

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 472 271**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

C07C 233/05 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2005** **E 05815808 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.05.2014** **EP 1828102**

54 Título: **Procedimiento para la producción de N,N-duimetilacetamida (DMAC)**

30 Prioridad:

06.12.2004 DE 102004058886

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.06.2014

73 Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE

72 Inventor/es:

GRAFMANS, HORST;
MAAS, STEFFEN;
WECK, ALEXANDER;
RÜTTER, HEINZ;
SCHULZ, MICHAEL y
ROSS, KARL-HEINZ

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

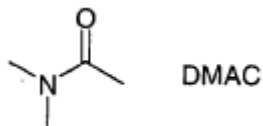
ES 2 472 271 T3

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 producción de N,N-dimetilacetamida (DMAC)

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de N,N-dimetilacetamida (DMAC) mediante reacción continua de acetato de metilo (MeOAc) con dimetilamina (DMA) en presencia de un catalizador básico.



5

La DMAC se usa como disolvente polar, por ejemplo, para polímeros y para gases, como decapante, agente de extracción, catalizador y coadyuvante de cristalización. En la industria de pinturas se usa DMAC debido a su alto punto de ebullición para sustancias de recubrimiento especiales basadas en aglutinante de polímeros como, por ejemplo, poliamidas y poliuretanos. La DMAC se usa adicionalmente para la producción de fibras y láminas y como medio de reacción. La DMAC se usa en el hilado de fibras de Spandex® como coadyuvante y a continuación se recupera al menos parcialmente.

10

La DMAC se puede producir a partir de ácido acético y dimetilamina, por ejemplo, según el documento FR-A-1.406.279.

15

Se pueden obtener amidas de ácido carboxílico también mediante aminólisis de ésteres de ácido carboxílico correspondientes, véase, por ejemplo, Organikum, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, 1963, páginas 374-375.

El artículo de J. P. Guthrie in J. Am. Chem. Soc. 96, páginas 3608-15 (1974), se refiere a aspectos cinéticos de reacción y termodinámicos, entre otros, de la aminólisis de ésteres de ácido carboxílico.

20

Los documentos CA-A-1 073 467 y CA-A-1 073 468 (ambos de General Electric Comp.) describen la preparación de dioles y N,N-dialquilamidas mediante reacción de ésteres diólicos de ácido carboxílico con dialquilaminas.

El documento US-A-4.258.200 (Air Products) cita la preparación de DMAC a partir de acetato de metilo y DMA en presencia de catalizadores de cobalto.

Según el ejemplo 1 se usa un "azeótropo de 20% de metanol-acetato de metilo" para la reacción a 155 a 160° F (68,4 - 71,2° C).

25

El documento JP-A-02 160749 (Lion Akzo KK) se refiere según los resúmenes de patentes de Japón a la reacción de ésteres de ácido carboxílico alifáticos con amoníaco o una amina, como monometilamina, etilendiamina, dietilentriamina, en presencia de un "catalizador alcalino" de 50 a 180° C, de forma particular de 80 a 160° C, y en el intervalo de presión de presión normal a 0,981 MPa (9,81 bar) (10 kg · cm² · G).

30

Se usan de 0,1 a 10% en moles, de forma particular de 1 a 5% en moles, referido al éster de ácido carboxílico usado, de metanolato de sodio (NaOMe) como catalizador.

El resumen de Derwent 84-016399/03 (SU-A-1 004 357; Dnepr Chem. Techn. Inst.) describe la preparación de DMAC o dimetilformamida (DMF) mediante reacción de un exceso del 5-20% de éster metílico de ácido carboxílico correspondiente en metanol con DMA a 50 - 150° C y a continuación reciclado de éster y metanol que no hayan reaccionado en la etapa de reacción.

35

En el ejemplo se hace reaccionar una solución de 0,4 kg de formiato de metilo en 0,2 kg de metanol / h en continuo con 0,2 kg de DMA en forma de vapor / h dando DMF.

Las dos solicitudes de patente alemana nº 102004030616.8 de 24.06.04 y DE-A-10 315214 de BASF AG se refieren a procedimientos para la purificación de DMAC.

40

La presente invención se fundamenta en el objetivo de encontrar un procedimiento económicamente mejor, selectivo, que ahorre energía y recursos para la producción de N,N-dimetilacetamida (DMAC). El procedimiento debería proporcionar DMAC con alto rendimiento y alto rendimiento espacio-tiempo y con mayor pureza (por ejemplo, sin o casi sin ácido acético, alta calidad de color).

45

De acuerdo con esto se encontró un procedimiento para la producción de N,N-dimetilacetamida (DMAC) mediante reacción continua de acetato de metilo (MeOAc) con dimetilamina (DMA) en presencia de un catalizador básico, que se caracteriza porque se usa MeOAc como solución metanólica, que se genera en la producción de poliTHF mediante transesterificación de diacetato de poli-THF con metanol como producto secundario.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede realizarse como sigue:

Para la síntesis de DMAC se hace reaccionar en continuo dimetilamina (DMA) con una solución metanólica de acetato de metilo (MeOAc), una corriente secundaria de la producción de poliTHF.

Por mol de acetato de metilo se usan preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 2,0 mol, especialmente de 0,5 a 1,5 mol, muy especialmente de 0,8 a 1,2 mol, por ejemplo, de 0,9 a 1,1 mol o de 1,0 a 1,05 mol, de dimetilamina (DMA).

- 5 El DMA usado presenta preferiblemente una pureza de $\geq 99\%$ en peso, particularmente $\geq 99,4\%$ en peso, y se encuentra, por ejemplo, en el intervalo de 99,5 a 99,8% en peso.

La solución de MeOAc metanólica presenta preferiblemente una concentración en el intervalo de 65 a 90% en peso, preferiblemente de 70 a 85% en peso, particularmente de 72 a 82% en peso, de Me-OAc.

- 10 Como solución de MeOAc metanólica se usa de acuerdo con la invención una corriente de producto secundario correspondiente, que se genera en la producción de poliTHF (politetrahydrofurano), por ejemplo, según el procedimiento de BASF en dos etapas según los documentos EP-A-3112, DE-A-197 58 296 y/o DE-A-198 17 113.

- 15 La solución de MeOAc metanólica se genera como corriente de producto secundario correspondiente en el procesamiento por destilación, por ejemplo, como azeótropo de acetato de metilo/metanol (punto de ebullición: 54°C / 1013 hPa (1013 mbar), ya que en la transesterificación de diacetato de poliTHF (= poli-(1,4-butanodiol)-bis-(acetato)) con metanol para dar poliTHF se generan cantidades estequiométricas de MeOAc.

Preferiblemente la solución de MeOAc metanólica presenta los siguientes contenidos:

MeOAc: de 65 a 90% en peso, preferiblemente de 70 a 85% en peso, de forma particular de 75 a 82% en peso,

Metanol: de 10 a 30% en peso, preferiblemente de 14,8 a 25% en peso, de forma particular de 17,6 a 22% en peso,

Dimetiléter: de 0 a 2% en peso, preferiblemente de 0,1 a 1,5% en peso, de forma particular de 0,2 a 1,2% en peso,

- 20 THF: de 0 a 4% en peso, preferiblemente de 0,1 a 3,5% en peso, de forma particular de 0,2 a 1,5% en peso, y

H₂O: de 0 a 0,1% en peso, preferiblemente de 0 a 0,01% en peso, de forma particular de 0 a 0,003% en peso.

De forma particular la solución de MeOAc metanólica se compone de MeOAc, MeOH, dimetiléter, THF y agua en las cantidades indicadas anteriormente.

- 25 La reacción continua se lleva a cabo preferiblemente a una presión absoluta en el intervalo de 0,01 a 20 MPa (1 a 200 bar), preferiblemente de 0,3 a 10 MPa (3 a 100 bar), de forma particular de 1 a 3 MPa (10 a 30 bar), muy especialmente de 1,2 a 2,5 MPa (12 a 25 bar), por ejemplo de 1,5 a 2,0 MPa (15 a 20 bar).

La temperatura de reacción se encuentra preferiblemente en el intervalo de 20 a 200° C, preferiblemente de 60 a 140° C, de forma particular de 80 a 120° C, muy especialmente de 90 a 110° C, por ejemplo, de 95 a 105° C.

- 30 Como reactores para la reacción de acuerdo con la invención se tienen en cuenta de forma particular reactores de remezcla como, por ejemplo, reactores de tanque agitado o reactores de chorro de circulación en bucle, reactores no de remezcla como cascadas de tanques agitados o reactores tubulares y diseños especiales como columnas de reacción con y sin volúmenes de VWZ (VWZ = tiempo de residencia) que se encuentren interna o externamente, siendo posible un aporte de calor desde dentro y desde fuera.

- 35 La reacción se realiza con especial preferencia en un reactor de chorro con circulación en bucle. El reactor de chorro con circulación en bucle está equipado preferiblemente con un tubo insertado y boquilla inferior. Se prefiere añadir a este respecto DMA junto con el catalizador por el chorro de accionamiento recirculado por bomba y el MeOAc por el chorro de envoltura.

- 40 Para que se complete la conversión se conecta posteriormente al reactor principal, por ejemplo, al reactor de chorro con circulación en bucle, con especial preferencia un post-reactor, por ejemplo un tubo de corriente o un recipiente de tiempo de residencia en cascada.

Los tipos de reactores citados son conocidos por el especialista en la técnica, por ejemplo, de Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, tomo 13, página 135 y siguientes, y P.N. Rylander, "Hydrogenation and Dehydrogenation" en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª ed. en CD-ROM.

- 45 En el procedimiento de acuerdo con la invención se usa como catalizador básico preferiblemente un hidróxido de metal alcalino, hidróxido de metal alcalinotérreo, alcoholato de metal alcalino, alcoholato de metal alcalinotérreo, carbonato de metal alcalino, carbonato de metal alcalinotérreo, hidrogenocarbonato de metal alcalino, hidrogenocarbonato de metal alcalinotérreo y/o una amina, de forma particular amina terciaria.

El metal alcalino se trata de Li, Na, K, Rb o Cs, de forma particular Na o K.

El metal alcalinotérreo se trata de Be, Mg, Ca, Sr o Ba, de forma particular Mg o Ca.

El alcoholato se trata preferiblemente de un alcoholato C_{1-4} , de forma particular metanolato.

La amina particularmente alifática se trata preferiblemente de una alquilamina C_{3-12} , como, por ejemplo, trietilamina, tri-n-propilamina, tri-n-butilamina, dimetiletilamina, dietilmetilamina, N-metil-piperidina, trietilendiamina (TEDA).

5 En el procedimiento de acuerdo con la invención no se considera el uso de catalizadores de cobalto según el documento US-A-4.258.200.

Es un catalizador muy especialmente preferido en el procedimiento de acuerdo con la invención metanolato de sodio (NaOMe).

El catalizador se presenta en la mezcla de reacción de forma homogénea y/o suspendido.

10 Preferiblemente se usan en el procedimiento continuo por mol de acetato de metilo usado en el intervalo de 0,0002 a 0,09 mol, preferiblemente de 0,002 a 0,05 mol, de forma particular de 0,003 a 0,02 mol, del catalizador o de la mezcla de catalizadores.

El catalizador o la mezcla de catalizadores se usa de forma ventajosa como solución y/o suspensión en un disolvente o agente de suspensión.

15 Disolventes y/o agentes de suspensión preferidos son agua y alcoholes (por ejemplo, alcoholes C_{1-4} , como metanol, etanol, n-propanol, n-butanol) o mezclas de los mismos.

Se prefiere en el caso de un alcoholato de metal alcalino como catalizador el alcoholato alcalinotérreo disuelto en el alcohol que corresponde al alcoholato por protonación.

El catalizador o la mezcla de catalizadores se usa en las cantidades preferidas anteriormente citadas, preferiblemente como solución o suspensión al 1 a 35% en peso, de forma particular al 5 a 30% en peso.

20 La reacción del MeOAc en el procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferiblemente en presencia de menos de 1% en peso, especialmente menos de 0,5% en peso, muy especialmente en el intervalo de 0 a 0,3% en peso, referido respectivamente al peso de las dos sustancias usadas MeOAc y DMA (en total).

25 La evacuación del calor de reacción de la reacción se realiza preferiblemente por un intercambiador de calor externo. Se usa de forma especialmente ventajosa el vapor generado en el intercambiador de calor externo, por ejemplo, vapor a 0,15 MPa (1,5 bar), en una planta de síntesis de metilamina a partir de metanol y amoniaco.

30 En el procedimiento de acuerdo con la invención el efluente líquido del reactor de las etapas de síntesis se compone en el intervalo de 45 a 74,5% en peso, especialmente de 50 a 70% en peso, de DMAC, en el intervalo de 25 a 45% en peso, especialmente de 29 a 40% en peso, de metnaol y en total de 0,5 a 6% en peso, especialmente de 1 a 5% en peso, de DMA, acetato de metilo, catalizador (por ejemplo, metanolato de sodio), dado el caso disolventes / agentes de suspensión de catalizador y productos secundarios.

Cuando se usa solución de MeOAc metanólica que se genera en la producción de poli-THF, tales productos secundarios pueden ser tetrahidrofurano (THF) y dimetiléter.

35 Para el procesamiento adicional se puede descomprimir el efluente líquido de reactor en una retorta de una columna de destilación. En una forma de realización especial se descomprime en dos retortas de destilación operados de forma alternativa.

40 Al efluente se añade de forma ventajosa agua o un ácido protónico acuoso o anhidro, como ácido sulfúrico, ácido metanosulfónico, ácido carboxílico (por ejemplo, ácido carboxílico C_{1-4}), de forma particular ácido fosfórico, preferiblemente en una cantidad que asegure la conversión completa del catalizador básico usado al ácido correspondiente y a la sal correspondiente de metal alcalino, metal alcalinotérreo o de amonio del ácido protónico. Es decir, se prefiere neutralizar por completo el catalizador básico usado y presente en el efluente del reactor mediante reacción con H^+ .

Esto es ventajoso ya que el catalizador básico como, por ejemplo, metanolato de sodio, tras la desgasificación del DMA restante catalizaría la retrodisociación de DMAC.

45 La mezcla de producto orgánico se separa de sales presentes preferiblemente por evaporación (a presión normal o a vacío, por ejemplo, en una caldera de cocción) por ejemplo, p.ej. en tanto que una sal precipitada reduce claramente el poder de intercambio de calor y conduce a incrustaciones.

la retorta para el efluente del reactor se intercambia luego preferiblemente y se evapora el residuo de la anterior retorta en la medida de lo posible. El residuo de sal sólido que precipita se puede disolver en agua y eliminar como solución en una instalación de clarificación.

El efluente del reactor evaporado de los sólidos y parcial o totalmente condensado se procesa por destilación, por ejemplo, en una, dos, tres, cuatro o más columnas, dado el caso conectadas entre sí.

Se prefiere procesar en tres columnas de destilación operadas en continuo.

- 5 A este respecto se separan en primer lugar en una columna A a preferiblemente 0,08 a 0,12 MPa (0,8 a 1,2 bar) metanol y dado el caso otros componentes volátiles (DMA, Wasser, THF, acetato de metilo, entre otros) por cabeza.

En la columna de destilación D preferiblemente post-conectada para la purificación de componentes volátiles se puede enriquecer una corriente de metanol dado el caso acuosa, que puede contener DMA, que se recupera por ejemplo de forma ventajosa para uso en una planta de síntesis de metilamina (de forma particular para la producción de DMA).

- 10 El efluente de fondo de la columna A se alimenta a una columna B. Preferiblemente a 100-500 hPa (mbar) absolutos se separa aquí DMAC puro ($\geq 99,5\%$ en peso, de forma particular $\geq 99,7\%$ en peso, muy especialmente $\geq 99,8\%$ en peso, por ejemplo, en el intervalo de $\geq 99,9$ a $99,99\%$ en peso), preferiblemente por una salida lateral líquida que se encuentra preferiblemente en la parte de concentración.

- 15 El efluente de cabeza de la columna B, que contiene DMAC (por ejemplo, $\geq 98\%$ en peso de DMAC, de forma particular de $98,5$ a $99,5\%$ en peso de DMAC), se devuelve preferiblemente a la columna A.

- 20 El efluente de fondo de la columna B se separa de nuevo en una columna C preferiblemente a presión normal, en donde el efluente de cabeza, que contiene DMAC y metanol (por ejemplo, aproximadamente 94% en peso de DMAC y aproximadamente 6% en peso de metanol) se devuelve igualmente a la columna A y el efluente de fondo de la columna C (componentes de alto punto de ebullición, DMAC y metanol añadido) se envía para su eliminación, por ejemplo, combustión. Mediante la tercera columna C se reduce claramente la cantidad de residuo.

La purificación por destilación de DMAC puede realizarse según uno de los procedimientos de las dos solicitudes de patente alemanas números 102004030616.8 de 24.06.04 y DE-A-10 315 214 (ambas de BASF AG).

- 25 De acuerdo con la invención se reconoció que el procedimiento se puede llevar a cabo de forma ventajosa también en una planta que esté concebida originalmente para la producción de N,N-dimetilformamida (DMF) a partir de monóxido de carbono (CO) y DMA.

- 30 Mediante pequeñas modificaciones / complementos en planta (como, por ejemplo, post-reactor, tanque para DMAC y/o referentes a la conexión de columnas) se puede producir en la planta de DMF, como se describe, por ejemplo, en K. Weissmehl, H.-J. Arpe, Industrielle Organische Chemie, Wiley-VCH, 5ª edición 1998, página 49, o en general y principalmente en el documento JP-A2-110 92 434, de forma ventajosa tanto DMF como también DMAC, por ejemplo, en operación en alternativa. Es decir, la invención hace posible también la producción alternativa o alternante de DMAC en una planta de DMF.

- 35 Con el procedimiento de acuerdo con la invención se consiguen rendimientos de DMAC en el intervalo de $\geq 88\%$, de forma particular $\geq 95\%$, muy especialmente $\geq 99\%$, por ejemplo, de $99,5$ a $99,9\%$, (referido respectivamente a MeOAc usado), con conversiones de MeOAc en el intervalo de $\geq 90\%$, de forma particular $\geq 96\%$, muy especialmente $\geq 99\%$, por ejemplo, de $99,5$ a 100% .

Los rendimientos de espacio-tiempo para DMAC se encuentran en el intervalo de $0,1$ a $0,85$ kg de DMAC / (litro de volumen de reactor $\cdot$ h), por ejemplo de $0,2$ a $0,5$ kg de DMAC / (litro de volumen de reactor $\cdot$ h).

- 40 El procedimiento de acuerdo con la invención da DMAC con una pureza de $\geq 99,5\%$ en peso, de forma particular $\geq 99,7\%$ en peso, muy especialmente $\geq 99,8\%$ en peso, por ejemplo en el intervalo de $\geq 99,9$ a $99,99\%$ en peso, (procedimiento y condiciones para la determinación de pureza véase anteriormente), un contenido en agua ≤ 200 ppm, por ejemplo en el intervalo de 50 a 150 ppm, (según norma DIN 51777), y un índice de color Pt/Co ≤ 10 , especialmente ≤ 8 , por ejemplo en el intervalo de 1 a 6 , (según norma DIN ISO 6271).

- 45 El contenido en ácido (calculado como ácido acético) del DMAC se encuentra de forma particular en ≤ 80 ppm, muy especialmente ≤ 70 ppm, por ejemplo en el intervalo de 5 a 60 ppm, (según norma DIN 53402).

Todos los datos de ppm en este documento se refieren al peso (ppm en peso).

Ejemplos

Ejemplo 1

- 50 Para la síntesis de DMAC en una etapa se hicieron reaccionar $45,0$ g/h de dimetilamina (DMA) con $95,5$ g/h de acetato de metilo metanólico ($77,5\%$ en peso), el cual se obtuvo previamente como corriente de producto secundario en la producción de poli-THF según los documentos EP-A-3112, DE-A-197 58 296 y/o DE-A-198 17 113 (contenido

en THF: 1,5% en peso), a 2,0 MPa (20 bar) y 120° C. El contenido de agua en la alimentación (DMA + acetato de metilo metanólico) fue de 109 ppm.

- 5 La reacción se realizó en un reactor de circulación en bucle con un tiempo de residencia medio (VWZ) de 1 h y metanolato de sodio (0,48 g/h) en solución metanólica (30% en peso) como catalizador homogéneo. La evacuación de calor se realizó mediante un intercambiador de calor externo. La energía evacuada en el intercambiador de calor externo puede generar vapor a 0,15 MPa (1,5 bar).

El efluente líquido de la etapa de síntesis comprendía 57,7% en peso de DMAC, 34,2% en peso de metanol, 5,0% en peso de acetato de metilo y en total 3,1% en peso de DMA, tetrahydrofurano, metanolato de sodio y productos secundarios.

10 Ejemplo 2

Se aplicaron todos los ajustes del ejemplo 1. Sin embargo el contenido en agua de la corriente de alimentación fue de 550 ppm. Poco tiempo después se llegó en el reactor a obstrucciones por el acetato de sodio precipitado y se debió interrumpir el ensayo.

Ejemplo 3

- 15 Para la síntesis de DMAC en dos etapas se hicieron reaccionar 45,2 g/h de dimetilamina (DMA) con 92,5 g/h de acetato de metilo metanólico (78,8 en peso), el cual se obtuvo previamente como corriente de producto secundario en la producción de poli-THF según los documentos EP-A-3112, DE-A-197 58 296 y/o DE-A-198 17 113 (contenido en THF: 1,0% en peso), a 2,0 MPa (20 bar) y 120° C.

- 20 La reacción se realizó en un reactor de circulación en bucle con un VWZ de 1 h y metanolato de sodio (0,56 g/h) en solución metanólica (30% en peso) como catalizador homogéneo. La evacuación de calor se realizó mediante un intercambiador de calor externo. La energía evacuada en el intercambiador de calor externo puede generar vapor a 0,15 MPa (1,5 bar).

- 25 El efluente líquido de la etapa de síntesis comprendía 53,9% en peso de DMAC, 36,3% en peso de metanol, 3,9% en peso de acetato de metilo y en total 5,9% en peso de DMA, tetrahydrofurano, metanolato de sodio y productos secundarios.

Este efluente se pasó directamente por un reactor tubular a 120° C, 2000 kPa (20 bar) y un VWZ medio de 1 h. La descarga comprendía 58,3% en peso de DMAC, 37,3% en peso de metanol, 1,1% en peso de acetato de metilo y en total 3,3% en peso de DMA, tetrahydrofurano, metanolato de sodio y productos secundarios.

Ejemplo 4

- 30 Se añadió H₂O a un efluente de reacción según el ejemplo 3 de forma continua en un exceso estequiométrico del 10% respecto al catalizador. En una retorta de evaporación continua se separaron por destilación a 135° C todas las sustancias contenidas volátiles (1,8 kg/h). El residuo recogido en las 20 horas de operación y de tipo sal evaporado a sequedad (245 g) en el fondo de la retorta se disolvió en 1,5 kg de H₂O y se evacuó sin residuo de la retorta a las aguas residuales que requieren tratamiento (bbA).

35 Ejemplo 5

- Se añadió a un efluente de reacción según el ejemplo 3 de forma continua ácido fosfórico al 85% para la formación estequiométrica de Na₂HPO₄. Tras la destrucción consecuente del catalizador y evaporación de las sustancias contenidas volátiles según el ejemplo 4 se alimentaron 400 g/h de la mezcla condensada en continuo a una columna de destilación y se retiraron a una temperatura de fondo de 175° C una corriente de compuestos de alto punto de ebullición (218 g/h) con 99,2% en peso de DMAC y 0,8% en peso de productos secundarios. A continuación de la destilación en continuo se procesó esta corriente de nuevo, obteniéndose de la salida lateral 198 g/h de DMAC con una pureza del 99,9%.
- 40

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de N,N-dimetilacetamida (DMAC) mediante reacción en continuo de acetato de metilo (MeOAc) con dimetilamina (DMA) en presencia de un catalizador básico, caracterizado porque el MeOAc se usa como solución metanólica, que se genera en la producción de poliTHF mediante transesterificación de diacetato de poliTHF con metanol como producto secundario.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 80 a 140° C.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una presión absoluta en el intervalo de 300 a 3000 kPa (3 a 30 bar).
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la solución de MeOAc metanólica contiene de 70 a 85% en peso de MeOAc, de 14,8 a 25% en peso de metanol, de 0,1 a 1,5% en peso de dimetiléter, de 0,1 a 3,5% en peso de tetrahidrofurano (THF) y de 0 a 0,01% en peso de agua.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la solución de MeOAc metanólica contiene de 75 a 82% en peso de MeOAc, de 17,6 a 22% en peso de metanol, de 0,2 a 1,2% en peso de dimetiléter, de 0,2 a 1,5% en peso de tetrahidrofurano (THF) y de 0 a 0,003% en peso de agua.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se usa como catalizador metanolato de sodio.
7. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque el catalizador se usa como solución metanólica.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque por mol de acetato de metilo se usa en el intervalo de 0,0002 a 0,09 moles de catalizador.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en un reactor de chorro con circulación en bucle.
10. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque el reactor de chorro con circulación en bucle presenta un tubo insertado y una boquilla en el fondo.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque tras la reacción y antes del procesamiento por destilación el catalizador básico presente en el efluente del reactor se neutraliza mediante reacción con un ácido protónico o se descompone con agua.
12. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque el ácido protónico se trata de ácido fosfórico.
13. Procedimiento según una de las dos reivindicaciones precedentes, caracterizado porque tras la reacción, tras la neutralización con un ácido protónico y antes del procesamiento por destilación, la mezcla de producto orgánico se separa mediante evaporación de sales presentes.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el procesamiento por destilación continuo se realiza de modo que se separan en primer lugar en una columna A metanol y dado el caso otros volátiles por cabeza y el efluente de fondo de la columna A se alimenta a una columna B, en la que se separa DMAC con una pureza de $\geq 99,7\%$ en peso por una salida lateral.
15. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque en la columna B se separa el DMAC con una pureza de $\geq 99,7\%$ en peso por una salida lateral líquida, que se encuentra en la parte de concentración de la columna.
16. Procedimiento según una de las dos reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el efluente de cabeza de la columna B, que contiene DMAC, se recicla a la columna A.
17. Procedimiento según una de las tres reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el efluente de fondo de la columna B se separa en una columna C, en donde el efluente de cabeza, que contiene DMAC y metanol, se recicla a la columna A.
18. Procedimiento según una de las cuatro reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el efluente de cabeza de la columna A, que contiene metanol, se purifica en una columna D y se usa en una planta de síntesis para la producción de metilaminas a partir de metanol y amoníaco.

19. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes para la producción de DMAC con una pureza de $\geq 99,7\%$ en peso, un contenido en agua ≤ 200 ppm y un índice de color Pt/Co ≤ 10 .

20. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes para la producción de DMAC con un contenido en ácido (calculado como ácido acético) de ≤ 80 ppm.

- 5 21. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se lleva a cabo en una planta en la que se puede producir también N,N-dimetilformamida (DMF) a partir de monóxido de carbono (CO) y DMA.