

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202392058** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.09.26

(22) Дата подачи заявки
2021.02.03

(51) Int. Cl. *C07C 51/09* (2006.01)
C07C 67/08 (2006.01)
C07C 59/06 (2006.01)
C07C 69/145 (2006.01)
C07C 69/675 (2006.01)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЛИКОЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И МЕТИЛГЛИКОЛЯТА ПУТЕМ ГИДРОЛИЗА МЕТИЛМЕТОКСИАЦЕТАТА И МЕТОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

(86) **PCT/CN2021/075023**

(87) **WO 2022/165662 2022.08.11**

(71) Заявитель:
**ДАЛЯНЬ ИНСТИТУТ ОФ
КЕМИКАЛ ФИЗИКС, ЧАЙНИЗ
АКАДЕМИ ОФ САЙЕНСЭЗ (CN)**

(72) Изобретатель:
**Ни Юмин, Чжу Вэньлян, Лю
Чжунминь (CN)**

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(57) В изобретении описан способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты. Способ включает: приведение сырья, включая метилметоксиацетат, метоксиуксусную кислоту и воду, в контакт и взаимодействие с катализатором с получением гликолевой кислоты и метилгликолята, где указанный катализатор представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из катализатора на основе твердой кислоты, катализатора на основе жидкой кислоты, катализатора на основе твердого основания и катализатора на основе жидкого основания. Способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята согласно изобретению можно осуществлять при помощи традиционного реактора с неподвижным слоем, реактора бакового типа или каталитического дистилляционного реактора при атмосферном давлении, что очень подходит для непрерывного производства. При применении в сочетании с конденсацией метанола и формальдегида с получением диметоксиметана (ДММ) и карбонилированием ДММ с получением метилметоксиацетата способ согласно настоящей заявке может обеспечивать эффективное, безвредное для окружающей среды и экономичное превращение метанола (промежуточное химическое соединение в углекислотной промышленности) в гликолевую кислоту и метилгликолят.

202392058

A1

A1

202392058

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЛИКОЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И МЕТИЛГЛИКОЛЯТА ПУТЕМ ГИДРОЛИЗА МЕТИЛМЕТОКСИАЦЕТАТА И МЕТОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

5 Настоящая заявка относится к способу получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты и относится к области получения химических продуктов.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

10 Гликолевая кислота, также известная как гидроксиуксусная кислота, представляет собой простейшую α -гидроксикарбоновую кислоту. Метилгликолят можно гидрировать с получением этиленгликоля (ЭГ), а также можно легко гидролизовывать в мягких условиях с получением гликолевой кислоты. Поскольку молекулярная структура гликолевой кислоты включает как гидроксильную, так и карбоксильную группы, гликолевую кислоту можно подвергать самополимеризации с получением полигликолевой кислоты (ПГК). ПГК
15 обладает не только отличной биосовместимостью, но и безопасной биоразлагаемостью. Таким образом, ПГК широко применяют не только для медицинских хирургических нитей, материалов с замедленным высвобождением лекарственных средств и разлагаемых каркасов для поддержки тканей человека, но и для производства обычных пластиковых изделий. Обычные неразлагаемые пластиковые изделия привели к сильному загрязнению
20 окружающей среды, и ожидают, что биоразлагаемые ПГК-пластики решат указанную проблему. Гликолевую кислоту также можно подвергать сополимеризации с мономерами, такими как молочная кислота и гидроксипропионовая кислота, с получением полимерного материала с превосходными характеристиками и широким применением. Кроме того, гликолевая кислота является отличным химическим чистящим средством и косметическим
25 сырьем.

Способы получения гликолевой кислоты в основном включают способ гидролиза хлоруксусной кислоты, способ карбонилирования формальдегида и способ гидрирования/гидролиза оксалата. В способе гидролиза хлоруксусной кислоты процесс подготовки сырья хлоруксусной кислоты вызывает сильное загрязнение, и процесс
30 гидролиза хлоруксусной кислоты приводит к получению большого количества отходов соли, сильному загрязнению и низкому качеству продукта. Таким образом, способ гидролиза хлоруксусной кислоты был в основном исключен. Способ карбонилирования формальдегида включает дешевое и легкодоступное сырье, но его необходимо применять в таких условиях, как высокая температура, высокое давление, крепкий раствор кислоты и
35 органический растворитель. Кроме того, в способе карбонилирования формальдегида

устройство легко подвергается коррозии, а очистка продукта затруднена, что приводит к высокой стоимости промышленного производства. В способе гидрирования/гидролиза оксалата оксалат частично гидрируют с получением метилгликолята, а затем метилгликолят гидролизуют с получением гликолевой кислоты. Тем не менее, катализатор частичного гидрирования оксалата не является зрелым, имеет низкую эффективность превращения и низкую стабильность; а процесс получения оксалата является громоздким и дорогостоящим. Указанные проблемы серьезно ограничивают развитие способа гидрирования/гидролиза оксалата.

В последние годы широкое внимание привлекла реакция карбонилирования диметоксиметана (ДММ) с получением метилметоксиацетата. Указанная реакция основана на молекулярно-ситовом катализаторе, ее можно проводить при низкой температуре реакции, и она имеет высокую атомную эффективность. Сырье ДММ можно получать по очень зрелой промышленной технологии с высокой эффективностью и, следовательно, дешево.

Тем не менее, в предшествующем уровне техники метилметоксиацетат, полученный путем карбонилирования ДММ, не применяли для получения гликолевой кислоты и метилгликолята. Кроме того, метоксиуксусную кислоту, полученную путем гидролиза сложноэфирной связи метилметоксиацетата, применяют относительно реже, что приводит к потерям сырья.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ

В соответствии с одним аспектом настоящей заявки предложен способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты. Способ согласно настоящей заявке особенно подходит для карбонилирования ДММ, полученного в углекислотной промышленности, с получением метилметоксиацетата и последующего гидролиза с получением гликолевой кислоты и метилгликолята. Указанный реакционный процесс можно применять в сочетании с карбонилированием ДММ для получения метилметоксиацетата для обеспечения эффективного, экологически безопасного и экономичного превращения ДММ (промежуточного химического соединения в углекислотной промышленности) в гликолевую кислоту и метилгликолят, что расширяет возможности использования метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты и обеспечивает положительный эффект.

Предложен способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты, включающий: приведение сырья, включая метилметоксиацетат, метоксиуксусную кислоту и воду, в контакт и взаимодействие с катализатором с получением гликолевой кислоты и метилгликолята,

где катализатор представляет собой любой катализатор, выбранный из группы, состоящей из катализатора на основе твердой кислоты, катализатора на основе жидкой кислоты, катализатора на основе твердого основания и катализатора на основе жидкого основания.

5 В последние годы широкое внимание привлекла реакция карбонилирования ДММ с получением метилметоксиацетата. Указанная реакция основана на молекулярно-ситовом катализаторе, ее можно проводить при низкой температуре реакции, и она имеет высокую атомную эффективность. Сырье ДММ можно получать по очень зрелой промышленной технологии с высокой эффективностью и, следовательно, дешево. В настоящей заявке
10 гликолевую кислоту, метилгликолят и метоксиуксусную кислоту можно получать путем гидролиза простых эфирных и сложноэфирных связей в метилметоксиацетате. Поскольку метоксиуксусную кислоту применяют относительно меньше, и ее можно возвращать в реактор для совместного гидролиза с метилметоксиацетатом, способ согласно настоящей заявке становится экологически безопасным и экономичным путем производства
15 гликолевой кислоты и метилгликолята.

Необязательно катализатор на основе твердой кислоты представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из кислотного молекулярно-ситового катализатора, кислотного катализатора на основе смолы и кислотного катализатора на основе оксида алюминия; и

20 кислотный молекулярно-ситовый катализатор включает кислотное молекулярное сито.

Необязательно кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита со структурой MFI, кислотного молекулярного сита со структурой FAU, кислотного молекулярного сита со структурой FER, кислотного молекулярного сита со структурой BEA,
25 кислотного молекулярного сита со структурой MOR и кислотного молекулярного сита со структурой MWW.

Предпочтительно кислотное молекулярное сито представляет собой любое молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита со структурой MFI и кислотного молекулярного сита со структурой FER.

30 Необязательно кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита ZSM-5, кислотного молекулярного сита Y, кислотного молекулярного сита ZSM-35, кислотного молекулярного сита β , кислотного молекулярного сита MOR и кислотного молекулярного сита MCM-22.

35 Предпочтительно кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере

одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита ZSM-5 и кислотного молекулярного сита ZSM-35.

5 Не обязательно кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из молекулярного сита ZSM-5 водородного типа, молекулярного сита Y водородного типа, молекулярного сита ZSM-35 водородного типа, молекулярного сита β водородного типа, молекулярного сита MOR водородного типа и молекулярного сита MCM-22 водородного типа.

10 Предпочтительно кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из молекулярного сита ZSM-5 водородного типа и молекулярного сита ZSM-35 водородного типа.

Не обязательно отношение атомов Si/Al кислотного молекулярного сита составляет от 3 до 500.

15 В частности, верхний предел отношения атомов Si/Al кислотного молекулярного сита выбран из группы, состоящей из 20, 10, 50, 100 и 500; и нижний предел отношения атомов Si/Al кислотного молекулярного сита выбран из группы, состоящей из 3, 10, 20, 50 и 100.

Предпочтительно отношение атомов Si/Al кислотного молекулярного сита составляет от 20 до 500.

Не обязательно содержание кислотного молекулярного сита в кислотном молекулярно-ситовом катализаторе составляет от 50 масс.% до 100 масс.%.

20 Не обязательно кислотный молекулярно-ситовый катализатор дополнительно включает формообразователь; формообразователь представляет собой оксид; и оксид выбран из группы, состоящей из оксида алюминия и оксида кремния.

Не обязательно содержание формообразователя в кислотном молекулярно-ситовом катализаторе равняется m , и $0 < m \leq 50$ масс.%.

25 Не обязательно кислотный молекулярно-ситовый катализатор представляет собой свежий кислотный молекулярно-ситовый катализатор и/или регенерированный кислотный молекулярно-ситовый катализатор; и свежий кислотный молекулярно-ситовый катализатор представляет собой неиспользованный кислотный молекулярно-ситовый катализатор.

30 Не обязательно способ регенерации кислотного молекулярно-ситового катализатора включает: обработку инактивированного кислотного молекулярно-ситового катализатора кислородосодержащим регенерационным газом при температуре от 400°C до 800°C в течение времени от 0,5 ч до 24 ч с получением регенерированного кислотного молекулярно-ситового катализатора,

35 где объемная доля кислорода в кислородосодержащем регенерационном газе составляет от 0,5% до 50%.

Необязательно кислотный катализатор на основе смолы представляет собой любую сильнокислотную катионообменную смолу.

Необязательно каркасная структура сильнокислотной катионообменной смолы представляет собой сополимер стирола и дивинилбензола (ДВБ); и

5 кислотная группа в сильнокислотной катионообменной смоле представляет собой сульфокислотную группу.

Необязательно кислотный катализатор на основе оксида алюминия представляет собой γ -оксид алюминия.

10 Необязательно катализатор на основе жидкой кислоты представляет собой любую кислотную жидкость.

Необязательно катализатор на основе жидкой кислоты представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из серной кислоты, хлористоводородной кислоты, азотной кислоты и фосфорной кислоты.

15 Необязательно концентрация H^+ в катализаторе на основе жидкой кислоты составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

Необязательно катализатор на основе твердого основания представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из гидротальцита, анионообменной смолы и гидроксиапатита.

20 Необязательно катализатор на основе жидкого основания представляет собой любую щелочную жидкость.

Необязательно катализатор на основе жидкого основания представляет собой любой катализатор, выбранный из группы, состоящей из водного раствора гидроксида натрия, водного раствора гидроксида калия, водного раствора гидроксида кальция и водного раствора гидроксида магния.

25 Необязательно концентрация OH^- в катализаторе на основе жидкого основания составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

Необязательно условия реакции являются следующими:

температура реакции составляет от 60°C до 260°C;

давление реакции составляет от 0,1 МПа до 10 МПа; и

30 в сырье отношение общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды составляет от 1:2 до 1:20, и

отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте не ограничено.

В частности, верхний предел температуры реакции выбран из группы, состоящей из 130°C, 160°C, 200°C и 260°C; и нижний предел температуры реакции выбран из группы, 35 состоящей из 60°C, 130°C, 160°C и 200°C.

Верхний предел давления реакции выбран из группы, состоящей из 0,3 МПа, 1 МПа, 5 МПа и 10 МПа; и нижний предел давления реакции выбран из группы, состоящей из 0,1 МПа, 0,3 МПа, 1 МПа и 5 МПа.

5 Верхний предел отношения общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды выбран из группы, состоящей из 1:3, 1:6, 1:8, 1:10, 1:15 и 1:20; и нижний предел отношения общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды выбран из группы, состоящей из 1:2, 1:3, 1:6, 1:8, 1:10 и 1:15.

Предпочтительно условия реакции являются следующими:

10 температура реакции составляет от 130°C до 200°C;

давление реакции составляет от 0,1 МПа до 0,3 МПа; и

в сырье отношение общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды составляет от 1:3 до 1:8, и

15 молярное отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте составляет от 4:1 до 9:1.

В частности, верхний предел молярного отношения метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте выбран из группы, состоящей из 5:1 и 9:1; и нижний предел молярного отношения метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте выбран из группы, состоящей из 4:1 и 5:1.

20 Не обязательно реакцию проводят в реакторе; и

реактор представляет собой любой реактор, выбранный из группы, состоящей из реактора с неподвижным слоем, реактора бакового типа и каталитического дистилляционного реактора.

25 Не обязательно реактор включает один реактор с неподвижным слоем или множество реакторов с неподвижным слоем, соединенных последовательно и/или параллельно; или

реактор включает один реактор бакового типа или множество реакторов бакового типа, соединенных последовательно и/или параллельно; или

30 реактор включает один каталитический дистилляционный реактор или множество каталитических дистилляционных реакторов, соединенных последовательно и/или параллельно.

Не обязательно при применении реактора с неподвижным слоем среднечасовая объемная скорость подачи (WHSV) метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты в сырье составляет от 0,1 ч⁻¹ до 3 ч⁻¹.

35 В частности, верхний предел WHSV метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты выбран из группы, состоящей из 0,6 ч⁻¹, 1 ч⁻¹ и 3 ч⁻¹; и нижний предел WHSV

метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты выбран из группы, состоящей из $0,1 \text{ ч}^{-1}$, $0,6 \text{ ч}^{-1}$ и 1 ч^{-1} .

Необязательно при применении реактора бакового типа скорость перемешивания составляет от 250 об/мин до 350 об/мин; и время реакции составляет от 1 дня до 3 дней.

5 Необязательно при применении каталитического дистилляционного реактора время реакции составляет от 8 ч до 15 ч; скорость перемешивания составляет от 350 об/мин до 650 об/мин; и флегмовое число составляет от 1 до 3.

10 Необязательно метилметоксиацетат в сырье включает свежедобавленное сырье и/или непрореагировавший метилметоксиацетат, оставшийся после отделения продукта; и/или метоксиуксусная кислота в сырье включает свежедобавленное сырье и/или непрореагировавшую метоксиуксусную кислоту, оставшуюся после отделения продукта; и/или

вода в сырье включает свежедобавленное сырье и/или непрореагировавшую воду, оставшуюся после отделения продукта.

15 В частности, в одном варианте реализации каждый из метилметоксиацетата, метоксиуксусной кислоты и воды в сырье представляет собой свежедобавленное сырье и/или непрореагировавший материал, оставшийся после отделения продукта.

Необязательно реакцию проводят в неактивной атмосфере; и неактивная атмосфера включает любую атмосферу, выбранную из группы, состоящей из азота и инертного газа.

20 Возможные полезные эффекты настоящей заявки:

1) Способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята согласно настоящей заявке можно осуществлять при помощи традиционного реактора с неподвижным слоем, реактора бакового типа или каталитического дистилляционного реактора при атмосферном давлении, что очень подходит для непрерывного производства.

2) При применении в сочетании с конденсацией метанола и формальдегида с получением ДММ и карбонилированием ДММ с получением метилметоксиацетата способ согласно настоящей заявке может обеспечивать эффективное, безвредное для окружающей среды и экономичное превращение метанола (промежуточное химическое соединение в углехимической промышленности) в гликолевую кислоту и метилгликолят.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Фиг 1 представляет собой масс-спектр отрицательных ионов гликолевой кислоты среди продуктов реакции, проанализированных путем жидкостной хроматографии-масс-спектрометрии в примере 1 настоящей заявки.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ВАРИАНТОВ РЕАЛИЗАЦИИ

Настоящая заявка подробно описана ниже со ссылкой на варианты реализации, но настоящая заявка не ограничивается указанными вариантами реализации.

Возможные варианты реализации описаны ниже.

В соответствии с проблемами, с которыми сталкиваются существующие технологии производства гликолевой кислоты и метилгликолята, в настоящей заявке описан способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты. Способ согласно настоящей заявке особенно подходит для карбонилирования ДММ, полученного в углехимической промышленности, с получением метилметоксиацетата с последующим гидролизом с получением гликолевой кислоты и метилгликолята.

В частности, в настоящей заявке предложен способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты, в котором сырье метилметоксиацетата, метоксиуксусной кислоты и воды пропускают через реакционную зону, загруженную катализатором, так что сырье подвергается реакции в заданных условиях с образованием гликолевой кислоты и метилгликолята.

Катализатор представляет собой один катализатор или смесь двух или более катализаторов, выбранных из группы, состоящей из катализатора на основе твердой кислоты, катализатора на основе жидкой кислоты, катализатора на основе твердого основания и катализатора на основе жидкого основания.

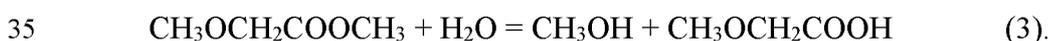
Реакционная зона включает один реактор с неподвижным слоем или множество реакторов с неподвижным слоем, соединенных последовательно и/или параллельно; или один реактор бакового типа или множество реакторов бакового типа, соединенных последовательно и/или параллельно; или один каталитический дистилляционный реактор или множество каталитических дистилляционных реакторов, соединенных последовательно и/или параллельно.

Условия реакции являются следующими: температура реакции составляет от 60°C до 260°C; в сырье молярное отношение метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к воде составляет от 1:20 до 1:2, молярное отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте представляет собой любое отношение; и давление реакции составляет от 0,1 МПа до 10 МПа.

Уравнение реакции гидролиза метилметоксиацетата является следующим:



Также существуют две следующие реакции частичного гидролиза:



Метоксиуксусная кислота в реакции (3) далее гидролизуеться при том же катализаторе и тех же условиях реакции с образованием гликолевой кислоты:



5 Реакции (1)-(4) являются обратимыми реакциями. Кроме того, метанол, получаемый в результате гидролиза, также можно частично дегидратировать с получением диметилового эфира (ДМЭ).

10 Катализатор на основе твердой кислоты представляет собой один катализатор или смесь двух или более катализаторов, выбранных из группы, состоящей из кислотного молекулярно-ситового катализатора, кислотного катализатора на основе смолы и кислотного катализатора на основе оксида алюминия.

В дополнение к кислотному молекулярному сити кислотный молекулярно-ситовый катализатор дополнительно содержит агент, образующий катализатор, с массовым процентным содержанием от 0% до 50%; и агент, образующий катализатор, выбран из группы, состоящей из оксида алюминия и оксида кремния.

15 Кислотный молекулярно-ситовый катализатор представляет собой свежий кислотный молекулярно-ситовый катализатор и/или регенерированный кислотный молекулярно-ситовый катализатор.

20 Способ получения регенерированного кислотного молекулярно-ситового катализатора включает: применение газа, содержащего кислород в объемной доле от 0,5% до 50%, для обработки инактивированного кислотного молекулярно-ситового катализатора, полученного после гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты, при температуре от 400°C до 800°C в течение времени от 0,5 ч до 24 ч.

Кислотный катализатор на основе смолы представляет собой сильнокислотную катионообменную смолу.

25 Каркасная структура сильнокислотной катионообменной смолы представляет собой сополимер стирола и ДВБ; и кислотная группа в сильнокислотной катионообменной смоле представляет собой сульфокислотную группу.

Кислотный катализатор на основе оксида алюминия представляет собой γ -оксид алюминия.

30 γ -Оксид алюминия получают путем прокаливания порошка SB при температуре от 400°C до 800°C.

Катализатор на основе жидкой кислоты представляет собой кислотную жидкость.

35 Катализатор на основе жидкой кислоты представляет собой один или более катализаторов, выбранных из группы, состоящей из серной кислоты, хлористоводородной кислоты, азотной кислоты и фосфорной кислоты.

Концентрация H^+ в катализаторе на основе жидкой кислоты составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

5 Катализатор на основе твердого основания представляет собой один или более катализаторов, выбранных из группы, состоящей из гидротальцита, анионообменной смолы и гидроксиапатита.

Состав гидротальцита можно выражать как $[Mg_{1-x}Al_x(OH)_2]^{x+}[CO_3^{2-}]_{x/2} \cdot n H_2O$, где x составляет от 0,1 до 0,34, n представляет собой целое число от 0 до 4; Mg можно изоморфно заменять на Zn, Fe, Co, Ni и Cu, и Al можно заменять на Cr, Fe и In.

10 Состав гидроксиапатита можно выражать как $Ca_{10-x}(HPO_4)_x(PO_4)_{6-x}(OH)_{2-x}$, где x составляет от 0 до 1.

Катализатор на основе жидкого основания представляет собой щелочную жидкость.

15 Катализатор на основе жидкого основания представляет собой один или более катализаторов, выбранных из группы, состоящей из водного раствора гидроксида натрия, водного раствора гидроксида калия, водного раствора гидроксида кальция и водного раствора гидроксида магния.

Концентрация OH^- в катализаторе на основе жидкого основания составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

20 Условия реакции являются следующими: температура реакции составляет от 130°C до 200°C; в сырье молярное отношение метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к воде составляет от 1:8 до 1:3, молярное отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте составляет от 4:1 до 9:1; и давление реакции составляет от 0,1 МПа до 0,3 МПа.

Когда реакционная зона включает один реактор с неподвижным слоем или множество реакторов с неподвижным слоем, соединенных последовательно и/или параллельно, WHSV метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты в сырье составляет от 0,1 $ч^{-1}$ до 3 $ч^{-1}$.

25 Каждый из метилметоксиацетата, метоксиуксусной кислоты и воды в сырье представляет собой свежедобавленное сырье и/или непрореагировавшее сырье, оставшееся после отделения продукта.

30 Когда сырье пропускают через реакционную зону, загруженную кислотным молекулярно-ситовым катализатором, вводят инертный газ-носитель, выбранный из группы, состоящей из азота и аргона.

Если не указано иное, все сырье в вариантах реализации согласно настоящей заявке приобретают из коммерческих источников.

Способы анализа и расчет степени превращения и селективности в вариантах реализации являются следующими:

35 Для анализа продуктов, отличных от гликолевой кислоты и непрореагировавшего

сырья, применяют газовый хроматограф Agilent7890В, в котором ПИД детектор подключен к капиллярной колонке DB-FFAP, и ТПД детектор подключен к набивной колонке Porapak Q. Для анализа гликолевой кислоты применяют жидкостной хроматограф, в котором разделительная колонка представляет собой C₁₈ колонку, а детектор представляет собой ультрафиолетовый (УФ) детектор.

В одном варианте реализации настоящей заявки как скорость превращения, так и селективность рассчитывают на основе числа молей углерода:

степень превращения метилметоксиацетата = [(число молей углерода в подаваемом метилметоксиацетате) - (число молей углерода в выгружаемом метилметоксиацетате)] ÷ (число молей углерода в подаваемом метилметоксиацетате) × 100%;

степень превращения метоксиуксусной кислоты = [(число молей углерода в подаваемой метоксиуксусной кислоте) - (число молей углерода в выгружаемой метоксиуксусной кислоте)] ÷ (число молей углерода в подаваемой метоксиуксусной кислоте) × 100%; и

селективность по продукту = (число молей углерода в выгружаемом продукте) ÷ (общее число молей углерода во всех выгружаемых углеродсодержащих продуктах) × 100%

Настоящая заявка подробно описана ниже со ссылкой на примеры, но настоящая заявка не ограничивается указанными примерами.

Испытание производительности катализатора

Пример 1

Кислотное молекулярное сито H-ZSM-5 с отношением Si/Al, равняющимся 20, произведенное Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co., Ltd., выбирали, измельчали и просеивали с получением частиц размером от 0,4 мм до 0,8 мм; брали 2 г частиц, засыпали в реакционную трубку из нержавеющей стали с внутренним диаметром 8 мм и активировали при помощи 50 мл/мин азота при 500°C в течение 4 ч; реакцию проводили в течение 24 ч при следующих условиях: температура реакции (Т) составляла 160°C, давление реакции (Р) составляло 0,1 МПа; молярное отношение метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к воде составляло 1:6, и молярное отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте составляло 5:1; а WHSV метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты составляла 0,6 ч⁻¹; и после завершения реакции продукты анализировали путем газовой хроматографии и жидкостной хроматографии. Результаты реакции, основанные на числе молей углерода, представлены в таблице 1. Результаты масс-спектрометрии отрицательных ионов гликолевой кислоты в анализе путем жидкостной хроматографии-масс-спектрометрии продуктов представлены на фиг. 1.

Примеры 2-8

Катализатор, условия реакции и результаты реакции представлены в таблице 1. Остальные операции являлись такими же, как в примере 1.

Таблица 1. Результаты каталитической реакции в примерах 1-8

П Р и м е р	Кислотный молекулярно-ситовый катализатор	Производитель	Отношение Si/Al	Условия реакции	Степень превращения метилметоксинацетата (%)	Степень превращения метоксисуксинной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)	Селективность по метанолу и ДМЭ (%)
1	H-ZSM-5	Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co., Ltd.	20	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксинацетат + метоксисуксинная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксинацетат/метоксисуксинная кислота) = 5:1	80,1	49,9	45,7	9,0	45,3
2	H-Y	Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co., Ltd.	3	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксинацетат + метоксисуксинная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксинацетат/метоксисуксинная кислота) = 5:1	57,9	28,7	44,3	8,4	47,3
3	H-ZSM-35	Завод катализаторов Нанкайского университета (Catalyst Plant of Nankai University)	50	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксинацетат + метоксисуксинная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксинацетат/метоксисуксинная кислота) = 5:1	79,2	52,3	45,0	11,2	43,8
4	H-β	Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co.,	500	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксинацетат +	56,2	35,9	27,7	36,0	36,3

		Ltd.		метоксиуксусная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксиацетат/метоксиуксусная кислота) = 5:1					
5	H-Морденит	Yanchang Zhongke (Dalian) Energy Technology Co., Ltd.	10	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксиацетат + метоксиуксусная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксиацетат/метоксиуксусная кислота) = 5:1	55,5	29,3	35,7	24	40,3
6	H-MCM-22	Yanchang Zhongke (Dalian) Energy Technology Co., Ltd.	100	T = 160°C; P = 0,1 МПа; WHSV = 0,6 ч ⁻¹ ; (метилметоксиацетат + метоксиуксусная кислота) : вода = 1:6; и (метилметоксиацетат/метоксиуксусная кислота) = 5:1	54,3	34,2	33,7	27,0	39,3
7	H-ZSM-5	Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co., Ltd.	20	T = 260°C; P = 10 МПа; WHSV = 3,0 ч ⁻¹ ; (метилметоксиацетат + метоксиуксусная кислота) : вода = 1:20; (метилметоксиацетат/метоксиуксусная кислота) = 4:1; и азот = 100 мл·мин ⁻¹	51,0	49,7	40,3	17,4	42,3
8	H-ZSM-5	Zhongke Catalysis New Technology (Dalian) Co., Ltd.	20	T = 60°C; P = 0,3 МПа; WHSV = 0,1 ч ⁻¹ ; (метилметоксиацетат + метоксиуксусная кислота) : вода = 1:2; и (метилметоксиацетат/метоксиуксусная кислота) = 4:1	24,6	31,2	42,3	16,2	41,5

Из таблицы 1 видно, что кислотное молекулярное сито демонстрирует отличные каталитические характеристики при гидролизе метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты с образованием гликолевой кислоты и метилгликолята и обеспечивает высокую селективность по целевому продукту.

5 **Пример 9**

Результаты реакции при различном времени реакции в примере 1 представлены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты каталитической реакции в примере 9

Время реакции (ч)	Степень превращения метилметоксиацетата (%)	Степень превращения метоксиуксусной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)
24	80,1	49,9	45,7	9,0
100	80,2	49,8	45,6	9,2
500	81,1	46,3	45,8	9,1
1000	78,3	47,1	45,1	8,7
2000	73,3	47,1	44,8	8,2
4000	73,6	45,1	44,9	8,5
8000	73,2	44,7	44,1	9,2

10 Из таблицы 2 видно, что кислотный молекулярно-ситовый катализатор, особенно молекулярно-ситовый катализатор H-ZSM-5, приводит к высокой степени превращения сырья при гидролизе и имеет длительный срок службы.

Пример 10

15 Вместо катализатора из примера 1 применяли содержащую сульфокислотную группу сильнокислотную ионообменную смолу DB757 со степенью обмена 3,2 ммоль/г, коммерчески приобретенную в Dandong Mingzhu Special Resin Co., Ltd., и активировали при помощи 50 мл/мин азота при 100°C в течение 4 ч, а остальные условия и операции являлись такими же, как в примере 1. Результаты реакции представлены в таблице 3.

Пример 11

20 Вместо катализатора из примера 10 применяли γ -оксид алюминия с адсорбционной способностью по аммиаку 0,29 ммоль/г, коммерчески приобретенный в Beijing Yanxin Technology Development Co., Ltd, а остальные условия и операции являлись такими же, как в примере 10. Результаты реакции представлены в таблице 3.

Пример 12

25 Вместо катализатора из примера 10 применяли содержащую четвертичную аммониевую группу сильнощелочную ионообменную смолу 202 FC со степенью обмена 3,5 ммоль/г, коммерчески приобретенную в Dandong Mingzhu Special Resin Co., Ltd., а

остальные условия и операции являлись такими же, как в примере 10. Результаты реакции представлены в таблице 3.

Пример 13

Вместо катализатора из примера 10 применяли гидроталькит состава $[Mg_{0,8}Al_{0,2}(OH)_2]^{0,2+}[CO_3^{2-}]_{0,1} \cdot 2 H_2O$, а остальные условия и операции являлись такими же, как в примере 10. Результаты реакции представлены в таблице 3.

Пример 14

Вместо катализатора из примера 10 применяли гидроксиапатит состава $Ca_{10}(PO_4)_6 \cdot (OH)_2$, а остальные условия и операции являлись такими же, как в примере 10. Результаты реакции представлены в таблице 3.

Таблица 3. Результаты каталитической реакции в примерах 10-14

Пример	Катализатор	Степень превращения метилметоксиацетата (%)	Степень превращения метоксиуксусной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)
10	Содержащая сульфокислотную группу сильнокислотная ионообменная смола	55,3	31,2	33,7	26,3
11	γ -Оксид алюминия	25,3	25,2	31,6	24,2
12	Содержащая четвертичную аммониевую группу сильнощелочная ионообменная смола	27,3	28,2	33,6	26,2
13	Гидроталькит	50,3	27,2	36,5	21,3
14	Гидроксиапатит	32,5	30,2	30,2	30,5

Из таблицы 3 видно, что катализаторы на основе твердой кислоты и основания, такие как сильнокислотная смола, γ -оксид алюминия, щелочная смола, гидроталькит и гидроксиапатит, также могут катализировать гидролиз метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты с образованием гликолевой кислоты и метилгликолята.

Пример 15

В реактор вносили 86,7 г метилметоксиацетата, 15 г метоксиуксусной кислоты и 108 г воды и в качестве катализатора добавляли 10 мл 0,1 моль/л водного раствора серной кислоты; реакцию проводили в течение 24 ч при следующих условиях: температура реакции: $160^\circ C$, давление реакции: 0,2 МПа и скорость перемешивания: 300 об/мин; и после завершения реакции результаты реакции представляли в таблице 4.

Таблица 4. Результаты каталитической реакции в примере 15

Пример	Катализатор	Степень превращения метилметоксиацетата (%)	Степень превращения метоксиуксусной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)
15	Водный раствор серной кислоты	65,3	42,2	40,8	27,9

Из таблицы 4 видно, что жидкая кислота также может катализировать гидролиз метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты с образованием гликолевой кислоты и метилгликолята.

5 Пример 16

Реакцию гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты испытывали при помощи способа периодической каталитической перегонки. Ректификационная колонна представляла собой стеклянную колонну диаметром 30 мм, и корпус ректификационной колонны заполняли инертной кольцевой насадкой размером 3,0 мм × 3,0 мм с высотой насадки 2,0 м. Ректификационную колонну нагревали при помощи нагревательной рубашки, и конденсатор в верхней части колонны имел температуру -15°C.

В реактор вносили 86,7 г метилметоксиацетата, 15 г метоксиуксусной кислоты и 108 г воды и в качестве катализатора добавляли 10 г кислотного молекулярного сита H-ZSM-5 с отношением Si/Al, равняющимся 20, из примера 1; реакцию проводили в течение 10 ч при следующих условиях: температура реакции: 150°C, давление реакции: 0,1 МПа, скорость перемешивания при помощи магнитной мешалки: 500 об/мин, и флегмовое число: 2; и после завершения реакции степени превращения метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты составляли примерно 100%, селективность по гликолевой кислоте составляла 43,5%, а селективность по метилгликоляту составляла 13,0%.

20 Пример 17

Кислотное молекулярное сито H-ZSM-5 с отношением Si/Al, равняющимся 20, из примера 1 формовали с оксидом алюминия или оксидом кремния в форме полоски, и после формования содержание оксида алюминия или оксида кремния в формованном катализаторе составляло 20 масс.%. Остальные условия и операции оставались без изменений. Результаты реакции представлены в таблице 5.

Таблица 5. Результаты каталитической реакции в примерах 1 и 17

Пример	Формообразователь	Степень превращения метилметоксиацетата (%)	Степень превращения метоксиуксусной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)
1	Нет	80,1	49,9	45,7	9,0
17	Оксид алюминия	75,3	40,2	44,2	10,1
17	Оксид кремния	75,6	41,8	44,9	10,3

Из таблицы 5 видно, что каталитическая активность кислотного молекулярно-ситового

катализатора оставалась практически неизменной после формования с оксидом алюминия или оксидом кремния.

Пример 18

5 Катализатор, полученный после 8000 ч реакции из примера 9, обрабатывали при помощи $500 \text{ мл} \cdot \text{мин}^{-1}$ смешанного газа кислорода и азота в молярном отношении 5/95 при 600°C в течение 4 ч, а затем применяли в реакции из примера 9. Результаты реакции представлены в таблице 6.

Таблица 6. Результаты каталитической реакции в примере 18

Время реакции (ч)	Степень превращения метилметоксиацетата (%)	Степень превращения метоксиуксусной кислоты (%)	Селективность по гликолевой кислоте (%)	Селективность по метилгликоляту (%)
24	80,3	50,2	44,7	9,7
100	80,0	49,7	44,8	9,6
500	79,5	48,8	45,3	8,9

10 Из таблицы 6 видно, что после прокаливания и регенерации при помощи смешанного газа кислорода и азота прореагировавший катализатор можно восстанавливать, по существу, до реакционной способности свежего катализатора.

15 Приведенные выше примеры представляют собой лишь несколько примеров настоящей заявки и никоим образом не ограничивают настоящую заявку. Хотя настоящая заявка описана, как указано выше, при помощи предпочтительных примеров, настоящая заявка не ограничивается ими. Некоторые изменения или модификации, осуществляемые любым техническим персоналом, знакомым с профессией, с применением технического содержания, описанного выше, без отклонения от объема технических решений настоящей заявки, эквивалентны эквивалентным случаям реализации и подпадают под объем технических решений.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения гликолевой кислоты и метилгликолята путем гидролиза метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты, включающий: приведение сырья, включая метилметоксиацетат, метоксиуксусную кислоту и воду, в контакт и взаимодействие с катализатором с получением гликолевой кислоты и метилгликолята,

где указанный катализатор представляет собой любой катализатор, выбранный из группы, состоящей из катализатора на основе твердой кислоты, катализатора на основе жидкой кислоты, катализатора на основе твердого основания и катализатора на основе жидкого основания.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе твердой кислоты представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из кислотного молекулярно-ситового катализатора, кислотного катализатора на основе смолы и кислотного катализатора на основе оксида алюминия; и

указанный кислотный молекулярно-ситовый катализатор включает кислотное молекулярное сито.

3. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанное кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита со структурой MFI, кислотного молекулярного сита со структурой FAU, кислотного молекулярного сита со структурой FER, кислотного молекулярного сита со структурой BEA, кислотного молекулярного сита со структурой MOR и кислотного молекулярного сита со структурой MWW.

4. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанное кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из кислотного молекулярного сита ZSM-5, кислотного молекулярного сита Y, кислотного молекулярного сита ZSM-35, кислотного молекулярного сита β , кислотного молекулярного сита MOR и кислотного молекулярного сита MCM-22.

5. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанное кислотное молекулярное сито представляет собой по меньшей мере одно молекулярное сито, выбранное из группы, состоящей из молекулярного сита ZSM-5 водородного типа, молекулярного сита Y водородного типа, молекулярного сита ZSM-35 водородного типа, молекулярного сита β водородного типа, молекулярного сита MOR водородного типа и молекулярного сита MCM-22 водородного типа.

6. Способ по п. 2, отличающийся тем, что отношение атомов Si/Al указанного кислотного молекулярного сита составляет от 3 до 500.

7. Способ по п. 2, отличающийся тем, что содержание указанного кислотного молекулярного сита в кислотном молекулярно-ситовом катализаторе составляет от 50 масс.% до 100 масс.%.

5 8. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанный кислотный молекулярно-ситовый катализатор дополнительно содержит формообразователь;
указанный формообразователь представляет собой оксид; и
указанный оксид представляет собой оксид, выбранный из группы, состоящей из оксида алюминия и оксида кремния.

10 9. Способ по п. 8, отличающийся тем, что содержание указанного формообразователя в кислотном молекулярно-ситовом катализаторе равняется m , и $0 < m \leq 50$ масс.%.

10. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанный кислотный молекулярно-ситовый катализатор представляет собой свежий кислотный молекулярно-ситовый катализатор и/или регенерированный кислотный молекулярно-ситовый катализатор; и
указанный свежий кислотный молекулярно-ситовый катализатор представляет собой
15 неиспользованный кислотный молекулярно-ситовый катализатор.

11. Способ по п. 10, отличающийся тем, что способ регенерации указанного кислотного молекулярно-ситового катализатора включает:

20 обработку инактивированного кислотного молекулярно-ситового катализатора кислородосодержащим регенерационным газом при температуре от 400°C до 800°C в течение времени от 0,5 ч до 24 ч с получением регенерированного кислотного молекулярно-ситового катализатора,

где объемная доля кислорода в кислородосодержащем регенерационном газе составляет от 0,5% до 50%.

25 12. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанный кислотный катализатор на основе смолы представляет собой любую сильнокислотную катионообменную смолу.

13. Способ по п. 12, отличающийся тем, что каркасная структура сильнокислотной катионообменной смолы представляет собой сополимер стирола и дивинилбензола (ДВБ);
и

30 кислотная группа в сильнокислотной катионообменной смоле представляет собой сульфокислотную группу.

14. Способ по п. 2, отличающийся тем, что указанный кислотный катализатор на основе оксида алюминия представляет собой γ -оксид алюминия.

15. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе жидкой кислоты представляет собой любую кислотную жидкость.

35 16. Способ по п. 15, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе жидкой

кислоты представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из серной кислоты, хлористоводородной кислоты, азотной кислоты и фосфорной кислоты.

5 17. Способ по п. 15, отличающийся тем, что концентрация H^+ в катализаторе на основе жидкой кислоты составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

18. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе твердого основания представляет собой по меньшей мере один катализатор, выбранный из группы, состоящей из гидротальцита, анионообменной смолы и гидроксиапатита.

10 19. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе жидкого основания представляет собой любую щелочную жидкость.

20. Способ по п. 19, отличающийся тем, что указанный катализатор на основе жидкого основания представляет собой любой катализатор, выбранный из группы, состоящей из водного раствора гидроксида натрия, водного раствора гидроксида калия, водного раствора гидроксида кальция и водного раствора гидроксида магния.

15 21. Способ по п. 19, отличающийся тем, что концентрация OH^- в катализаторе на основе жидкого основания составляет от 0,01 моль/л до 10 моль/л.

22. Способ по п. 1, отличающийся тем, что условия реакции являются следующими:

температура реакции составляет от 60°C до 260°C;

давление реакции составляет от 0,1 МПа до 10 МПа; и

20 в сырье отношение общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды составляет от 1:2 до 1:20.

23. Способ по п. 22, отличающийся тем, что указанные условия реакции являются следующими:

температура реакции составляет от 130°C до 200°C;

25 давление реакции составляет от 0,1 МПа до 0,3 МПа; и

в сырье отношение общего числа молей метилметоксиацетата и метоксиуксусной кислоты к числу молей воды составляет от 1:3 до 1:8, и

молярное отношение метилметоксиацетата к метоксиуксусной кислоте составляет от 4:1 до 9:1.

30 24. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанную реакцию проводят в реакторе; и указанный реактор представляет собой любой реактор, выбранный из группы, состоящей из реактора с неподвижным слоем, реактора бакового типа и каталитического дистилляционного реактора.

35 25. Способ по п. 24, отличающийся тем, что указанный реактор включает один реактор с неподвижным слоем или множество реакторов с неподвижным слоем, соединенных

последовательно и/или параллельно; или

указанный реактор включает один реактор бакового типа или множество реакторов бакового типа, соединенных последовательно и/или параллельно; или

указанный реактор включает один каталитический дистилляционный реактор или
5 множество каталитических дистилляционных реакторов, соединенных последовательно и/или параллельно.

26. Способ по п. 24, отличающийся тем, что при применении реактора с неподвижным слоем

среднечасовая объемная скорость подачи (WHSV) метилметоксиацетата и
10 метоксиуксусной кислоты в сырье составляет от $0,1 \text{ ч}^{-1}$ до 3 ч^{-1} .

27. Способ по п. 24, отличающийся тем, что при применении реактора бакового типа скорость перемешивания составляет от 250 об/мин до 350 об/мин; и

время реакции составляет от 1 дня до 3 дней.

28. Способ по п. 24, отличающийся тем, что при применении каталитического
15 дистилляционного реактора

время реакции составляет от 8 ч до 15 ч;

скорость перемешивания составляет от 350 об/мин до 650 об/мин; и

флегмовое число составляет от 1 до 3.

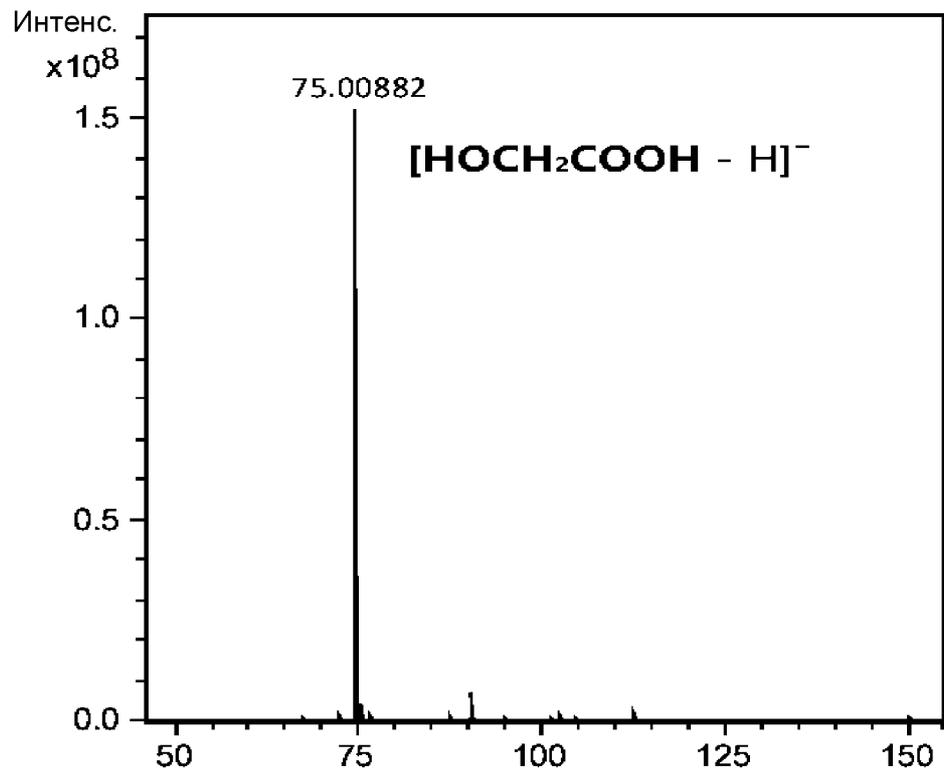
29. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанный метилметоксиацетат в сырье
20 включает свежедобавленное сырье и/или непрореагировавший метилметоксиацетат, оставшийся после отделения продукта; и/или

указанная метоксиуксусная кислота в сырье включает свежедобавленное сырье и/или
непрореагировавшую метоксиуксусную кислоту, оставшуюся после отделения продукта;
и/или

указанная вода в сырье включает свежедобавленное сырье и/или непрореагировавшую
25 воду, оставшуюся после отделения продукта.

30. Способ по п. 1, отличающийся тем, что указанную реакцию проводят в неактивной
атмосфере; и

указанная неактивная атмосфера включает любую атмосферу, выбранную из группы,
30 состоящей из азота и инертного газа.



ФИГУРА 1