



(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)



1-0051107

(51)^{2021.01} C07C 67/54; C07C 69/708

(13) B

(21) 1-2022-05034

(22) 09/08/2022

(30) 10-2021-0104820 09/08/2021 KR

(45) 25/09/2025 450

(43) 27/02/2023 419A

(73) JS1 Co, Ltd (KR)

79 Nakpodanji-gil, Yeosu-si, Jeollanam-do, 59618, Republic of Korea

(72) KIM, Jun Hee (KR); KIM, Byung Jun (KR); KWAK, Min Soo (KR); KWAK, Byoung Kyu (KR); KIM, Eun Seok (KR); BYUN, Young Jin (KR); LEE, Joo Pyung (KR); JEONG, Wan Ju (KR); CHO, June Ho (KR); PARK, Min Gyoo (KR).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT PROPYLEN GLYCOL MONOMETYL ET
AXETAT

(21) 1-2022-05034

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat, và theo phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat này, propylen glycol monometyl ete axetat có thể được sản xuất với tỷ lệ chuyển hóa cao và độ tinh khiết cao bằng cách kiểm soát lượng 2-metoxxy-1-propanol có mặt trong nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Propylen glycol monometyl ete axetat (PMA) là dung môi đại diện cho vật liệu hóa học và vật liệu điện tử được sử dụng trong lĩnh vực chất bán dẫn, màn hình tinh thể lỏng (LCD), và lĩnh vực tương tự.

PMA là PM (propylen glycol monometyl ete) axetat bay hơi tương đối nhanh và có khả năng hòa tan tốt đối với nhựa acrylic, polyester epoxy alkyl và các loại nhựa khác nhau. Ngoài ra, PMA có độ độc thấp và khả năng hòa tan mạnh đối với cả chất phân cực và chất không phân cực và được sử dụng để hòa tan nhiều loại polyme của vật liệu phủ và mực có chất lượng tốt nhất.

Cụ thể, PMA được sử dụng rộng rãi trong sản xuất một số loại sơn có chất lượng cao nhất cho ô tô, TV, tủ lạnh và máy bay, và trong ngành sơn phủ, PMA được sử dụng làm dung môi phụ trợ thiết yếu để tăng độ bền của màng. Ngoài ra, PMA còn là nguyên liệu thô của chất tẩy rửa thủy tinh và được sử dụng rộng rãi để làm dung môi cho các vật liệu điện tử như LCD và lớp cảm quang.

Nói chung, PMA được sản xuất bằng cách cho propylen glycol monometyl ete (PM-1) và axit axetic (AA) tham gia phản ứng este hóa với sự có mặt của chất xúc tác axit trong pha đồng nhất. Tuy nhiên, vì bản thân phản ứng este hóa là phản ứng cân bằng nên có giới hạn về tỷ lệ chuyển hóa có thể đạt được bằng cách thay đổi các điều kiện phản ứng.

Do đó, để gia tăng hệ số chuyển hóa phản ứng, cần nâng cao nhiệt độ vận hành của lò phản ứng và cột chưng cất; tuy nhiên, do tính ăn mòn ở nhiệt độ cao đối với vật

liệu được thể hiện ở gần nhiệt độ sôi của AA (118°C) nên hàm lượng AA thường được làm giảm bằng cách nạp PM-1 với lượng dư thừa vào hệ phản ứng.

Tuy nhiên, khi lượng PM-1 được nạp dư thừa, sẽ xuất hiện thêm điểm đẳng phí nhỏ nhất đối với hệ PM-1 không chuyển hóa /nước ngoài điểm đẳng phí nhỏ nhất đối với hệ PMA/nước để tạo ra giới hạn chung cất, và sự hao hụt PMA và PM-1 xảy ra ở đỉnh của cột chưng cất.

Vì vậy, phương pháp chưng cất đẳng phí nhằm thu thập PMA vào cột chưng cất và tách nước, là sản phẩm phụ cần được sử dụng, và có một vấn đề là quá trình thu thập PMA tinh khiết và quá trình tách nước từ các chất phản ứng chưa phản ứng trong các giai đoạn tiếp theo trở nên phức tạp.

Bằng sáng chế đã đăng ký của Hàn Quốc số 10-1134659 bộc lộ phương pháp sản xuất PMA bằng cách sử dụng phương pháp chưng cất phản ứng và bằng cách sử dụng AA với lượng dư thừa so với số mol PM-1 nhằm giải quyết các vấn đề trên đây.

Tuy nhiên, ngoài vấn đề gia tăng tỷ lệ chuyển hóa, cần phải sử dụng PMA có độ tinh khiết cao hơn cho các vật liệu điện tử hiệu năng cao, và do đó, cần nghiên cứu thêm về phương pháp sản xuất PMA có độ tinh khiết cao trong tình hình hiện nay.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat có tỷ lệ chuyển hóa tuyệt vời và độ tinh khiết cao.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat có độ tinh khiết cao cho vật liệu điện tử, và phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo sáng chế bao gồm bước cho nguyên liệu thô (sau đây, được gọi tắt là PM) bao gồm propylen glycol monometyl ete (sau đây, được gọi tắt là PM-1) phản ứng với axit axetic để tạo ra propylen glycol monometyl ete axetat, trong đó nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete với lượng 99,9% khối lượng hoặc lớn hơn và 2-metoxi-1-propanol với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng nguyên liệu thô.

Tốt hơn là propylen glycol monometyl ete axetat theo một phương án của sáng chế có độ tinh khiết là 99,99% và có thể chứa 2-metoxi-1-propyl axetat với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Propylen glycol monometyl ete theo một phương án của sáng chế có thể được sản xuất bằng cách cho propylen oxit phản ứng với metanol.

Nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete theo một phương án của sáng chế có thể là chất được tạo ra bằng cách tách và tinh chế nhờ chưng cất.

Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo một phương án của sáng chế bao gồm các bước:

cho propylen glycol monometyl ete phản ứng với axit axetic bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

xả các chất phản ứng chưa phản ứng và nước tạo ra ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất, và xả axit carboxylic chưa phản ứng và propylen glycol monometyl ete axetat chứa tạp chất ở đáy cột chưng cất thứ nhất;

tách các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai, và tái chế các chất phản ứng chưa phản ứng vào lò phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất;

tách axit axetic chưa phản ứng được xả ra ở đáy cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba; và

tách vật liệu đã tách được xả ra ở đáy cột chưng cất thứ ba thành propylen glycol monometyl ete axetat và tạp chất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư, và

axit axetic chảy vào lò phản ứng thứ nhất có thể được nạp vào lò phản ứng thứ nhất với lượng dư thừa so với số mol propylen glycol monometyl ete, cột chưng cất thứ nhất có thể là cột chưng cất phản ứng.

Theo một phương án của sáng chế, tốt hơn là nhiệt độ ở đáy cột của cột chưng cất thứ tư nằm trong khoảng từ 80°C đến 100°C.

Theo một phương án của sáng chế, phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat có thể bao gồm các bước:

tách axit axetic chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba; và

tách vật liệu đã tách được xả ra ở đáy cột chưng cất thứ ba thành propylen glycol monometyl ete axetat và tạp chất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư, và

axit axetic chảy vào lò phản ứng thứ nhất có thể được nạp vào lò phản ứng thứ nhất với lượng dư thừa so với số mol propylen glycol monometyl ete, trong khi cột chưng cất thứ nhất có thể là cột chưng cất phản ứng.

Theo một phương án của sáng chế, tốt hơn là nhiệt độ ở đáy cột của cột chưng cất thứ tư nằm trong khoảng từ 80°C đến 100°C

Theo một phương án của sáng chế, phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete có thể còn bao gồm bước để axit carboxylic chưa phản ứng được tách từ cột chưng cất thứ ba chảy vào cột chưng cất thứ hai.

Đối với phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo một phương án của sáng chế, tỷ lệ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete có thể là 95% hoặc cao hơn.

Theo một phương án của sáng chế, đối với phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat, propylen glycol monometyl ete axetat có độ tinh khiết cao hơn có thể được sản xuất bằng cách kiểm soát lượng 2-metoxi-1-propanol, là một trong những tạp chất có mặt trong nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete được dùng làm chất khởi đầu cho phản ứng này.

Tức là, theo phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo một phương án của sáng chế, propylen glycol monometyl ete axetat có độ tinh khiết cao hơn có thể được sản xuất bằng cách kiểm soát lượng 2-metoxi-1-propanol, là một trong những tạp chất có mặt trong nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete, và do đó làm giảm lượng 2-metoxi-1-propyl axetat được tạo ra từ 2-metoxi-1-propanol.

Ngoài ra, trong phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo sáng chế, tỷ lệ chuyển hóa propylen glycol monometyl ete có thể tăng lên đáng kể

ngay cả ở nhiệt độ và áp suất hoạt động thấp bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất.

Ngoài ra, trong phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo sáng chế, bằng cách nạp axetat với lượng dư thừa để triệt tiêu điểm đẳng phí giữa propylen glycol monometyl ete và nước được tạo ra, các quá trình tách tiếp theo có thể được thực hiện một cách thuận lợi hơn, và propylen glycol monometyl ete axetat có thể được tách một cách hiệu quả, làm cho phương pháp này có hiệu quả kinh tế cao.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ kèm theo

FIG. 1 là sơ đồ dưới dạng giản đồ của quy trình trong phương pháp sản xuất PMA theo các phương án của sáng chế.

FIG. 2 là sơ đồ dưới dạng giản đồ của cột chưng cất phản ứng mang chất xúc tác theo các phương án của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn. Trừ khi được định nghĩa khác, các thuật ngữ kỹ thuật và thuật ngữ khoa học được sử dụng tại thời điểm này có nghĩa được hiểu theo cách thông thường bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật mà sáng chế này, và các mô tả về các chức năng và cấu hình đã biết có thể làm cho ý chính của sáng chế không rõ ràng sẽ không được đưa ra trong phần mô tả sau đây.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat có độ tinh khiết cao và tốt hơn là có thể được sử dụng làm dung môi cho các ứng dụng điện tử.

Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo sáng chế bao gồm các bước:

cho nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete phản ứng với axit axetic để tạo ra propylen glycol monometyl ete axetat,

trong đó nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete chứa propylen glycol monometyl ete với lượng 99,9% khối lượng hoặc lớn hơn và bao gồm 2-

metoxy-1-propanol với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng nguyên liệu thô.

Trong khi thực hiện nghiên cứu về phương pháp sản xuất PMA mà có thể gia tăng độ tinh khiết của propylen glycol monometyl ete axetat (sau đây, được gọi tắt là PMA), các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng độ tinh khiết của PMA đã tạo ra được kiểm soát bằng cách kiểm soát lượng 2-metoxi-1-propanol (sau đây, được gọi tắt là PM-2) có mặt trong nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete, được dùng làm chất PMA khởi đầu, do đó, đã hoàn thành sáng chế.

Nguyên liệu thô được sử dụng tại thời điểm sản xuất PMA chứa nhiều tạp chất khác nhau như PM-2 và các hợp chất khác ngoài propylen glycol monometyl ete; tuy nhiên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng khác với các tạp chất khác, lượng PM-2 có ảnh hưởng đáng kể đến độ tinh khiết của PMA, và các tác giả sáng chế đã tạo ra PMA có độ tinh khiết cao bằng cách kiểm soát lượng PM-2. Điều này được suy đoán rằng độ tinh khiết của PMA đã tăng lên đáng kể bằng cách làm giảm sự tạo thành 2-metoxi-1-propyl axetat (sau đây, được gọi tắt là PMA-2) bằng cách kiểm soát lượng PM-2 có mặt trong PM, là vật liệu khởi đầu theo sáng chế. Tức là, rất khó để tách và tinh chế của PMA từ PMA-2, là tạp chất được tạo ra từ PM-2. Do đó, các tác giả sáng chế đã cho rằng bằng cách kiểm soát lượng PM-2 có mặt trong PM, là nguyên liệu thô, việc tạo ra PMA-2 bị triệt tiêu, và độ tinh khiết của PMA được gia tăng.

Tốt hơn là trong phương pháp sản xuất PMA theo sáng chế, lượng PM-2 có mặt trong nguyên liệu thô (PM) có thể là 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,004% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,001% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và lượng PM-1 có mặt trong nguyên liệu thô này có thể là 99,9% khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là 99,95% khối lượng hoặc lớn hơn, so với tổng khối lượng nguyên liệu thô.

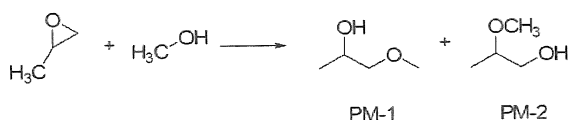
Bằng cách sử dụng nguyên liệu thô chứa PM-2 với hàm lượng được kiểm soát làm vật liệu ban đầu cho phản ứng, PMA theo một phương án của sáng chế có thể có độ tinh khiết là 99,99% và tốt hơn nếu có độ tinh khiết là 99,993%, và tốt hơn nữa là 99,995%.

PMA theo một phương án của sáng chế có thể chứa PMA-2 với lượng là 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng PMA, và tốt hơn nếu lượng PMA-2 là 0,004% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,001% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Đối với nguyên liệu thô chứa PM-1 theo một phương án của sáng chế, phương pháp sản xuất nguyên liệu thô này không bị giới hạn cụ thể, miễn đó là phương pháp mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực tổng hợp hữu cơ công nhận; tuy nhiên, cụ thể là, nguyên liệu thô này có thể được tạo ra bằng cách cho propylen oxit phản ứng với metanol.

Cụ thể là, nguyên liệu thô chứa PM-1 theo một phương án của sáng chế có thể được sản xuất bằng công thức phản ứng dưới đây 1:

[Công thức phản ứng 1]

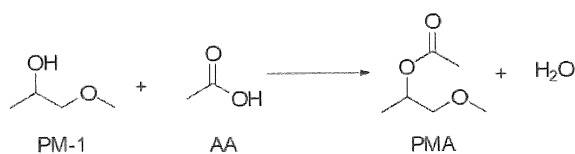


Phản ứng theo công thức phản ứng 1 có thể được thực hiện với sự có mặt của chất xúc tác, và chất xúc tác này có thể là chất xúc tác muối rắn gốc nhựa kiềm, chất xúc tác bazơ, hoặc chất xúc tác tương tự; tuy nhiên, không có hạn chế đối với chất xúc tác này.

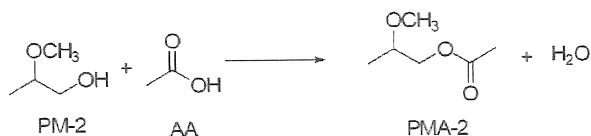
Nguyên liệu thô (được gọi tắt là PM) chứa PM-1 được tạo ra bằng công thức phản ứng 1 có thể bao gồm PM-2 dưới dạng tạp chất ngoài PM-1, và độ tinh khiết của PMA được tạo ra từ PM có thể được gia tăng bằng cách kiểm soát lượng PM-2.

Theo một phương án của sáng chế, PMA được tạo ra bằng công thức phản ứng 2 sau đây, tương đương với phản ứng este hóa, và đã suy đoán rằng phản ứng tạo ra PM-2 có trong nguyên liệu thô này được thực hiện bằng công thức phản ứng 3 sau đây:

[Công thức phản ứng 2]



[Công thức phản ứng 3]



Do đó, trong phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế, độ tinh khiết của PMA đã tạo ra bằng phản ứng giữa PM-1 và AA như được thể hiện trong công thức phản ứng 2 có thể tăng lên đáng kể bằng cách kiểm soát lượng PM-2 có trong nguyên liệu thô được tạo ra bằng công thức phản ứng 1.

Tốt hơn là bằng cách kiểm soát nguyên liệu thô chứa PM-1, được sử dụng làm vật liệu ban đầu cho công thức phản ứng 2 theo sáng chế, chứa PM-2 với lượng bằng 0005% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng nguyên liệu thô chứa tạp chất, có thể được sản xuất PMA có độ tinh khiết tăng lên đáng kể.

Theo một phương án của sáng chế, nguyên liệu thô chứa PM-2 với hàm lượng được kiểm soát có thể được sản xuất bằng cách tách và tinh chế hỗn hợp chứa PM-1 được tạo ra bằng công thức phản ứng 1 được mô tả trên đây, bằng phương pháp đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Ví dụ, nguyên liệu thô có độ tinh khiết được điều chỉnh theo một phương án của sáng chế có thể được sản xuất bằng cách điều chỉnh nhiệt độ phản ứng, thời gian phản ứng, tỷ lệ hồi lưu, và yếu tố tương tự đối với công thức phản ứng 1 được mô tả trên đây, và không có giới hạn về các yếu tố này.

Tốt hơn là đối với độ tinh khiết của nguyên liệu thô theo một phương án của sáng chế, nguyên liệu thô này có thể được sản xuất bằng cách tách và tinh chế hỗn hợp chứa PM-1 được tạo ra bằng công thức phản ứng được mô tả trên đây 1 bằng cách chưng cất, và do đó, thu được nguyên liệu thô (PM) chứa PM-2 với hàm lượng đã được điều chỉnh là tạp chất.

Ngoài ra, theo sáng chế, không chỉ có thể sản xuất PMA có độ tinh khiết cao, mà còn có thể sản xuất PMA có độ tinh khiết cao với tỷ lệ chuyển hóa tăng hơn nữa bằng cách sử dụng một lò phản ứng và một cột chưng cất phản ứng.

Ngoài ra, theo sáng chế, có thể sản xuất PMA có độ tinh khiết cao với tỷ lệ chuyển hóa tăng lên đáng kể bằng cách sử dụng một lò phản ứng và một cột chưng cất

phản ứng đồng thời điều chỉnh lượng PM-2 trong PM, và bằng cách sử dụng axit axetic đã được nạp vào hệ thống này với lượng dư thừa so với số mol PM-1 có mặt trong PM.

Cụ thể là, phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế bao gồm các bước:

cho nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete phản ứng với axit axetic bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

xả các chất phản ứng chưa phản ứng và nước tạo ra ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất và xả axit carboxylic chưa phản ứng và propylen glycol monometyl ete axetat chứa tạp chất ở đáy cột chưng cất thứ nhất;

tách các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái chế các chất phản ứng chưa phản ứng vào lò phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất;

tách axit axetic chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba; và

tách vật liệu đã tách được xả ra ở đáy cột chưng cất thứ ba thành propylen glycol monometyl ete axetat và tạp chất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư,

trong đó nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete chứa propylen glycol monometyl ete với lượng 99,9% khối lượng hoặc lớn hơn và 2-metoxi-1-propanol với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng nguyên liệu thô,

axit axetic chảy vào lò phản ứng thứ nhất có thể được nạp vào lò phản ứng thứ nhất với lượng dư thừa so với số mol propylen glycol monometyl ete, và cột chưng cất thứ nhất có thể là cột chưng cất phản ứng.

Theo một phương án của sáng chế, phản ứng este hóa có thể đạt đến trạng thái cân bằng trước khi chất phản ứng chảy vào cột chưng cất thứ nhất (V-100), và theo một phương án của sáng chế, lò phản ứng thứ nhất (R-100) có thể là lò phản ứng cố định (FBR) mang chất xúc tác. Cụ thể hơn, lò phản ứng thứ nhất (R-100) theo sáng chế có thể là lò phản ứng cố định (FBR) mang chất xúc tác dị thể. Ngoài ra, bằng cách sử dụng

dụng chất xúc tác dị thể, việc bổ sung chất xúc tác này là không cần thiết cho đến khi thời gian hoạt động của chất xúc tác này kết thúc, có thể thiết kế lò phản ứng và cột chưng cất phản ứng ở các giai đoạn sau bằng vật liệu có khả năng chống ăn mòn thấp, và các chất trung hòa bổ sung để loại bỏ chất xúc tác dư thừa là không cần thiết.

Ngoài ra, hoạt động được cho phép ở điều kiện nhiệt độ thấp so với trường hợp hoạt động bằng cách sử dụng chất xúc tác đồng nhất, và lượng tạp chất tạo ra được giảm thiểu.

Đối với phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế, cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể bao gồm tất cả các dạng cột chưng cất phản ứng có khả năng phản ứng với PM-1 đã đi qua lò phản ứng thứ nhất (R-100) cùng với axit axetic, xả các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra ở đỉnh, và xả axit axetic chưa phản ứng và PMA chứa tạp chất ở đáy.

Tức là, trong phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế, cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể là cột chưng cất phản ứng xả các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra ở đỉnh cột và xả axit axetic chưa phản ứng và PMA chứa tạp chất ở đáy cột.

Không có giới hạn, để thực hiện đồng thời phản ứng và phân tách như được thể hiện trong FIG. 2, cột chưng cất thứ nhất có thể là cột chưng cất phản ứng ở dạng cột được nạp chất xúc tác, bao gồm tất cả các loại vật liệu có thể được đóng gói trong một cột, ví dụ, vật liệu cấu trúc và vật liệu kiểu Bale. Cụ thể là, ở cột chưng cất thứ nhất (V-100), phản ứng có thể xảy ra trong vùng phản ứng nơi chất xúc tác được nạp vào, và đồng thời, bước tách sản phẩm và chất phản ứng chưa phản ứng có thể được thực hiện trong vùng tinh cất và vùng xả, được bố trí bên trên và bên dưới vùng phản ứng, như thể hiện trong Fig. 2.

Nói chung, vì phản ứng este hóa để tạo ra PMA là phản ứng cân bằng như phản ứng được mô tả bởi công thức phản ứng 2 nên có những hạn chế về tỷ lệ chuyển đổi có thể thu được trong các điều kiện phản ứng. Tuy nhiên, trong cột chưng cất thứ nhất (V-100) theo sáng chế, vì sản phẩm được tách bằng cột ngay khi được tạo ra, và áp suất riêng phần của sản phẩm được giảm trong lớp xúc tác cột nên tỷ lệ tạo ra sản phẩm được tăng lên theo nguyên tắc Le Chatelier và tỷ lệ chuyển hóa có thể được tối đa hóa.

Tại thời điểm này, khi tỷ lệ chuyển hóa được xác định bằng cách lấy chất phản ứng PMA làm chất phản ứng giới hạn, tỷ lệ chuyển hóa như sau.

[Phương trình 1]

Tổng tỷ lệ chuyển hóa của PM-1 (%) = [Lượng dòng PM-1 chảy vào lò phản ứng - lượng dòng PM-1 chảy ra từ cột chưng cất thứ nhất]/[Lượng dòng PM-1 chảy vào lò phản ứng] × 100

Khi tỷ lệ chuyển hóa PM-1 đối với phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế được gia tăng, lượng tái chế sẽ giảm đáng kể, do đó, lượng cung cấp có thể được điều chỉnh một cách hiệu quả.

Khi tỷ lệ chuyển hóa được gia tăng, độ hao hụt PM-1 ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất (V-100) được giảm xuống, và không tồn tại điểm đẳng phí nhỏ nhất giữa PM-1 chưa chuyển hóa và nước được tạo ra.

Do đó, độ hao hụt PMA ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể được giảm thiểu, và theo ví dụ không giới hạn, tỷ lệ PMA hao hụt ở đỉnh trong lượng PMA được tạo ra từ cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể là cao hơn khoảng từ 0% khối lượng đến 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là cao hơn khoảng từ 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, AA chưa phản ứng và PMA chứa tạp chất có thể được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) theo sáng chế. Tạp chất này có thể bao gồm PMA, là sản phẩm đích theo sáng chế, và các chất khác, và không bị giới hạn ở đó, tạp chất này có thể chứa kim loại.

Lượng tạp chất có trong PMA được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể cao hơn khoảng từ 0% khối lượng đến 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là cao hơn khoảng từ 0% khối lượng đến 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn; tuy nhiên, hàm lượng này không bị giới hạn trong phạm vi này.

Phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế có ưu điểm là bằng cách giảm thiểu lượng PM-1 trong các chất phản ứng chưa phản ứng được xả ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất (V-100), điểm đẳng phí nhỏ nhất giữa nước được tạo ra và PM-1 không được tạo ra, không cần thiết phải cung cấp thêm dung môi đẳng phí hoặc thiết

bị chưng cất đẳng phí, và bước tách tiếp theo là thu lấy PM-1 chưa chuyển hóa và dung môi đẳng phí là không cần thiết.

Ngoài ra, các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra có thể được tách ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai (V-200), và các chất phản ứng chưa phản ứng được tách ra từ cột chưng cất thứ hai (V-200) có thể được tái chế vào lò phản ứng thứ nhất (R-100) hoặc cột chưng cất thứ nhất (V-100). Hầu hết các chất phản ứng chưa phản ứng được tái chế vào lò phản ứng thứ nhất (R-100) là AA, và có thể có PM-1 với lượng vết.

AA đã tái chế có thể phản ứng lại với PM-1 ở lò phản ứng thứ nhất (R-100) và cột chưng cất thứ nhất (V-100) để tạo ra PMA.

AA chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) theo một phương án của sáng chế đóng vai trò là chất giới hạn trong việc sản xuất PMA có độ tinh khiết cao cho vật liệu điện tử, và để tách AA chưa phản ứng này, có thể cung cấp cột chưng cất riêng.

Tức là, AA chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) theo một phương án của sáng chế có thể được tách ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba (V-300) ở điều kiện có áp suất, và trong bản mô tả này, điều kiện có áp suất có nghĩa là điều kiện áp suất của áp suất bình thường hoặc cao hơn.

Nói chung, để tách hai chất có nhiệt độ sôi tương tự nhau, phải tiến hành chưng cất ở áp suất giảm để sự chênh lệch về mức độ bay hơi tương đối trở nên lớn và tách dễ dàng hơn. Tuy nhiên, đối với PMA theo PMA và AA, bước tách có thể đạt được hiệu quả hơn khi áp suất được gia tăng. Các điều kiện áp suất được mô tả trên đây có thể là điều kiện áp suất bất kỳ có áp suất bình thường hoặc cao hơn, trong đó PMA theo sáng chế và AA có thể được tách ra; tuy nhiên, áp suất có thể được thiết lập bằng cách xem xét vấn đề phân hủy bằng nhiệt ở nhiệt độ cao có thể xảy ra khi nhiệt độ đáy cột của cột chưng cất thứ ba (V-300) gia tăng khi tăng áp suất tăng lên.

Các điều kiện áp suất có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 4,0 bar, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,0 bar là ví dụ không giới hạn.

Ngoài ra, ở cột chưng cất thứ ba theo một phương án của sáng chế, AA chưa phản

ứng và PMA được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) cũng có thể được tách ra bằng cách kiểm soát nhiệt độ của cột chưng cất thứ ba ngoài việc điều áp, và tốt hơn là nhiệt độ đáy cột của cột chưng cất thứ ba nằm trong khoảng từ 80°C đến 110°C, tốt hơn là từ 80°C đến 95°C, và tốt hơn nữa là từ 80°C đến 90°C.

AA chưa phản ứng và PMA chứa tạp chất có thể được tách ra bằng cột chưng cất thứ ba (V-300) theo sáng chế, do đó, có thể sản xuất PMA có độ tinh khiết cao cho vật liệu điện tử, và thiết kế theo sáng chế là nạp AA vào lò phản ứng thứ nhất (R-100) với lượng dư thừa so với số mol PM-1 có thể thu được.

Khi phương pháp thông thường để sản xuất PMA được vận hành ở điều kiện nạp PM-1 với lượng dư thừa, PM-1 và nước được tạo ra mà đã đi qua lò phản ứng tạo ra điểm đẳng phí nhỏ nhất và tạo ra ranh giới chưng cất cùng với điểm đẳng phí nhỏ nhất giữa PMA và nước được tạo ra, và do đó, sự hao hụt PMA và PM-1 xảy ra ở đỉnh của cột chưng cất.

Ngoài ra, khi dự định nạp AA với lượng dư thừa, sự phân hủy AA theo nhiệt độ hoạt động tại lò phản ứng hoặc cột chưng cất gây ra sự cố và có thể có những hạn chế trong việc sản xuất sản phẩm có độ tinh khiết cao thông qua bước tách AA và PMA trong bước tách tiếp theo. Tuy nhiên, trong phương pháp sản xuất PMA theo sáng chế, lượng PM-1 chưa phản ứng đi qua lò phản ứng thứ nhất (R-100) và cột chưng cất thứ nhất (V-100), được hoạt động ở nhiệt độ thấp được giảm thiểu để ngăn chặn việc hình thành ranh giới chưng cất, và AA chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất (V-100) được loại bỏ một cách hữu ích bằng cách vận hành cột chưng cất thứ ba (V-300) ở điều kiện có áp suất hoặc ở điều kiện nhiệt độ được kiểm soát để có thể thực hiện việc nạp AA ban đầu với lượng dư thừa, có thể gây ra sự cố trong quá trình sản xuất PMA có độ tinh khiết cao cho vật liệu điện tử.

Tức là, phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế có thể được thực hiện bằng cách nạp AA với lượng dư thừa, trong số các chất phản ứng ban đầu chảy vào, so với số mol PM-1. Trong bản mô tả này, nạp với lượng dư thừa có nghĩa là số mol AA được tạo ra dư thừa so với số mol PM-1 bằng cách điều chỉnh tỷ lệ mol giữa PM-1 và AA, là những chất phản ứng chảy vào lò phản ứng thứ nhất (R-100). Phương pháp sản xuất PMA có thể là phương pháp trong đó lượng AA được nạp

vào nằm trong khoảng từ 1,01 đến 1,5 mol, và tốt hơn là từ 1,1 đến 1,3 mol, so với 1 mol PM-1 là ví dụ không giới hạn.

PMA đã đi qua cột chưng cất thứ ba (V-300) theo sáng chế có thể chứa tạp chất, và để loại bỏ các tạp chất này, có thể cung cấp cột chưng cất thứ tư (V-400). Cột chưng cất thứ tư (V-400) theo sáng chế bao gồm tất cả các dạng đóng vai trò tách PMA tinh khiết ra khỏi tạp chất có trong PMA.

Ví dụ, cột chưng cất thứ tư (V-400) theo sáng chế có thể tách PMA tinh khiết ở đỉnh cột và tách tạp chất nặng ở đáy cột.

Do đó, theo một phương án của sáng chế, nhiệt độ đáy của cột chưng cất thứ tư có thể nằm trong khoảng từ 80°C đến 100°C, và tốt hơn là từ 85°C đến 95°C, để thu được PMA có độ tinh khiết cao hơn, và cụ thể là nằm trong khoảng từ 85°C đến 90°C.

PMA theo một phương án của sáng chế có thể được sản xuất từ lò phản ứng thứ nhất và các cột chưng cất thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư, và PMA này có thể là PMA có độ tinh khiết cao cho vật liệu điện tử chứa AA với hàm lượng thấp.

Lượng AA theo một phương án của sáng chế bao gồm tất cả các phạm vi đáp ứng PMA cho vật liệu điện tử theo sáng chế, và là ví dụ không giới hạn, PMA này có thể là PMA chứa AA với hàm lượng 20 ppm theo khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, lượng PMA-2 trong PMA được tạo ra theo một phương án của sáng chế có thể là 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 0,004% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,001% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và hàm lượng kim loại có thể là 20ppb hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là 10ppb hoặc nhỏ hơn.

Nhiệt độ phản ứng của lò phản ứng thứ nhất (R-100) theo một phương án của sáng chế bao gồm tất cả các điều kiện nhiệt độ trong khoảng nhiệt độ thấp mà AA không bị phân hủy, và nhiệt độ phản ứng tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60°C đến 90°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70°C đến 80°C.

Trong phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế, nhiệt độ đáy cột và áp suất đỉnh cột của cột chưng cất thứ nhất (V-100) bao gồm tất cả các điều kiện nhiệt độ và áp suất để tạo ra PMA theo sáng chế. Theo một phương án không giới hạn, nhiệt độ đáy cột của cột chưng cất thứ nhất (V-100) có thể nằm trong khoảng từ

80°C đến 110°C, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 90°C đến 100°C, và áp suất nằm trong khoảng từ 0,13 đến 0,27 bar, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,13 đến 0,2 bar.

Do đó, trong phương pháp sản xuất PMA theo một phương án của sáng chế, tỷ lệ chuyển hóa PM-1 có thể là 95% hoặc cao hơn, tốt hơn là 98% hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là 99% hoặc cao hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, các ví dụ và các ví dụ so sánh theo sáng chế sẽ được mô tả. Tuy nhiên các ví dụ sau đây được đưa ra nhằm mục đích minh họa các phương án được ưu tiên theo sáng chế, và sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ dưới đây.

[Các ví dụ 1 đến 3 và các ví dụ so sánh 1 và 2]

Tạo ra nguyên liệu thô

Propylen oxit và metanol được trộn với nhau theo một tỷ lệ nhất định để tạo ra propylen glycol monometyl ete trong lò phản ứng dạng ống liên tục, và propylen glycol monometyl ete được tách và tinh chế bằng cách sử dụng hai cột chưng cất. Metanol với lượng dư thừa và tạp chất có điểm sôi thấp được loại bỏ ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất, và các điều kiện chưng cất được thay đổi bằng cách đặt tỷ lệ hồi lưu của cột chưng cất thứ hai nằm trong khoảng từ 1 đến 10 và tỷ lệ thu hồi ở đỉnh cột chưng cất nằm trong khoảng từ 80% đến 85%. Do đó, tạo ra nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete.

Hàm lượng của propylen glycol metyl ete thu được và các tạp chất được thể hiện trong bảng 1 sau đây.

[Bảng 1]

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
PM-1 (% khối lượng)	99,9960	99,9995	99,9981	99,972	99,9880
PM-2 (% khối lượng)	0,0040	0,0005	0,0005	0,028	0,0120

Thành phần khác (% khối lượng)	-	-	0,0014	-	-
--------------------------------	---	---	--------	---	---

[Các ví dụ 4 đến 6]

Tạo ra PMA bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất

Nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete (PM-1) được tạo ra trong các ví dụ 1 đến 3 được trộn với axit axetic (AA) theo tỷ lệ mol là 1:1,3, và hỗn hợp này được sử dụng làm nguyên liệu thô. Khi nguyên liệu thô này được phản ứng chủ yếu trong lò phản ứng cố định (FBR), propylen glycol monometyl ete (PM-1) được chuyển thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA). Sản phẩm được tạo ra tại thời điểm này được nạp liên tục vào cột chưng cất thứ nhất đóng vai trò là cột chưng cất phản ứng có chất xúc tác được đóng gói ở phần giữa của cột chưng cất này. Tại thời điểm này, về điều kiện vận hành của cột chưng cất thứ nhất, nguyên liệu thô được nạp liên tục trong khi vẫn duy trì áp suất đỉnh ở 0,173319 bar và nhiệt độ của đáy cột ở 98°C. Sản phẩm trên cùng của cột chưng cất thứ nhất được nạp vào cột chưng cất thứ hai và được tách trong điều kiện áp suất giảm ở 0,5 bar, do đó, sản phẩm dưới cùng được nạp lần nữa vào cột chưng cất thứ nhất, và sản phẩm trên cùng được loại bỏ.

Sau đó, sản phẩm dưới cùng của cột chưng cất thứ nhất được nạp vào cột chưng cất thứ ba và được tách ra trong điều kiện áp suất gia tăng ở 1,1 bar. Tại thời điểm này, tỷ lệ hồi lưu ở đỉnh cột được duy trì ở 120,0.

Sản phẩm dưới cùng của cột chưng cất thứ ba được nạp vào cột chưng cất thứ tư và sau đó được tách ra trong điều kiện áp suất giảm ở 0,1 bar và ở nhiệt độ ở đáy cột nằm trong khoảng từ 95°C. Tại thời điểm này, tỷ lệ hồi lưu đỉnh cột được duy trì ở 80.

Tỷ lệ hồi lưu của cột top như được thể hiện trong FIG. 2 được duy trì ở 1,6. Kết quả thu được bằng cách phân tích sản phẩm tương ứng với mỗi số trong FIG. 1 bằng phương pháp sắc ký khí được trình bày trong các bảng 2 đến 4 dưới đây, và 99,9% hoặc lớn hơn của propylen glycol monometyl ete (PM-1) được chuyển thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

[Các ví dụ so sánh 3 và 4]

Tạo ra PMA bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất

PMA được tạo ra theo cách tương tự như trong các ví dụ 4 đến 6, ngoại trừ việc mỗi PM được tạo ra trong các ví dụ so sánh 1 và 2 được sử dụng trong các ví dụ 4 đến 6 thay vì PM được tạo ra trong các ví dụ 1 đến 3, và kết quả được thể hiện trong các bảng 5 và 6 dưới đây.

Propylen glycol monometyl ete (PM-1) với lượng 99,9% hoặc lớn hơn được chuyển thành propylen glycol monometyl ete axetat (PMA).

[Bảng 2]

	Ví dụ 4				
	1 (% khối lượng)	3 (% khối lượng)	5 (% khối lượng)	9 (% khối lượng)	10 (% khối lượng)
PM-1	99,9960	31,2503	0,0001	0,0000	0,0000
PM-2	0,0040	0,0001	0,0000	0,0000	0,0000
AA	0,0000	29,3462	2,5492	0,0088	0,0000
PMA	0,0000	39,2801	97,0300	99,5302	99,9917
PMA-2	0,0000	0,0032	0,0039	0,0040	0,0038
Khác	0,0000	0,1201	0,4167	0,4570	0,0045
Tổng số	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

[Bảng 3]

	Ví dụ 5				
	1(% khối lượng)	3(% khối lượng)	5(% khối lượng)	9(% khối lượng)	10(% khối lượng)
PM-1	99,9995	31,2586	0,0001	0,0000	0,0000
PM-2	0,0005	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
AA	0,0000	29,3363	2,5484	0,0087	0,0000
PMA	0,0000	39,2871	97,0345	99,5343	99,9953

PMA-2	0,0000	0,0004	0,0005	0,0005	0,0005
Khác	0,0000	0,1176	0,4165	0,4566	0,0042
Tổng số	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

[Bảng 4]

	Ví dụ 6				
	1(% khối lượng)	3(% khối lượng)	5(% khối lượng)	9(% khối lượng)	10(% khối lượng)
PM-1	99,9981	29,2607	0,0000	0,0000	0,0000
PM-2	0,0005	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
AA	0,0000	27,9954	2,2754	0,0082	0,0000
PMA	0,0000	42,6280	97,3096	99,5447	99,9950
PMA-2	0,0000	0,0004	0,0005	0,0005	0,0004
Khác	0,0014	0,1155	0,4145	0,4466	0,0046
Tổng số	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

[Bảng 5]

	Ví dụ so sánh 3				
	1(% khối lượng)	3(% khối lượng)	5(% khối lượng)	9(% khối lượng)	10(% khối lượng)
PM-1	99,9720	31,2692	0,0001	0,0000	0,0000
PM-2	0,0280	0,0008	0,0000	0,0000	0,0000
AA	0,0000	29,2942	2,5268	0,0087	0,0000
PMA	0,0000	39,3007	96,2338	98,7114	99,9697
PMA-2	0,0000	0,0227	0,0274	0,0283	0,0263
Khác	0,0000	0,1125	1,2119	1,2516	0,0040

Tổng số	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
---------	--------	--------	--------	--------	--------

[Bảng 6]

	Ví dụ so sánh 4				
	1(% khối lượng)	3(% khối lượng)	5(% khối lượng)	9(% khối lượng)	10(% khối lượng)
PM-1	99,9880	31,2614	0,0001	0,0000	0,0000
PM-2	0,0120	0,0003	0,0000	0,0000	0,0000
AA	0,0000	29,3217	2,5275	0,0087	0,0000
PMA	0,0000	39,2905	96,2479	98,7267	99,9843
PMA-2	0,0000	0,0098	0,0118	0,0121	0,0113
Khác	0,0000	0,1163	1,2127	1,2525	0,0044
Tổng số	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Như được thể hiện trong các bảng 2 đến 6, có thể thấy rằng khi lượng PM-2 có trong PM (nguyên liệu thô bao gồm PM-1) theo sáng chế được kiểm soát, độ tinh khiết của PMA được tạo ra theo sáng chế đã được tăng lên đáng kể.

Cụ thể là, rất khó để tạo ra PMA có độ tinh khiết từ 99,99% hoặc cao hơn trong trong lĩnh vực kỹ thuật có liên quan; tuy nhiên, PMA có độ tinh khiết từ 99,99% hoặc cao hơn có thể được sản xuất bằng cách phương pháp sản xuất PMA theo sáng chế, bằng cách kiểm soát lượng PM-2 có trong PM, là nguyên liệu thô được sử dụng để tạo ra PMA.

Cụ thể là, trong phương pháp sản xuất PMA theo sáng chế, lượng PMA-2 (2-metoxi-1-propyl axetat), là tạp chất có trong PMA được tạo ra, được giảm xuống bằng cách kiểm soát lượng PM-2 có mặt là tạp chất trong PM, và do đó, PMA được tạo ra là thích hợp để làm dung môi cho vật liệu điện tử, cần phải có độ tinh khiết cao.

Các phương án của sáng chế đã được mô tả chi tiết như được mô tả trên đây; tuy nhiên, người có hiểu biết trung bình bất kỳ trong lĩnh vực kỹ thuật mà sáng chế này hoàn thành sẽ có thể thực hiện các sửa đổi khác nhau theo sáng chế mà không tách rời

khỏi ý tưởng và phạm vi của sáng chế như đã nêu trong bộ yêu cầu bảo hộ kèm theo. Do đó, sửa đổi bất kỳ của các phương án theo sáng chế nên được hiểu là phải được duy trì trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete phản ứng với axit axetic để tạo ra propylen glycol monometyl ete axetat, nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete với lượng 99,9% khối lượng hoặc lớn hơn và 2-metoxi-1-propanol với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn tính trên tổng khối lượng nguyên liệu thô, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

cho propylen glycol monometyl ete phản ứng với axit axetic bằng cách sử dụng lò phản ứng thứ nhất và cột chưng cất thứ nhất;

xả các chất phản ứng chưa phản ứng và nước tạo ra ở đỉnh cột chưng cất thứ nhất và xả axit carboxylic chưa phản ứng và propylen glycol monometyl ete axetat chứa tạp chất ở đáy cột chưng cất thứ nhất;

tách các chất phản ứng chưa phản ứng và nước được tạo ra bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ hai và tái chế các chất phản ứng chưa phản ứng vào lò phản ứng thứ nhất hoặc cột chưng cất thứ nhất;

tách axit axetic chưa phản ứng được xả ở đáy cột chưng cất thứ nhất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ ba; và

tách vật liệu tách được xả ở đáy cột chưng cất thứ ba thành propylen glycol monometyl ete axetat và tạp chất bằng cách sử dụng cột chưng cất thứ tư,

trong đó axit axetic chảy vào lò phản ứng thứ nhất được nạp với lượng dư thừa so với số mol propylen glycol monometyl ete, cột chưng cất thứ nhất là cột chưng cất phản ứng, cột chưng cất thứ ba có nhiệt độ đáy cột từ 80 đến 100 °C, và cột chưng cất thứ tư có nhiệt độ đáy cột từ 80 đến 100 °C.

2. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm 1, trong đó propylen glycol monometyl ete axetat này có độ tinh khiết là 99,99%.

3. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm 1, trong đó propylen glycol monometyl ete axetat này chứa 2-metoxi-1-propyl axetat với hàm lượng 0,005% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

4. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm 1, trong đó nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete được tạo ra bằng cách cho propylen oxit phản ứng với metanol.

5. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm 1, trong đó nguyên liệu thô chứa propylen glycol monometyl ete được tách và tinh chế bằng cách chưng cất.

6. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm 1, còn bao gồm thêm bước:

 nạp axit carboxylic chưa phản ứng được tách từ cột chưng cất thứ ba vào cột chưng cất thứ hai.

7. Phương pháp sản xuất propylen glycol monometyl ete axetat theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó tỷ lệ chuyển hóa của propylen glycol monometyl ete là 95% hoặc cao hơn.

1/2

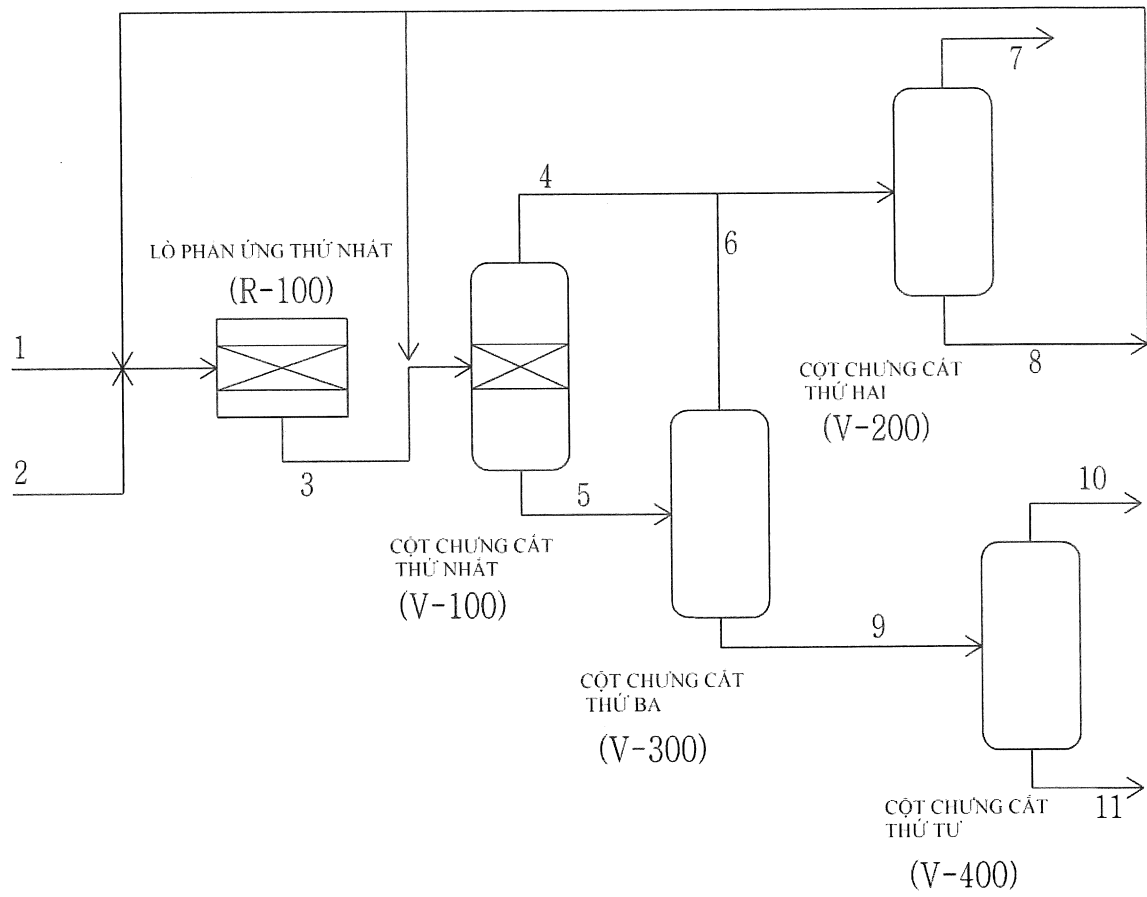


FIG. 1

2/2

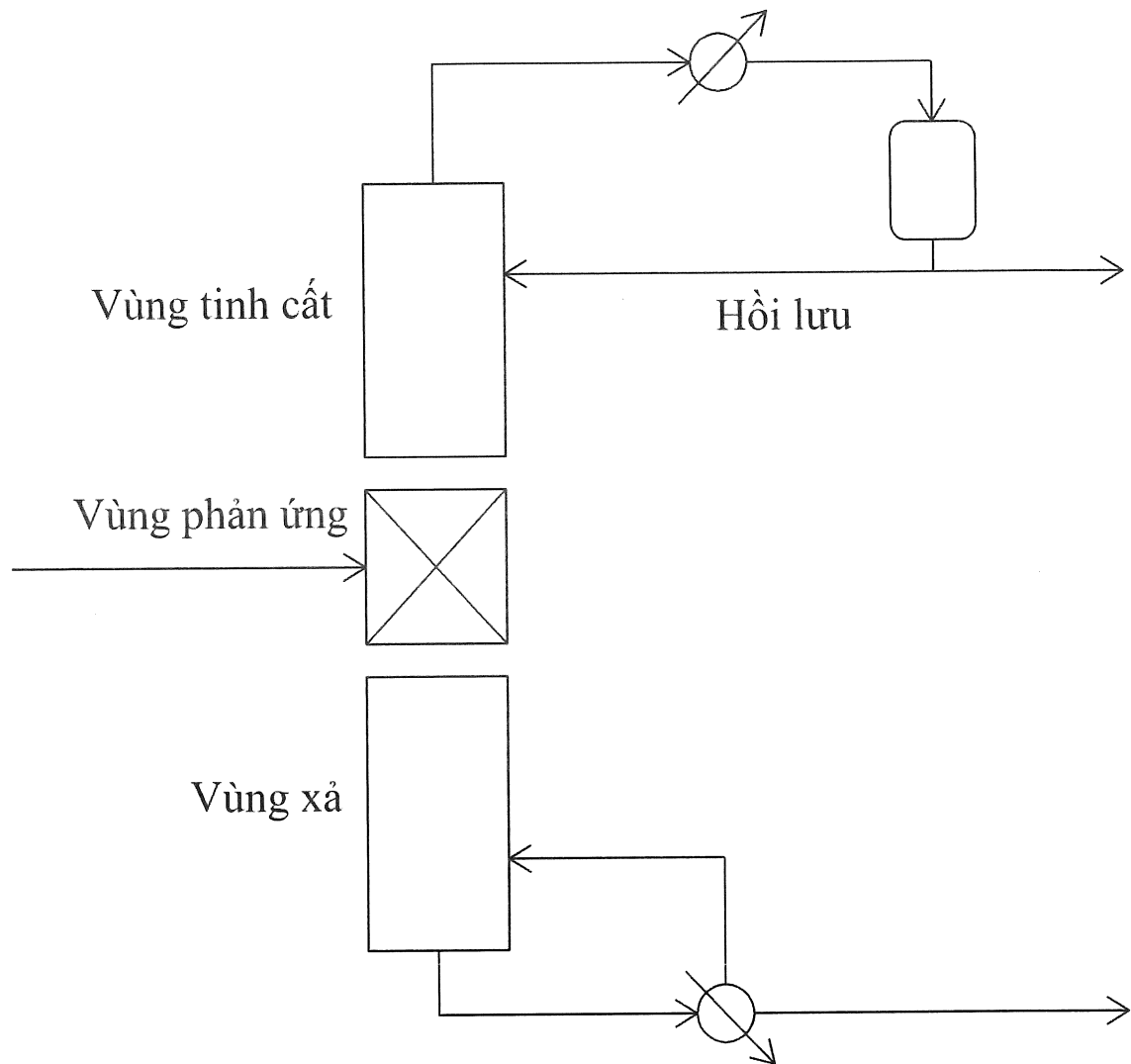


FIG. 2