêng biệt để nạp riêng hai chất lỏng vào mỗi ống phản ứng, đặc biệt để nạp riêng dòng nguyên liệu propen và dòng nguyên liệu lỏng chứa hydro peroxit vào mỗi ống phản ứng. Các bộ phân phối thích hợp đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ từ WO 2005/025716. Thiết bị phản ứng theo phương án này là thích hợp để vận hành quy trình theo sáng chế với dòng chất lỏng nhỏ giọt trong khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định.

Thiết bị phản ứng dạng bó ống có thể tùy ý bao gồm bộ phân tách pha được bố trí xuôi theo đầu tận cùng của các ống phản ứng để phân tách các pha lỏng của hỗn hợp phản ứng nhiều pha tồn tại ở đầu tận cùng của các ống phản ứng. Các bộ phân tách pha thích hợp đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ như được mô tả trong WO2008/141734.

Tốt hơn nếu thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm các cảm biến nhiệt được bố trí ở tâm của các ống phản ứng. Tốt hơn nếu, từ 1 đến 50 cảm biến nhiệt được sử dụng. Các cảm biến nhiệt có thể được bố trí theo một hoặc nhiều hàng bên trong một số ống phản ứng tương ứng. Tuy nhiên, tốt hơn nếu sử dụng các cảm biến nhiệt riêng biệt trong một số ống phản ứng tương ứng. Tốt hơn nếu các cảm biến nhiệt được bố trí trong bó ống để kiểm soát độ đồng nhất của phân bố nhiệt độ trong bó ống. Tốt hơn nếu, bộ cảm biến nhiệt được sử dụng trong ống phản ứng hoặc trong một số ống phản ứng ở các vị trí tương đương trong bó ống có các cảm biến nhiệt được đặt ở các khoảng cách khác nhau dọc theo chiều dài của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định, tốt hơn nếu ở các khoảng cách nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,5m, để kiểm soát thông số nhiệt độ cùng với chiều dài của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định.

Phản ứng được thực hiện trong sự có mặt của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong các ống phản ứng. Tốt hơn nếu titan silicalit có cấu trúc MFI hoặc MEL. Tốt nhất nếu titan silicalit-1 có cấu trúc MFI như được mô tả trong EP 0 100 119 A1, được sử dụng. Tốt hơn nếu khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được sử dụng ở dạng hạt, khối ép đùn hoặc khối được tạo hình. Bước tạo hình có thể được thực hiện bằng phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này để tạo hình bột titan silicalit. Tốt hơn nếu, khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được điều chế bằng quy trình ép đùn trong đó lượng có thể nhào trộn của bột titan silicalit, dung môi lỏng, chất kết dính hoặc tiền chất kết dính, và các chất phụ gia xử lý tùy ý được ép qua khuôn, các sợi ép đùn thu được được cắt, sấy khô thành khối màu xanh

lá cây và nung để tạo thành khối ép đùn. Do đó, tốt hơn nếu khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định ở dạng khối ép đùn, tốt hơn nếu có dạng hình trụ, trong đó các mép ở đầu tận cùng của khối hình trụ này có thể tùy ý được vê tròn. Tốt hơn nếu khối chất xúc tác dạng hình trụ này có đường kính nằm trong khoảng từ 1mm đến 5mm và chiều dài nằm trong khoảng từ 2mm đến 7mm. Tốt hơn nếu khối ép đùn chứa chất kết dính silic oxit. Tiền chất kết dính thích hợp cho chất kết dính silic oxit có thể được sử dụng trong quy trình ép đùn là silic oxit được hun khói hoặc silic oxit kết tủa, silic oxit dạng solgel, nhựa silicon hoặc dầu silicon, như polydimetylsiloxan, và tetraalkoxysilan, như tetraetoxysilan. Bước tạo hình có thể được thực hiện với bột titan silicalit được nung hoặc bột titan silicalit không được nung vẫn chứa các phân tử khuôn trong khung zeolit. Khi bước tạo hình được thực hiện với bột titan silicalit không được nung, chất xúc tác được nung sau bước tạo hình để loại bỏ các phân tử khung khỏi khung zeolit.

Tốt hơn nếu khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định kéo dài trên hơn 70% chiều dài của các ống phản ứng, tốt hơn nữa nếu trên 90% đến 98% chiều dài của các ống phản ứng. Theo phương án ưu tiên, khối vật liệu trơ được bố trí trong các ống phản ứng ngược chiều so với khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định, tốt hơn nếu với chiều dài nằm trong khoảng từ 0,2m đến 1,0m. Vật liệu trơ có thể được tạo hình theo phương pháp giống hoặc khác với phương pháp tạo hình chất xúc tác titan silicalit. Tốt hơn nếu vật liệu trơ là các hạt thủy tinh. Khối vật liệu trơ tạo ra phân bố đều dòng chảy và trộn đều các dòng lỏng được nạp riêng vào các ống phản ứng trước khi hỗn hợp chứa propen và hydro peroxit thâm nhập vào khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định.

Tốt hơn nếu lượng chất xúc tác được sử dụng và tốc độ ở đó hỗn hợp chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol được nạp vào các ống phản ứng được chọn để biến đổi hydro peroxit khi thiết bị phản ứng được nạp đầy hơn 90%, tốt hơn nếu ít nhất 95%, khi nạp hỗn hợp qua các ống phản ứng.

Tốt hơn nếu phản ứng epoxy hóa được thực hiện ở áp suất ít nhất bằng 1,9MPa. Tốt hơn nếu phản ứng epoxy hóa được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 1,9 đến 5,0MPa, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,1 đến 3,6MPa và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 2,4 đến 2,8MPa. Bằng cách sử dụng lượng dư propen ở áp suất cao tạo ra tốc độ phản ứng và tốc độ biến đổi hydro peroxit và độ chọn lọc cao cho propen oxit.

Tốt hơn nếu, hỗn hợp chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol được nạp qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định ở chế độ dòng chảy xuống, tốt hơn nếu với tốc độ bề mặt nằm trong khoảng từ 1 đến 100m/giờ, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 50m/giờ, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 30m/giờ, khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Tốc độ bề mặt được xác định là tỷ lệ của tốc độ dòng theo thể tích/mặt cắt ngang của khối chất xúc tác. Ngoài ra, tốt hơn nếu nạp hỗn hợp phản ứng qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định với tốc độ dòng chảy lỏng trong không gian theo giờ nằm trong khoảng từ 1 đến 20 giờ⁻¹, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,3 đến 15 giờ⁻¹, khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Tốt hơn nữa nếu bố trí các ống phản ứng song song theo chiều dọc và nạp hỗn hợp chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol qua các ống phản ứng theo hướng xuôi chiều ở chế độ nhỏ giọt. Các điều kiện thích hợp để duy trì chế độ nhỏ giọt trong phản ứng epoxy hóa được bộc lộ trong WO 02/085873 ở trang 8 dòng 23 đến trang 9 dòng 15. Tốt hơn nếu, hai dòng nguyên liệu lỏng được nạp riêng vào các ống phản ứng, dòng nguyên liệu lỏng thứ nhất chứa hydro peroxit và dung môi metanol và dòng nguyên liệu lỏng thứ hai chứa propen. Bước nạp riêng hai dòng nguyên liệu lỏng vào các ống phản ứng để đạt được tỷ lệ mol tương đương của propen và hydro peroxit trong mỗi ống phản ứng ở các điều kiện phản ứng trong đó hỗn hợp ban đầu chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol không hoàn toàn đồng tan và có thể tạo thành hai pha lỏng riêng biệt.

Tốt nhất nếu, phản ứng epoxy hóa được thực hiện với khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được duy trì theo chế độ nhỏ giọt ở áp suất gần bằng áp suất hơi của propen ở nhiệt độ phản ứng, bằng cách sử dụng lượng dư propen tạo ra hỗn hợp chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol, hỗn hợp này bao gồm hai pha lỏng, pha thứ nhất giàu propen và pha thứ hai giàu metanol và hydro peroxit.

Tốt hơn nếu nhiệt độ của phản ứng epoxy hóa nằm trong khoảng từ 20°C đến 80°C, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 25°C đến 60°C. Môi trường làm mát được nạp qua vỏ làm mát để loại bỏ nhiệt của phản ứng epoxy hóa. Nhiệt độ và lượng môi trường làm mát và, khi vỏ làm mát có đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát, phần môi trường làm mát được xả ở đầu xả bổ sung này được điều chỉnh để tạo ra phân bố nhiệt độ đồng đều dọc theo chiều dài của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định bên trong ống phản ứng khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Tốt hơn nếu, phân bố

nhệt độ dọc theo chiều dài của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được điều chỉnh để duy trì nhiệt độ phản ứng dọc theo từ 70% đến 98%, tốt hơn nếu dọc theo từ 80% đến 95% chiều dài của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định nhỏ hơn 5°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5°C đến 3°C khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Tốt hơn nếu nhiệt độ của môi trường làm mát được nạp vào đầu nạp được điều chỉnh đến trị số nhỏ hơn nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định từ 3°C đến 13°C khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Khi môi trường làm mát được xả ở đầu xả bổ sung, phần môi trường làm mát được xả ở đầu xả bổ sung tốt hơn nếu từ 10 đến 70%, tốt hơn nữa nếu từ 30 đến 55%,. Khi thiết bị phản ứng dạng bó ống có nhiều đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát, môi trường làm mát có thể được xả chỉ ở một hoặc nhiều đầu xả bổ sung ở thời điểm giống nhau và môi trường làm mát có thể được xả ở các đầu xả bổ sung khác nhau trong quá trình phản ứng.

Thông số quan trọng của quy trình theo sáng chế là các điều kiện vận hành trong quá trình bắt đầu phản ứng với chất xúc tác mới hoặc chất xúc tác tái chế cho đến khi thiết bị phản ứng được nạp đầy.

Trong quá trình bắt đầu phản ứng, môi trường làm mát được nạp vào vỏ làm mát ở tốc độ không đổi để nạp đầy thiết bị phản ứng. Nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát được duy trì không đổi ở trị số nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C, và tốt hơn nếu biến thiên nhiệt độ của môi trường làm mát trong quá trình bắt đầu phản ứng nhỏ hơn 10°C, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 7°C.

Dung môi metanol được nạp vào các ống phản ứng trong quá trình bắt đầu phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 50% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Tốt hơn nếu tốc độ nạp metanol trong quá trình bắt đầu phản ứng nằm trong khoảng từ 60% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng.

Hydro peroxit được nạp vào các ống phản ứng trong quá trình bắt đầu phản ứng ở tốc độ nạp ban đầu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng và được gia tăng liên tục hoặc từ từ đến tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 60°C và mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát

không lớn hơn 20°C. Tốt hơn nếu, tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng để duy trì mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát nằm trong khoảng từ 1 đến 13°C. Khi tốc độ nạp hydro peroxit nằm trong khoảng từ 50% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, thì mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và tốt hơn nếu nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát được duy trì nằm trong khoảng từ 4°C đến 13°C. Khi tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng từ từ, tốt hơn nếu mức độ gia tăng từ từ không lớn hơn 20% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốt hơn nữa nếu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Tốt hơn nếu, mức độ gia tăng tốc độ nạp của hydro peroxit được thực hiện ở mức độ nhỏ hoặc từ từ đủ để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 50°C.

Propen được nạp vào các ống phản ứng trong quá trình bắt đầu phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 20% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Khi tốc độ nạp ban đầu của propen nhỏ hơn tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốc độ nạp propen được gia tăng khi tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit đạt đến tỷ lệ mol để nạp đầy thiết bị phản ứng. Do đó, tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit trong quá trình bắt đầu phản ứng sẽ ít nhất cao như để nạp đầy thiết bị phản ứng và có thể cao hơn tỷ lệ ban đầu. Tốc độ nạp propen trong quá trình bắt đầu tốt hơn nếu phản ứng epoxy hóa ít nhất 50% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng để đạt được độ chọn lọc propen oxit cao và pha ban đầu ngắn.

Khoảng thời gian để bắt đầu phản ứng từ khi bắt đầu nạp hydro peroxit cho đến khi thiết bị phản ứng được nạp đầy nằm trong khoảng từ 1 đến 300 giờ, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 140 giờ.

Tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng từ từ đủ để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 60°C và mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát không lớn hơn 20°C ngăn ngừa phá vỡ khối chất xúc tác được tạo hình trong quá trình bắt đầu phản ứng epoxy hóa. Dung môi metanol được nạp ở tốc độ nằm trong khoảng từ 50% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng và môi trường làm mát được nạp ở tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng trong quá trình bắt đầu

phản ứng epoxy hóa cho phép nạp đầy thiết bị phản ứng trong thời gian ngắn hơn so với bắt đầu phản ứng epoxy hóa ở tốc độ nạp dung môi thấp hơn, sẽ như trường hợp bắt đầu phản ứng epoxy hóa với tỷ lệ phần trăm tương đương của propen, hydro peroxit và dung môi metanol ở tốc độ nạp giảm đối với toàn bộ các thành phần.

Theo phương án ưu tiên, amoniac được bổ sung vào dòng nguyên liệu được nạp vào thiết bị phản ứng, tốt hơn nếu amoniac được bổ sung vào dung môi metanol ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 3000ppm, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 300ppm đến 2000ppm, khi thiết bị phản ứng được nạp đầy, tính theo khối lượng của hydro peroxit được nạp khi thiết bị phản ứng được nạp đầy, để cải thiện độ chọn lọc epoxit. Tốt hơn nếu, amoniac được nạp ở tỷ lệ cố định của amoniac và hydro peroxit trong khi vận hành phản ứng khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Trong quá trình bắt đầu phản ứng, tốt hơn nếu amoniac được nạp ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 20% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Khi tốc độ nạp ban đầu của amoniac nhỏ hơn tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốc độ nạp amoniac được gia tăng khi tỷ lệ của amoniac và hydro peroxit đạt đến tỷ lệ để nạp đầy thiết bị phản ứng. Do đó, tốt hơn nếu tỷ lệ của amoniac và hydro peroxit trong quá trình bắt đầu phản ứng ít nhất cao như tỷ lệ để nạp đầy thiết bị phản ứng và có thể cao hơn tỷ lệ ban đầu. Tốt hơn nếu tốc độ nạp amoniac trong quá trình bắt đầu phản ứng epoxy hóa ít nhất bằng 40% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng để đạt được độ chọn lọc propen oxit cao. Bước bổ sung amoniac vào dòng nguyên liệu trong quá trình bắt đầu phản ứng cho phép gia tăng nhanh hơn tốc độ nạp hydro peroxit, do đó làm giảm khoảng thời gian để bắt đầu phản ứng từ khi bắt đầu nạp hydro peroxit cho đến khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Trong quá trình bắt đầu phản ứng, tốt hơn nếu dung môi metanol và amoniac được nạp vào các ống phản ứng trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 15 phút đến 24 giờ trước khi bắt đầu nạp hydro peroxit, để trung hòa tính axit của chất xúc tác mới hoặc chất xúc tác tái chế và đạt được độ chọn lọc propen oxit cao nhanh hơn.

Tốt hơn nếu chất xúc tác titan silicalit mới hoặc được tạo hình và tái chế khô được cải biến bằng metanol trước khi bắt đầu phản ứng. Chất xúc tác có thể được cải biến bằng cách cho tiếp xúc với hơi metanol hoặc dòng khí chứa hơi metanol. Tốt hơn nếu, chất xúc tác được cải biến bằng cách cho tiếp xúc với dung dịch cải biến thứ nhất chứa nước với hàm lượng lớn hơn 60% và metanol với hàm lượng nhỏ hơn 40% khối lượng để tạo ra

chất xúc tác được cải biến và tùy ý tiếp tục cho tiếp xúc với ít nhất một dung dịch cải biến bổ sung có hàm lượng metanol cao hơn hàm lượng metanol của dung dịch cải biến thứ nhất, trong đó ít nhất một dung dịch cải biến chứa nước và metanol với hàm lượng nằm trong khoảng từ 25% đến 45%. Tốt hơn nếu lượng kết hợp của nước và metanol trong các dung dịch cải biến ít nhất 95% khối lượng. Tốt hơn nếu bước tiếp xúc với một hoặc nhiều dung dịch cải biến được thực hiện như được mô tả trong PCT/EP2015/066814. Bước cải biến titan silicalit được tạo hình khô như mô tả nêu trên ngăn ngừa phá vỡ chất xúc tác được tạo hình khi tiếp xúc với dung môi lỏng metanol trong quá trình bắt đầu phản ứng.

Hoạt tính của chất xúc tác titan silicalit sẽ giảm từ từ trong quy trình epoxy hóa liên tục propen bằng hydro peroxit khi thiết bị phản ứng được nạp đầy. Nhiệt độ và lượng môi trường làm mát được nạp vào vỏ làm mát và, khi đầu xả bổ sung để xả môi trường làm mát được sử dụng, tốt hơn nếu phần môi trường làm mát được xả ở đầu xả bổ sung được điều chỉnh để bù lại sự giảm hoạt tính chất xúc tác. Tốt hơn nếu, nhiệt độ phản ứng được gia tăng để duy trì phản ứng biến đổi đầy đủ của hydro peroxit mặc dù hoạt tính của chất xúc tác giảm.

Do chất xúc tác mất hoạt tính, nên khi phản ứng biến đổi hydro peroxit giảm xuống dưới mức mong muốn hoặc nhiệt độ phản ứng được gia tăng cần thiết để duy trì phản ứng biến đổi mong muốn của hydro peroxit dẫn đến hình thành sản phẩm phụ không mong muốn ở mức độ nhất định, tốt hơn nếu phản ứng epoxy hóa liên tục được tạm dừng để thay thế hoặc tái chế chất xúc tác titan silicalit. Tốt hơn nếu, chất xúc tác được tái chế trong các ống phản ứng. Bước tái chế trong các ống phản ứng có thể đạt được bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, như nạp dòng khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 600°C qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định, nạp dòng dung môi qua khối chất xúc tác hoặc nạp dung dịch chứa hydro peroxit qua khối chất xúc tác trong sự vắng mặt của propen.

Tốt hơn nếu chất xúc tác titan silicalit được tái chế bằng cách nạp dung môi metanol qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 200°C trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 0,5 đến 48 giờ, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 36 giờ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 24 giờ. Tốt hơn nếu dung môi metanol được sử dụng để tái chế chất xúc tác chứa

metanol với hàm lượng lớn hơn 90% khối lượng và nước với hàm lượng nhỏ hơn 10% khối lượng và tốt hơn nữa nếu dung môi metanol được sử dụng để tái chế chất xúc tác chứa metanol với hàm lượng lớn hơn 96% khối lượng và nước với hàm lượng nhỏ hơn 4% khối lượng. Tốt hơn nếu dung môi metanol là metanol đạt tiêu chuẩn kỹ thuật, dòng dung môi được thu hồi trong quá trình vận hành hỗn hợp phản ứng epoxy hóa hoặc hỗn hợp của cả dung môi metanol và hỗn hợp phản ứng epoxy hóa. Tốt hơn nếu dung môi metanol được nạp qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định ở chế độ dòng chảy xuống và tốt nhất nếu tốc độ dòng được điều chỉnh để duy trì dòng nhỏ giọt trong khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định. Bước tái chế có thể được thực hiện ở nhiệt độ không đổi hoặc bằng cách sử dụng biểu đồ nhiệt độ. Tốt hơn nếu bước nạp dung môi metanol qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được bắt đầu ở nhiệt độ của phản ứng epoxy hóa. Sau đó, nhiệt độ được tăng đến ít nhất 100°C và được duy trì ở nhiệt độ ít nhất bằng 100°C trong thời gian cần thiết để thực hiện tái chế. Sau đó, nhiệt độ được giảm trở lại đến nhiệt độ được sử dụng để epoxy hóa. Cuối cùng, dòng metanol được dừng hoặc phản ứng epoxy hóa được thực hiện bằng cách bắt đầu nạp propen và hydro peroxit vào thiết bị phản ứng dạng bó ống. Theo biểu đồ nhiệt độ này, tốt hơn nếu bước tăng và giảm nhiệt độ được thực hiện ở tốc độ nằm trong khoảng từ 5 đến 30°C/giờ. Trong bước tái chế áp suất được điều chỉnh để duy trì một phần lớn dung môi metanol ở trạng thái lỏng. Áp suất cần thiết có thể đạt được như áp suất hơi tự sinh bằng cách làm bay hơn một phần dung môi metanol hoặc bằng cách nạp khí trơ như nitơ. Ít nhất một phần dung môi được nạp qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định có thể được tái sử dụng để tái chế chất xúc tác mà không cần tinh chế trước. Tốt hơn nếu, dung môi metanol được nạp qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định mà không tái sử dụng trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 2% đến 70% thời gian được sử dụng để tái chế, sau đó toàn bộ dung môi metanol được nạp qua khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định được tuần hoàn để tái chế, tạo ra quy trình lặp khép kín để rửa chất xúc tác bằng dung môi metanol trong khoảng thời gian tái chế còn lại. Điều này làm giảm lượng metanol cần để tái chế chất xúc tác.

Sau khi thay thế hoặc tái chế chất xúc tác titan silicalit, phản ứng epoxy hóa được khuyến cáo, bắt đầu thực hiện phản ứng như mô tả nêu trên.

Propen oxit được tạo ra bởi quy trình epoxy hóa propen có thể được phân tách khỏi hỗn hợp phản ứng thoát ra các ống phản ứng bằng phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này.

Tốt hơn nếu, hỗn hợp phản ứng được đưa vào điều kiện áp suất giảm và hơi propen được tạo thành bởi điều kiện áp suất giảm được nén và làm mát để thu hồi propen bằng phản ứng ngưng tụ. Tốt hơn nếu hơi propen được nén được nạp vào cột chưng cất propen và phân tách thành sản phẩm thu được ở đỉnh cột chứa propen không phản ứng và sản phẩm đáy chứa các hợp chất có nhiệt độ sôi cao hơn propen, như propen oxit và dung môi metanol. Sản phẩm thu được ở đỉnh cột chứa propen không phản ứng có thể được tuần hoàn vào phản ứng epoxy hóa. Sản phẩm đáy có thể được kết hợp với hỗn hợp lỏng còn lại sau khi giảm áp suất. Tốt hơn nếu hỗn hợp lỏng còn lại sau khi giảm áp suất được phân tách bằng cách chưng cất trong cột phân tách sơ bộ để thu được sản phẩm thu được ở đỉnh cột chứa propen oxit, metanol và propen còn dư và sản phẩm đáy chứa metanol, nước và hydro peroxit không phản ứng. Tốt hơn nếu cột phân tách sơ bộ được vận hành để tạo ra sản phẩm thu được ở đỉnh cột chứa từ 20 đến 60% metanol chứa trong pha lỏng của bước giảm áp suất cuối cùng. Tốt hơn nếu cột phân tách sơ bộ có từ 5 đến 20 công đoạn phân tách lý thuyết trong phần cất và nhỏ hơn 3 công đoạn phân tách lý thuyết trong phần tinh cất và tốt nhất nếu được vận hành mà không cần hồi lưu và có phần tinh cất để giảm thiểu thời gian lưu của propen oxit trong cột phân tách sơ bộ. Tốt hơn nếu cột phân tách sơ bộ được vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,16 đến 0,3MPa. Propen oxit và metanol được ngưng tụ từ sản phẩm thu được ở đỉnh cột của cột phân tách sơ bộ và tốt hơn nếu propen được cất từ sản phẩm ngưng tụ thu được trong cột cất propen tạo ra dòng đáy chứa propen oxit và metanol và gần như không chứa propen.

Tốt hơn nếu propen được phân tách khỏi dòng đáy của cột cất propen trong quá trình chưng cất chiết xuất bằng cách sử dụng dung môi chiết là nước. Tốt hơn nếu quá trình chưng cất chiết xuất được vận hành có nạp bổ sung hợp chất phản ứng chứa nhóm NH_2 không được thế và có thể phản ứng với axetaldehyt trong quá trình chưng cất chiết xuất, như được mô tả trong WO 2004/048335. Quá trình chưng cất chiết xuất bằng hợp chất phản ứng tạo ra propen oxit có độ tinh khiết cao chứa các hợp chất carbonyl với hàm lượng nhỏ hơn 50ppm. Metanol có thể được thu hồi từ sản phẩm đáy của cột phân tách sơ bộ bằng cách chưng cất. Tốt hơn nếu, sản phẩm đáy của cột phân tách sơ bộ được hydro

hóa xúc tác bằng hydro để loại bỏ hydro peroxit không phản ứng còn lại từ bước a), như được mô tả trong WO03/093255, trước khi metanol được phân tách bằng cách chưng cất. Bước hydro hóa xúc tác này làm giảm lượng các hợp chất carbonyl và axetal trong metanol được phân tách bằng cách chưng cất, có lợi khi metanol được tuần hoàn vào phản ứng ở bước a). Tốt hơn nếu sản phẩm đáy của quá trình chưng cất chiết xuất được kết hợp với sản phẩm đáy của cột phân tách sơ bộ, tốt hơn nếu trước khi xử lý hydro hóa, để thu hồi metanol. Khi hydrazin được sử dụng làm hợp chất phản ứng trong quá trình chưng cất chiết xuất, nạp sản phẩm đáy của quá trình chưng cất chiết xuất vào bước hydro hóa xúc tác sẽ biến đổi hydrazin không phản ứng và hydrazon được tạo thành từ các hợp chất carbonyl thành amoniac và amin. Metanol được thu hồi có thể được tái tuần hoàn làm dung môi vào phản ứng epoxy hóa. Tốt hơn nếu, metanol được thu hồi hoặc sản phẩm đáy của cột phân tách sơ bộ, tùy ý được kết hợp với sản phẩm đáy của quá trình chưng cất chiết xuất và tốt hơn nếu sau khi hydro hóa xúc tác, được xử lý để loại bỏ các hợp chất nitơ hữu cơ như được mô tả trong WO 2004/048354, tốt hơn nữa nếu bằng cách xử lý với axit. Tốt nhất nếu, metanol được thu hồi được nạp qua bộ trao đổi cation ở dạng hydro trước khi được tuần hoàn vào phản ứng epoxy hóa. Bước loại bỏ các hợp chất nitơ hữu cơ, đặc biệt là các amin, giúp ngăn ngừa mất hoạt tính của chất xúc tác titan silicalit khi tái tuần hoàn metanol.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Các tốc độ nạp thích hợp để bắt đầu phản ứng epoxy hóa, thích hợp để cho propen phản ứng với dung dịch nước hydro peroxit 70% khối lượng trong dung môi metanol ở tỷ lệ khối lượng bằng 3,62:1:4,48 khi thiết bị phản ứng được nạp đầy có bổ sung 1000ppm amoniac, bằng cách sử dụng chất xúc tác titan silicalit ép đùn được tái chế trong thiết bị phản ứng dạng bó ống được làm mát bằng nước ở nhiệt độ 25°C, và gia tăng tốc độ nạp hydro peroxit từ từ đến 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát (ΔT) và thời gian từ bắt đầu khi nạp hydro peroxit có thể đạt được bằng quy trình bắt đầu này được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

Tốc độ nạp (% tốc độ nạp khi thiết bị phản ứng được nạp đầy)				ΔT (°C)	Thời gian bắt đầu từ khi nạp hydro peroxit (giờ)
Hydro peroxit	Metanol	Propen	Amoniac		
0	100	60	50	0	
10	100	60	50	1,0	0
20	100	60	50	1,9	1
30	100	60	50	2,0	1,25
40	100	60	50	3,6	1,5
50	100	60	50	4,9	1,75
60	100	60	60	5,3	2
70	100	70	70	7,8	3
80	100	80	80	8,6	4
90	100	90	90	9,6	8
100	100	100	100	11,3	25

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình epoxy hóa propen bao gồm bước cho propen phản ứng liên tục với hydro peroxit trong dung môi metanol và trong sự có mặt của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong thiết bị phản ứng dạng bó ống bao gồm nhiều ống phản ứng song song và vỏ làm mát bao quanh các ống phản ứng chứa khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định trong các ống phản ứng, tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit nằm trong khoảng từ 2,5:1 đến 6:1 khi thiết bị phản ứng được nạp đầy, trong đó trong quá trình bắt đầu phản ứng bằng chất xúc tác mới hoặc chất xúc tác tái chế cho đến khi đạt được trạng thái nạp đầy thiết bị phản ứng, môi trường làm mát được nạp vào vỏ làm mát ở tốc độ không đổi để nạp đầy thiết bị phản ứng, nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát được duy trì không đổi ở trị số nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C; dung môi metanol được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 50% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng; hydro peroxit được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp ban đầu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng và được gia tăng liên tục hoặc từ từ đến tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, bước gia tăng tốc độ nạp hydro peroxit được thực hiện để duy trì nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định không lớn hơn 60°C và mức độ khác biệt giữa nhiệt độ tối đa của khối chất xúc tác titan silicalit được tạo hình cố định và nhiệt độ đầu vào của môi trường làm mát không lớn hơn 20°C; và propen được nạp vào các ống phản ứng ở tốc độ nạp nằm trong khoảng từ 20% đến 100% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng, tốc độ nạp propen được gia tăng khi tỷ lệ mol của propen và hydro peroxit đạt đến tỷ lệ mol để nạp đầy thiết bị phản ứng.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó các ống phản ứng song song được bố trí theo chiều dọc và hỗn hợp chứa propen, hydro peroxit và dung môi metanol được nạp qua các ống phản ứng theo hướng xuôi chiều ở chế độ nhỏ giọt.

3. Quy trình theo điểm 2, trong đó dòng nguyên liệu lỏng thứ nhất chứa hydro peroxit và dung môi metanol và dòng nguyên liệu lỏng thứ hai chứa propen được nạp riêng vào các ống phản ứng.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó trong quá trình bắt đầu phản ứng tốc độ nạp hydro peroxit được gia tăng từ từ và không lớn hơn 20%, tốt hơn nếu không lớn hơn 10% tốc độ để nạp đầy thiết bị phản ứng.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó propen được sử dụng dưới dạng hỗn hợp với propan với tỷ lệ khối lượng của propan và lượng kết hợp của propan và propen nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,15, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,12.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó propen được cho phản ứng với hydro peroxit ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 80°C và áp suất nằm trong khoảng từ 1,9 đến 5,0MPa.