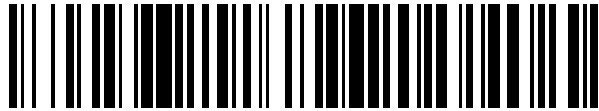


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 464 442**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.04.2004 E 04726962 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014 EP 1636168**

54 Título: **Procedimiento para la preparación continua de alquilamino(met)acrilamidas**

30 Prioridad:

22.05.2003 DE 10323699

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

02.06.2014

73 Titular/es:

**EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)
KIRSCHENALLEE
64293 DARMSTADT, DE**

72 Inventor/es:

**SCHLEEP, VOLKER y
MERTZ, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 464 442 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

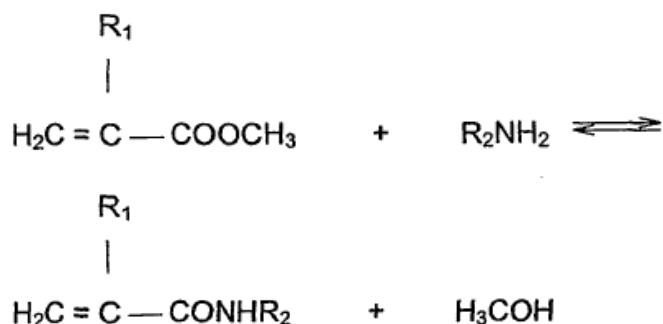
DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación continua de alquilamino(met)acrilamidas

5 Sector del invento

El invento se refiere a otro procedimiento continuo para la preparación de alquilamino(met)acrilamidas (C) mediante una aminólisis continua de, por ejemplo, (met)acrilato de metilo (A) con unas aminas (B) mediando liberación de metanol (D) de acuerdo con la siguiente ecuación de reacción:

10



siendo válido que:

15

$R^1 =$ hidrógeno o metilo

20

R^2 representa un radical alquilo lineal, ramificado o cíclico, un radical arilo, que también puede estar sustituido con uno o varios grupos alquilo, el radical alquilo lineal, cíclico o ramificado, puede tener una longitud de 2 - 12 átomos de carbono, y puede significar, por ejemplo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc.-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, isooctilo, nonilo, decilo y undecilo, y eventualmente puede estar sustituido una vez o múltiples veces con

25

- NR^3R^4 o
- OR^5

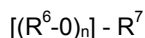
en este caso o bien R^3 o R^4 puede adoptar el significado de hidrógeno y además es válido que:

30

- R^3 , R^4 o R^5 pueden ser iguales o diferentes y representan un grupo alquilo con 1 - 12 átomos de carbono, tal como, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc.-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, isooctilo, nonilo, decilo, undecilo o hidrógeno.

- R^2 puede significar también

35



siendo válido que:

40

- R^6 puede ser un grupo alquilo de C₁-C₄, que también puede ser ramificado, tal como, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo o terc.-butilo.

Alquilamido(met)acrilatos

m : 1 - 4

R^7 puede ser el grupo metilo o el grupo etilo.

45

Como aminas entran en cuestión los siguientes compuestos:

dimetilamino-etilamina, dietilamino-etilamina, dipropilamino-etilamina, diisopropilamino-etilamina, dibutilamino-etilamina, diisobutilamino-etilamina, dimetilamino-propilamina, dietilamino-propilamina, dipropilamino-propilamina, diisopropilamino-propilamina, dibutilamino-propilamina, diisobutilamino-propilamina, dimetilamino-butilamina, dietilamino-butilamina, dipropilamino-butilamina, diisopropilamino-butilamina, dibutilamino-butilamina, diisobutilamino-butilamina, metilamina, ciclohexilamina, dimetilamino-hexilamina y dietilamino-hexilamina.

50

Junto a la dimetilamino-propilamina se prefieren muy especialmente dimetilamino-etilamina, dimetilamino-butilamina, dimetilamino-pentilamina y dimetilamino-hexilamina.

55

Estado de la técnica

En la bibliografía se han descrito muchos procedimientos de transesterificación, que se llevan a cabo de manera discontinua (procedimientos de transesterificación por tandas) en unión con diversos catalizadores.

La búsqueda de procedimientos más económicos condujo al hallazgo de unos procedimientos continuos de transesterificación, en cuyos casos los eductos (productos de partida) se aportan de manera continua y los productos se evacuan de manera continua. Los procedimientos continuos de transesterificación tienen, en comparación con los procedimientos discontinuos de transesterificación, las siguientes ventajas: El proceso es más fácilmente automatizable, y se puede hacer funcionar con una necesidad reducida de personal, la calidad del producto es mejor reproducible y menos fluctuante, la capacidad de las instalaciones aumenta debido a la supresión del trabajo secuencial en las etapas individuales de producción (rellenado, reacción, separación de los compuestos que hierven a bajas temperaturas, separación del producto, vaciado). El proceso posee un más alto rendimiento de espacio-tiempo que un proceso por tandas.

Unos procedimientos continuos de transesterificación son conocidos.

El documento de patente europea EP 0 960 877 (de Elf Atochem S.A.) describe un procedimiento continuo para la preparación de ésteres metacrilatos de dialquilaminoalcoholes. Se hacen reaccionar unos dialquilaminoalcoholes con por lo general un (met)acrilato de metilo y se obtiene el (met)acrilato de dialquilaminoalquilo según el siguiente procedimiento:

La mezcla de las sustancias de partida (un (met)acrilato de metilo y un dialquilaminoalcohol), en común con un titanato de tetraalquilo como catalizador de transesterificación (por ejemplo, titanato de tetrabutilo, tetraetilo o tetra-(2-etil-hexilo) y con por lo menos un agente inhibidor de la polimerización (por ejemplo, fenotiazina, terc.-butilcatecol, éter monometílico de hidroquinona o hidroquinona) se aporta de manera continua a un reactor con sistema de agitación, donde, a una temperatura de 90 - 120 °C, se efectúa la conversión química en un (met)acrilato de dialquilamina con una simultánea retirada continua de la mezcla azeotrópica de un (met)acrilato de metilo y metanol. La mezcla de reacción en bruto (el éster en bruto) se aporta a una primera columna de destilación, retirándose a una presión reducida por la cabeza de la columna de destilación una corriente esencialmente exenta del catalizador y por el sumidero de la columna de destilación el catalizador así como una pequeña cantidad de un (met)acrilato de dialquilaminoalquilo. La corriente de cabeza de la primera columna de destilación se aporta luego a una segunda columna de destilación, en la que, a una presión reducida, se retiran por la cabeza una corriente de productos que hierven a bajas temperaturas con una pequeña cantidad de un (met)acrilato de dialquilaminoalquilo y por el sumidero una corriente que se compone predominantemente de un (met)acrilato de dialquilaminoalquilo así como de un(os) agente(s) inhibidor(es) de la polimerización, la cual se aporta a una tercera columna de destilación. En la tercera columna de destilación, bajo una presión reducida, se lleva a cabo una rectificación, en la que se retiran por la cabeza el deseado éster (met)acrilato de dialquilaminoalquilo puro y por el sumidero en lo esencial el agente inhibidor de la polimerización o los agentes inhibidores de la polimerización. La corriente de sumidero de la primera columna de destilación, después de otra purificación con ayuda de un evaporador de película, se devuelve al reactor al igual que la corriente de cabeza procedente de la segunda columna de destilación.

Este procedimiento prescinde de una deshidratación de los alcoholes antes del empleo, lo que puede conducir a una desactivación reforzada del titanato de tetraalquilo empleado como consecuencia de la hidrólisis hasta llegar a la formación de unos indeseados precipitados de materiales sólidos. Por lo demás, el procedimiento conforme al invento dispone de la desventaja de que, en la primera columna de destilación, el catalizador es solicitado térmicamente en el sumidero a unas temperaturas relativamente altas. Esto puede conducir fácilmente a la descomposición del catalizador.

En el caso de este procedimiento, tanto los eductos no convertidos químicamente así como también el producto son rectificadas en total dos veces a través de la cabeza. Esto requiere unos costes muy altos de energía y en total 4 columnas de rectificación, que en parte tienen que ser dimensionadas con un tamaño muy grande. El proceso está gravado, por lo tanto, con unos muy altos costes de inversión y funcionamiento.

El documento EP 0 968 995 (de Mitsubishi Gas Chemical Comp.) describe un procedimiento continuo para la preparación de ésteres de ácidos alquil(met)acrílicos mediante utilización de una columna de reacción. La reacción de transesterificación se efectúa en este caso directamente en una columna de destilación (es decir que el reactor y la columna de destilación destinada a la retirada del azeótropo de (met)acrilato de metilo y metanol forman un único aparato), a la que se le aportan continuamente las sustancias de partida (un (met)acrilato de metilo y un alcohol). El catalizador necesario, que en el presente caso es asimismo de manera preferida un compuesto de titanio, se encuentra en la columna de destilación. En el caso de un catalizador homogéneo, este catalizador se introduce dosificadamente de una manera continua en la columna de destilación. La utilización de unos catalizadores homogéneos en una columna de destilación, conduce, sin embargo, debido a un efecto de enjuague mediante el reflujo líquido en la columna de destilación, a un consumo aumentado del catalizador, así como en el caso de la aparición de un precipitado a base de materiales sólidos del catalizador, al ensuciamiento de las estructuras internas de la columna. En el caso de un catalizador heterogéneo, este catalizador se encuentra en la columna de reacción. El posicionamiento del catalizador en la columna de destilación es no obstante desventajoso, puesto que en la

columna de destilación aparece entonces una pérdida aumentada de presión, y adicionalmente, para la purificación regular de la columna de destilación, se tiene que realizar un gasto muy alto. Por lo demás, unos catalizadores heterogéneos se pueden desactivar, por ejemplo, debido a una polimerización indeseada.

- 5 El documento de patente alemana DE 4 027 843 (de Röhm GmbH) describe un procedimiento continuo para la preparación de amidas de ácidos (met)acrílicos sustituidas en N mediante una transesterificación de ésteres alquílicos de ácido (met)acrílico con aminas alifáticas y aromáticas. La temperatura de reacción está situada en > 150°, y la presión está situada en aproximadamente 160 bares. Se trabaja sin ningún catalizador.

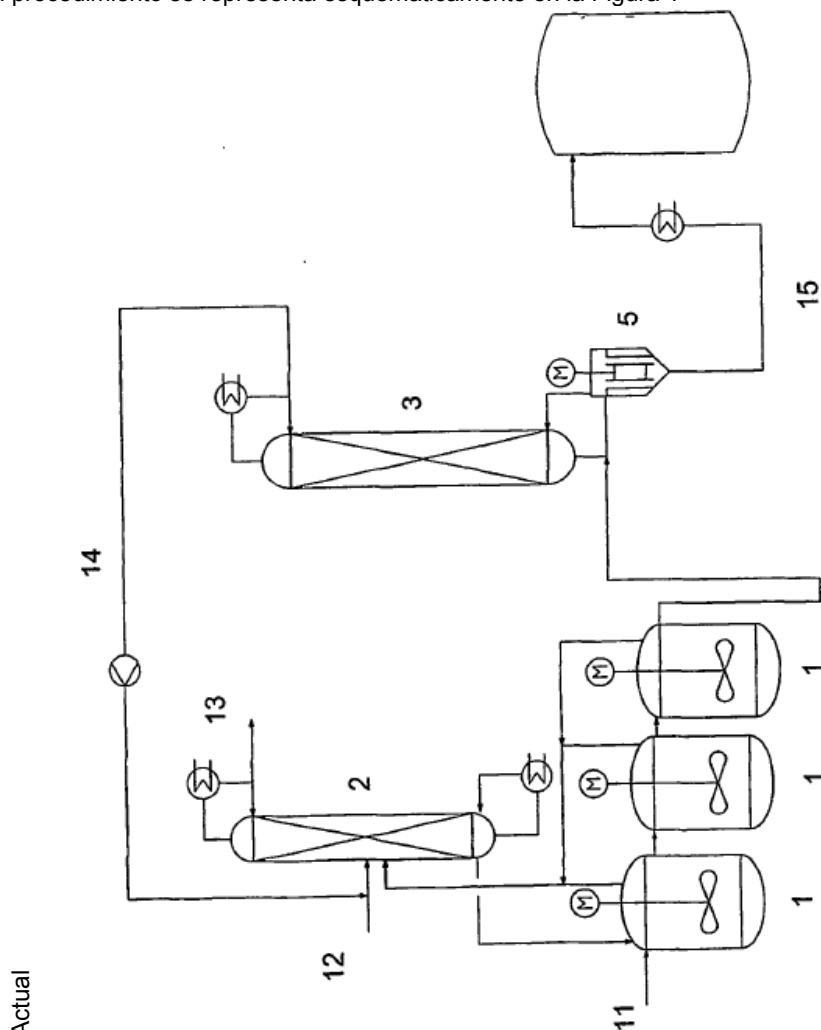
10 **Misión**

La misión del presente invento consiste en poner a disposición un procedimiento continuo para la aminólisis de ésteres metílicos de ácidos (met)acrílicos con unas aminas que hierven a más altas temperaturas en comparación con el metanol, que evite las desventajas de los dos procedimientos precedentemente descritos. Por el concepto de "unos ésteres de ácidos (met)acrílicos o de unos (met)acrilatos de alquilo" se entienden en lo sucesivo unos ésteres y unos derivados del ácido acrílico y del ácido metacrílico, tales como por ejemplo el éster metílico de ácido metacrílico o el éster etílico de ácido metacrílico. Además de esto, mediante el nuevo procedimiento se debe de poner a disposición un producto, que sea mejor en cuanto a su calidad que los que actualmente se encuentran en el mercado. Por el concepto de "una mejor calidad" se entiende un contenido más pequeño de agentes reticulantes o un contenido más pequeño de productos de reacciones por adición de las aminas con el enlace doble del éster de partida o con el enlace doble del éster producto. Como agente reticulante se puede formar una alquilmetacrilamida. Además, con el nuevo procedimiento se deben de preparar unos amino(met)acrilatos con un gasto lo más pequeño que sea posible y de un modo energéticamente más favorable (es decir que sea más barato). El gasto de personal para la manipulación de la instalación debe de ser disminuido.

25

Descripción del procedimiento

El procedimiento se representa esquemáticamente en la Figura 1



Actual

30

Explicación de la lista de referencias de la Figura 1:

- | | | |
|----|----|--|
| | 1. | Aparato de reacción |
| | 2. | Columna de destilación azeotrópica |
| 5 | 3. | Columna de destilación para compuestos que hierven a bajas temperaturas |
| | 5. | Evaporador de película |
| | 11 | Alimentación de un (met)acrilato de metilo y de un catalizador |
| | 12 | Alimentación de una amina |
| | 13 | Azeótropo de metanol y (met)acrilato de metilo |
| 10 | 14 | Corriente en circuito de los compuestos que hierven a bajas temperaturas |
| | 15 | Producto en bruto |

El educto (met)acrilato de metilo (MMA, 11) es aportado continuamente a un adecuado aparato de reacción (1), pudiéndose emplear tanto un recipiente individual de reacción así como también una cascada de varios recipientes de reacción conectados unos tras de otros. Es conveniente que todos los recipientes de reacción posean un sistema para la evacuación de los vapores hacia la columna de destilación azeotrópica (2) con el fin de eliminar el metanol que se libera durante la reacción.

La amina (12) se aporta continuamente a la destilación azeotrópica de la columna para realizar la deshidratación.

El tetraalcoxitanato requerido como catalizador (el contenido de tetraalcoxitanato en relación con el MMA empleado es preferiblemente de 0,2 - 4 % en peso), al igual que el(los) agente(s) inhibidor(es) de la polimerización, se añaden dosificadamente asimismo preferiblemente de manera continua al aparato de reacción (1). Como catalizadores de transesterificación se pueden emplear, no obstante, también todos los catalizadores de transesterificación conocidos a partir del estado de la técnica. Como catalizadores entran en cuestión, por ejemplo, acetilacetato de zirconio y otros 1,3-dicetonatos del zirconio, además se pueden emplear unas mezclas de cianatos de metales alcalinos o tiocianatos de metales alcalinos y de halogenuros de metales alcalinos, además unos compuestos de zinc, por ejemplo, óxido de dioctil-zinc, óxidos de metales alcalino-térreos o hidróxidos de metales alcalino-térreos, tales como, por ejemplo, CaO, Ca(OH)₂, MgO, Mg(OH)₂ o unas mezclas de los compuestos precedentemente mencionados, además unos hidróxidos de metales alcalinos, unos alcóxidos de metales alcalinos y cloruro de litio e hidróxido de litio, también se pueden emplear unas mezclas de los compuestos precedentemente mencionados con los compuestos de metales alcalino-térreos precedentemente mencionados y las sales de Li, unos óxidos de dialquil-estaño, tales como, por ejemplo, óxido de dioctil-estaño, unos carbonatos de metales alcalinos, unos carbonatos de metales alcalinos en común con sales cuaternarias de amonio, tales como, por ejemplo, hidróxido de tetrabutil-amonio o bromuro de hexadecil-trimetil-amonio, y además unos catalizadores mixtos a base de óxido de diorganil-estaño y un halogenuro de organil-estaño, unos intercambiadores de iones de carácter ácido, unos heteropoliácidos de fósforo y molibdeno, unos alcoholatos de titanio, tales como, por ejemplo, titanato de isopropilo, unos compuestos quelatos de los metales titanio, zirconio, hierro o zinc, con unos compuestos de 1,3-dicarbonilo, unos compuestos de plomo, tales como, por ejemplo, óxidos de plomo, hidróxidos de plomo, alcóxidos de plomo, carbonatos de plomo o sales de plomo de ácidos carboxílicos. Se prefiere especialmente una mezcla de catalizadores a base de un óxido de dialquil-estaño y un titanato de alquilo, por ejemplo óxido de dioctil-estaño y titanato de isopropilo en la relación de aproximadamente 1 : 1 (en % en peso/% en peso). La mezcla de catalizadores se emplea en unas proporciones de 0,1 - 10 % en masa, referidas a la amina empleada.

Como agentes inhibidores de la polimerización entran en cuestión, por ejemplo, hidroquinona, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil-piperidino-oxilo o también el sulfuro de bis(2-metoxicarbonil-propilo), Éter monometílico de hidroquinona en unión con oxígeno.

La amina empleada puede contener agua. La cantidad de agua en la amina empleada está situada en el caso de la amina entre 50 y 500 ppm (0,05 - 0,005 % en peso). La amina es deshidratada por destilación antes de la entrada en el aparato de reacción, de manera preferida por medio de la columna azeotrópica (2). En este caso, el agua contenida en la amina se retira por la cabeza. Para la evitación de una impurificación del azeótropo de metanol y MMA (13) con la amina empleada, la alimentación de la amina se efectúa de manera preferida por la parte inferior de la columna de destilación (2). La amina empleada puede ser deshidratada también de otro modo distinto:

- mediante una columna de destilación para deshidratación conectada delante,
- o
- mediante tratamiento con un agente de deshidratación, tal como por ejemplo un tamiz molecular,
- o
- mediante un procedimiento de separación a través de membranas, tal como, por ejemplo una pervaporación.

La deshidratación es, por lo tanto, importante, puesto que el agua contenida en la amina puede conducir a un daño irreversible para el catalizador (p.ej. un titanato de tetraalquilo) en el reactor. El agua contenida en la amina da lugar a la formación de productos secundarios y por lo tanto se debe de evitar estrictamente. Mediante esta etapa de deshidratación se evitan la hidrólisis del catalizador y los costes que resultan de ésta manera por medio de unas

cantidades empleadas aumentadas del catalizador y por causa de los problemas causados por unos precipitados de materiales sólidos. Además de ello, la pureza del producto se aumenta mediante una proporción disminuida de productos secundarios.

5 La conversión química se efectúa en el aparato de reacción (1) a una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 80 y 160 °C. Es preferido el intervalo de temperaturas comprendido entre 110 y 135 °C. Para el aumento de la velocidad de la reacción, el metanol, que se libera en el caso de la reacción se retira (por 13) a través de la columna de destilación (2) desde la mezcla de reacción en forma de un azeótropo con MMA. La mezcla de reacción, que se compone en su mayor parte de la alquil(met)acrilatamida producto, del MMA no convertido
10 químicamente y de una amina así como de unas pequeñas cantidades de metanol, del catalizador, de los agentes inhibidores de la polimerización y de una muy pequeña proporción de productos secundarios, después de un período de tiempo de permanencia en el reactor de aproximadamente 0,5 - 3 horas (se prefiere un período de tiempo de permanencia de 0,75 - 1,5 horas) se aporta a un evaporador de película descendente (5) que se hace funcionar continuamente. Los vapores del evaporador de película descendente (5) son aportados a una columna de
15 destilación (3) para sustancias que hierven a bajas temperaturas. Allí, a una presión reducida, de manera preferida situada en el intervalo de 10 - 500 mbar, se efectúa la separación de los componentes que hierven a bajas temperaturas con respecto del éster producto, que son predominantemente metanol, MMA y la amina del educto no convertida químicamente. Éstos son retirados a través de la cabeza de la columna de destilación y devueltos (por 14) a la zona del reactor o a la columna azeotrópica (2). Mediante esta corriente en circuito se garantiza que, referido al proceso global, se presente una conversión química prácticamente completa en lo que respecta a los
20 eductos, MMA y la amina.

La amida en bruto (15), que resulta en la fracción de salida del evaporador de película descendente (5), que está todavía impurificada con el catalizador, con el agente inhibidor de la polimerización y con unos productos secundarios que hierven a altas temperaturas, contiene de manera preferida > 93 % en peso del éster producto, y es
25 aportada al tratamiento en otra etapa de destilación en vacío, que trabaja en el preferido intervalo de presiones comprendidas entre 20 y 200 mbar. En el presente caso, se efectúa la separación continua por destilación de la amina producto muy pura como un producto de cabeza.

Los productos secundarios formados en el proceso constituyen, en relación con la amina educto, unos componentes que hierven a bajas temperaturas, y por consiguiente acceden al éster producto como una impureza, con lo que se disminuye manifiestamente la calidad del producto. Este problema se puede resolver mediante el recurso de que, para la separación de la amina producto con respecto del catalizador y de los agentes inhibidores de la polimerización así como de los productos secundarios que hierven a altas temperaturas, se emplea un aparato con una moderada evaporación en película (5). Como aparatos adecuados para esto se conocen, de nuevo, unos
35 evaporadores de película descendente, de capa fina y de recorrido corto.

A la preparación de las alquilamino(met)acrilamidas le puede seguir eventualmente todavía una instalación de destilación de purificación, que también se puede hacer funcionar bajo una presión reducida, por ejemplo, a 500 - 50 mbar.

40 El procedimiento conforme al invento se ilustra más detalladamente mediante los siguientes Ejemplos, sin estar restringido a ellos.

Ejemplo: Aminólisis descrita de manera continua para dar aminoésteres

45 Para la preparación descrita de manera continua de N-dimetilaminopropil-metacrilamida (un aminoéster), al 1^{er} recipiente de reacción se le añaden dosificadamente 235 kg/h de una alimentación de MMA y un catalizador con una proporción de 3,8 % en peso de titanato de isopropilo, 3,0% en peso del óxido de dioctil-estaño de la columna de destilación azeotrópica y 244 kg/h de N-dimetilaminopropilamina (DMAPA). Además, al 1^{er} recipiente de reacción
50 afluyó continuamente a través de la columna azeotrópica la corriente de retorno en circuito procedente de la cabeza de la columna de destilación de compuestos que hierven a bajas temperaturas (195 kg/h que tienen la composición de 78,9 % en peso de MMA, 2,12 % en peso de metanol, 10,1 % en peso de DMAPA y 8,88 % en peso de productos secundarios). La relación molar de MMA : DMAPA en la entrada del reactor fue de 1,23 : 1. Además, los vapores de los recipientes con sistema de agitación, liberados del metanol en la columna azeotrópica, afluyeron a través del
55 sumidero de la columna azeotrópica al 1^{er} recipiente de reacción. En estas condiciones de reacción se ajustó una temperatura de reacción de 107 °C en el 1^{er} recipiente de reacción. La cantidad retirada de material destilado de la columna azeotrópica fue de 117 kg/h con 56,54 % en peso de metanol, 39,12 % en peso de MMA, 4,02 % en peso de isopropanol y 0,5 % en peso de productos secundarios.

60 El material saliente del 1^{er} recipiente de reacción entró en el 2^o recipiente de reacción y el material saliente del 2^o recipiente de reacción entró en el 3^{er} recipiente de reacción. Con unos períodos de tiempo de permanencia de aproximadamente 15 min en el 1^{er} recipiente de reacción, de aproximadamente 30 min en el 2^o recipiente de reacción y de aproximadamente 60 min en el 3^{er} recipiente de reacción, se obtuvieron las siguientes composiciones en los reactores.

65

ES 2 464 442 T3

	T (°C)	% en peso de MMA	% en peso de DMAPA	% en peso del aminoéster	% en peso de metanol	% en peso de productos secundarios
1 ^{er} reactor	107	62,7	10,23	22,07	0,62	4,38
2 ^o reactor	111	55,6	10,15	27,69	0,59	5,97
3 ^{er} reactor	130	46,8	4,86	41,29	1,24	5,81

Los vapores de los recipientes individuales de reacción fueron aportados continuamente a la columna azeotrópica.

- 5 El material saliente del 3^{er} recipiente de reacción afluyó continuamente al evaporador de capa fina de una columna para compuestos que hierven a bajas temperaturas, en la que la DMAPA, el MMA y el metanol que no habían reaccionado se retiraron como un material destilado (195 kg/h), y se aportaron otra vez al 1^{er} recipiente de reacción como una corriente en circuito. La cantidad del material entrante en el sumidero del evaporador de capa fina de la columna para compuestos que hierven a bajas temperaturas fue de 426 kg/h y tenía la siguiente composición: 93 % de un aminoéster producto, 0,5 % de DMAPA, 0,2 % de MMA, 2,15 % en peso de un aducto a base de MMA y una amina, y 4,25 % en peso de otros productos secundarios.
- 10

REIVINDICACIONES

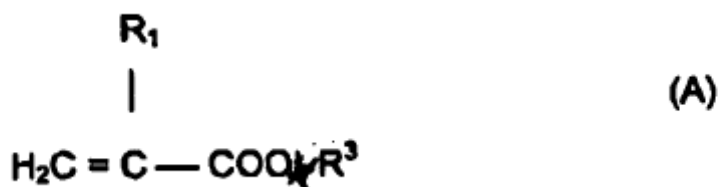
1. Procedimiento para la preparación continua de una alquilamino(met)acrilamida de la fórmula (C)



5 en la que $\mathbf{R_1}$ representa un grupo H o $\mathbf{CH_3}$ y $\mathbf{R_2}$ representa un radical alquilo lineal, ramificado o cíclico, o un radical arilo con 2 hasta 12 átomos de C, mediante reacción de un compuesto de la fórmula (B),



poseyendo $\mathbf{R_2}$ el significado arriba indicado, con un compuesto de la fórmula (A),



10 en la que $\mathbf{R_1}$ representa un grupo H o $\mathbf{CH_3}$ y $\mathbf{R^3}$ puede significar metilo o etilo, en presencia de un catalizador de transesterificación y en presencia de por lo menos un agente inhibidor de la polimerización en un equipo para la conversión química continua,

caracterizado por que

15 los reaccionantes son aportados continuamente a un adecuado aparato de reacción (1) y por que el alcohol resultante en la reacción es retirado continuamente como una mezcla azeotrópica de metanol y (met)acrilato de metilo (13), o respectivamente como una mezcla de etanol y acrilato de etilo (13), con ayuda de una columna de destilación (2) y además de ello:

- 20
- la mezcla de reacción se conduce continuamente desde el aparato de reacción a una columna de destilación (3) o respectivamente a un evaporador (5), retirándose por destilación bajo una presión reducida por la cabeza los compuestos fácilmente volátiles A, B, metanol o respectivamente etanol y una muy pequeña proporción de la amida producto (C), y devolviéndose al aparato de reacción y retirándose desde

25

 - el sumidero de la columna la amida producto (C) en común con el catalizador y los agentes inhibidores de la polimerización así como con los productos secundarios que hierven a altas temperaturas;
 - la corriente de sumidero (15) procedente de la columna de destilación (3) se aporta continuamente a una destilación de purificación.

30 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

caracterizado por que

35 la corriente de vapores del evaporador (5) se aporta continuamente a otra columna de destilación, retirándose por la cabeza la amida producto (C) muy pura por destilación bajo una presión reducida, y retirándose por el sumidero el catalizador y los agentes inhibidores de la polimerización así como los productos secundarios que hierven a altas temperaturas con una pequeña parte de la amida producto (C).

40 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

caracterizado por que

45 la amina (B), para realizar la deshidratación, se aporta al aparato de reacción a través de la columna de destilación (2).

4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

caracterizado por que

la relación molar del (met)acrilato de metilo o respectivamente del (met)acrilato de etilo (EMA) a la amina en la entrada del reactor está comprendida entre 1 y 2, y de manera preferida es de 1,05 - 1,15.

- 5 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
10 como catalizador de transesterificación se emplea un titanato de tetraalquilo.
- 15 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
el catalizador se emplea en una proporción de 0,1 - 10 % en peso, referida al MMA o respectivamente EMA
empleado.
- 20 7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7,
caracterizado por que
el catalizador se emplea en una proporción de 0,2 - 7 % en peso, referida al MMA o respectivamente EMA
empleado.
- 25 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
30 como mezcla de catalizadores se usa una mezcla de óxido de dioctilestaño y titanato de isopropilo en la relación de
1 : 1 (en % en peso).
- 35 9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8,
caracterizado por que
la mezcla de catalizadores se emplea en una proporción de 0,1 - 10 % en peso referida al MMA o respectivamente
EMA empleado.
- 40 10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7,
caracterizado por que
el catalizador se emplea en una proporción de 0,2 - 7 % en peso, referida al MMA o respectivamente EMA
empleado.
- 45 11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
50 como agente inhibidor de la polimerización se emplea o bien fenotiazina, butil terciario-catecol, éter monometílico de
hidroquinona o sus mezclas, estando situada la proporción del agente inhibidor entre 100 y 5.000 ppm, referida a la
mezcla de reacción.
- 55 12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
como agente inhibidor de la polimerización se utiliza adicionalmente todavía oxígeno.
- 60 13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que
65 como amina se utiliza de manera preferida dimetilamino-propilamina.

14. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que

5 la presión en la primera columna de destilación (3) está situada entre 20 y 500 mbar.

15. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado por que

10 el período de tiempo de permanencia en el aparato de reacción está situado entre 0,5 a 1,5 horas.

16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,

15 caracterizado por que

el evaporador (5) es un evaporador de película.