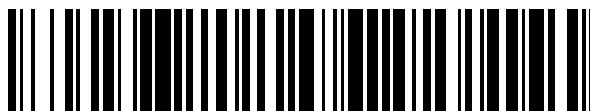


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 885**

51 Int. Cl.:

C07C 209/44 (2006.01)

C07C 211/07 (2006.01)

C07C 211/05 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.07.2009 E 09772737 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2015 EP 2307349**

54 Título: **N-etilmetilamina de alta pureza y su procedimiento de preparación**

30 Prioridad:

04.07.2008 FR 0854563

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

01.04.2015

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)
420, rue d'Estienne d'Orves
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**RUPPIN, CHRISTOPHE y
DUFOUR, JACQUELINE**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 532 885 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

N-etilmetilamina de alta pureza y su procedimiento de preparación

- 5 La presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación de N-etilmetilamina que presenta un muy alto grado de pureza, es decir, de muy bajos contenidos en impurezas habitualmente encontradas en los procedimientos industriales clásicos.
- La N-etilmetilamina (cuyo acrónimo "EMA" se utiliza en lo que sigue de la presente exposición) es una amina de especialidad de utilización creciente, particularmente como intermediario de síntesis, en diversos campos de aplicación.
- 10 Por ejemplo, en farmacia, la EMA interviene en la fabricación de moléculas activas destinadas al tratamiento de enfermedades de degeneración del sistema nervioso. Se observa igualmente un desarrollo de las aplicaciones en electrónica, particularmente para la síntesis de sales metálicas, como por ejemplo los tetrakis (etilmetilamino)- hafnio o zirconio. Estas sales metálicas son precursoras volátiles de selección para la realización de depósitos de películas metálicas en la fabricación de semiconductores.
- 15 Los dos campos de aplicación expuestos aquí más arriba, y bien de otros incluso, son ejemplos que ilustran la necesidad de que se pueda disponer de una EMA de alta pureza, en la escala industrial.
- Con el fin de obtener una EMA de alta pureza, se podría en efecto considerar purificar una EMA de grado técnico, por medio de incluso varias filtraciones, destilaciones, cristalizaciones, y otros medios corrientemente utilizados para la purificación de compuestos orgánicos.
- 20 Tales operaciones, si bien pueden ser llevadas a la escala de laboratorio, no son absolutamente adaptadas a las producciones industriales, en razón particularmente a los costes energéticos, volúmenes de efluentes, infraestructuras, y otros, que conducirían a una EMA de alta pureza poco rentable en el plano económico.
- Actualmente, la EMA puede ser obtenida por alquilación de la etilamina con un halogenuro de metilo (por ejemplo yoduro de metilo). Este procedimiento es aún así poco selectivo pues no permite evitar algunas reacciones parásitas, tales como la dialquilación; además, este procedimiento genera efluentes salinos difíciles de reciclar y de eliminar.
- 25 Otros procedimientos conocidos de síntesis de EMA son procedimientos catalíticos en fase gaseosa, por ejemplo a partir de etilamina, o metanol o a partir de monometilamina o de etanol. Las condiciones severas de síntesis utilizadas conducen sin embargo a bajos rendimientos por producción secundaria de dimetiletalmina o de dietilmetilamina.
- 30 Otra vía de acceso posible, en condiciones más suaves consiste en formar la EMA por reacción clásica de aminación reductiva a partir de etilamina y de formol. Pero esta vía de síntesis no permite obtener una EMA de buena pureza, en razón de la formación parásita de dimetiletalmina cuyo punto de ebullición (37°C) es muy próximo del de la EMA (33°C).
- 35 El subproducto, dimetiletalmina es por lo tanto muy difícilmente separable de la EMA por los procedimientos de purificación clásicos como la destilación fraccionada, y la síntesis industrial de EMA de alta pureza no puede por lo tanto ser considerada por esta vía.
- La solicitud EP 0714885 A divulga (Ejemplo 1) la síntesis de EMA a partir de una solución acuosa de etilamina y de benzaldehído, el intermediario (benzaldimina) siendo obtenido a continuación de la reacción con sulfato de dimetilo.
- 40 De manera similar, M. Al Shaik et coll. (« Bequeme Darstellung von reinen Methylalkylaminen durch Zink/Salzsäure-Reduktion von 1,3,5- Tris(alkyl)-hexahydro-1,3,5-triazinen », Archiv der Pharmazie, 317(3), (1984), 214-219) describe un procedimiento en dos etapas, con aislamiento de la aldimina intermediaria.
- El artículo del Beilstein OnLine n°RID:2870566 divulga otro procedimiento de síntesis de la EMA por aminación reductiva electroquímica.
- 45 Los trabajos de H. Gilman et coll. («N-Methylethylamine», Organic Syntheses Collective vol. V, (1973), 758-761) describe igualmente otro procedimiento de preparación de EMA utilizando yoduro de metilo.
- Surge por lo tanto la necesidad para un procedimiento de síntesis de Ema selectivo, con alto rendimiento, poco o no generador de subproductos, y de utilización fácil en el plano industrial, permitiendo así el acceso a una EMA de alta pureza, con volúmenes y costes de producción compatibles con las necesidades de los sectores de actividad relacionados.

La Solicitante ha descubierto ahora que es posible obtener una EMA de alta pureza, según un procedimiento selectivo y fácilmente industrializable. El grado de pureza de la EMA obtenido según la invención es superior o igual a 99%, preferiblemente superior a 99,5% en peso.

5 Así, según un primer aspecto, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de EMA de alta pureza, y en particular la preparación de una composición que comprende una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA), y una cantidad de N,N-dimetiletalamina (DMEA) inferior a 0,1% en peso, preferiblemente, inferior a 0,05% en peso, preferiblemente aún inferior a 0,02% en peso, ventajosamente inferior a 100 ppm en peso.

10 Más particularmente, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una composición que comprende:

a) una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);

b) de 0 a 0,05%, preferiblemente de 0 a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);

c) de 0 a 0,05%, preferiblemente de 0 a 0,02% en peso de dietilamina (DEA);

15 d) de 0 a 0,05% en peso, preferiblemente de 0 a 0,02% en peso, preferiblemente aún de 0 a 100 ppm en peso de dimetiletalamina (DMEA);

e) de 0 a 0,2%, preferiblemente de 0 a 0,1% en peso de dietilmetilamina (DEMA);

f) de 0 a 0,2%, preferiblemente de 0 a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina); y

20 g) el complemento al 100% en peso de agua, preferiblemente de 0 a 0,2%, preferiblemente aún de 0 a 0,1% en peso de agua.

En un modo de realización preferido, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una composición que comprende:

25 a) una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);

y uno o varios de los compuestos b) con a f) siguientes

b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);

c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dietilamina (DEA);

30 d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 0,0005% a 0,02% en peso, de preferencia aún de 5 ppm a 100 ppm en peso de dimetiletalamina (DMEA) ;

e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de dimetiletalamina (DEMA);

f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, preferiblemente de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina); y

35 g) el complemento a 100% en peso de agua, preferiblemente de 5 ppm a 0,2%, preferiblemente aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua.

40 Según otro modo de realización preferido, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una composición que comprende una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA), de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 0,0005% a 0,02% en peso, de preferencia aún de 5 ppm a 100 ppm peso de dimetiletalamina (DMEA), y el complemento a 100% en peso de agua, de preferencia de 5 ppm a 0,2%, de preferencia aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua.

Según aún otro modo de realización preferido, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una composición que comprende:

45 a) una cantidad superior o igual a 99%, de preferencia superior o igual a 99,5%, de preferencia aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);

- b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);
- c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dietilamina (DEA);
- d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 0,0005% a 0,02% en peso, de preferencia aún de 5 ppm a 100 ppm en peso de dimetiletilamina (DMEA) ;
- 5 e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de dimetiletilamina (DEMA);
- f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, preferiblemente de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina); y
- g) el complemento a 100% en peso de agua, preferiblemente de 5 ppm a 0,2%, preferiblemente aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua
- 10 Según otro modo de realización preferido, la invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una composición que comprende:
- a) una cantidad superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);
- b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 0,01 % en peso, de dimetilamina (DMA);
- 15 c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 0,01 % en peso, de dietilamina (DEA);
- d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 100 ppm peso de dimetiletilamina (DMEA);
- e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de dimetiletilamina (DEMA);
- f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, preferiblemente de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina); y
- 20 g) el complemento a 100% en peso de agua, preferiblemente de 5 ppm a 0,1%, preferiblemente aún de 5 ppm a 0,05% en peso de agua.
- La N-etilmetilamina de la invención, con los grados de pureza y eventuales impurezas definidas aquí anteriormente (es decir las composiciones definidas aquí más arriba) se obtiene por un procedimiento selectivo de aminación reductiva del acetaldehído por la monometilamina.
- 25 Así, la presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación de EMA de alta pureza, y en particular, las composiciones definidas precedentemente, que comprenden una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior a 99,5% en peso de EMA, procedimiento que se caracteriza por condiciones particulares de utilización de etapas de reacción, que permiten mejorar la selectividad y el rendimiento de la síntesis.
- Más precisamente, el procedimiento de la invención se caracteriza por el hecho de que comprende al menos las etapas siguientes:
- 30 a) preparación de una mezcla que comprende la monometilamina, al menos un catalizador de hidrogenación y una cantidad catalítica de al menos una base fuerte;
- b) agitación de mezcla y calentamiento a una temperatura de reacción comprendida entre 20°C y 120°C, preferiblemente entre 50°C y 80°C, preferiblemente aún entre 60°C y 75°C, bajo presión de hidrógeno;
- 35 c) adición de acetaldehído en la mezcla mantenida a temperatura y bajo presión de hidrógeno;
- d) recuperación del medio de reacción después de la separación del catalizador; y
- e) purificación de la EMA, preferiblemente por destilación fraccionada, con el fin de obtener la EMA de alta pureza según la invención.
- 40 Según un modo de realización preferido, el procedimiento de la invención es un procedimiento semicontinuo, pero su adaptación en procedimiento continuo es fácilmente realizable al alcance del experto en la técnica.
- La monometilamina (MMA) de partida puede ser utilizada tal como (gaseosa en las condiciones normales de temperatura y de presión, comercializada bajo la denominación MMA "anhidra"), o bajo la forma de solución acuosa. Se prefiere sin embargo utilizar bajo la forma de solución acuosa, por ejemplo con una dilución comprendida entre

10% y 90% en peso de MMA con relación al peso total de la solución, preferiblemente entre 20% y 60% en peso, particularmente aproximadamente 40% en peso.

- 5 Cuando la reacción se conduce a partir de MMA anhidra, esta se utiliza en el estado líquido bajo presión y la reacción se lleva a cabo generalmente sin solvente. Cuando la reacción se lleva a cabo en fase líquida, el solvente preferido es agua (en la cual se solubiliza la monometilamina). Se puede aún así utilizar otros solventes cuya naturaleza puede ser muy variable, a condición de que el solvente sea inerte en frente de la reacción considerada y miscible con el agua. Ejemplos de solventes son, a título no limitativo, los alcoholes, particularmente etanol, isopropanol y otros.
- 10 El catalizador de hidrogenación que puede ser utilizado en el procedimiento de la invención es de cualquier tipo conocido del experto en la técnica especializado en el campo de la hidrogenación de los compuestos orgánicos. Se prefiere utilizar cualquier tipo de catalizador habitualmente utilizado para las reacciones de hidrogenación catalítica en medio heterogéneo.
- 15 Ejemplos no limitativos de tales catalizadores pueden ser escogidos entre los catalizadores de hidrogenación a base de metales de los grupos 8, 9, 10 y 11 de la Clasificación Periódica de los Elementos (IUPAC), preferiblemente los catalizadores de Raney en base Ni, Co o Cu así como el Pd (tipo Pd/C) y más particularmente los catalizadores níquel de Raney. Igualmente, la cantidad de catalizador será escogido según el tipo de catalizador, las condiciones de reacción, y otras, como lo sabe el experto en la técnica. Como regla general, la cantidad de catalizador utilizado es tal que la concentración en catalizador con respecto a la MMA anhidra está comprendida entre 0,1 y 50% en peso, preferiblemente entre 1% y 25% y más particularmente entre 5% y 20%.
- 20 A la monometilamina y al catalizador se agrega una cantidad catalítica de al menos una base fuerte. Por "cantidad catalítica" se entiende una cantidad de base fuerte comprendida entre 0,15% y 4%, preferiblemente entre 0,4% y 2% y más particularmente entre 0,75% y 1,5% molar con relación a la MMA anhidra.
- 25 La base fuerte puede ser cualquier tipo de base fuerte, mineral u orgánica. Se prefieren además las bases hidrosolubles. Se prefieren igualmente las bases minerales, y entre estas los hidróxidos alcalinos y/o alcalinotérreos, más precisamente los hidróxidos de potasio y/o de sodio.
- La utilización de hidróxido de sodio y/o de potasio ha permitido llevar a cabo un procedimiento muy selectivo, con buenos rendimientos, y ha permitido la obtención de una EMA de muy alta pureza.
- La mezcla se agita, bajo presión de hidrógeno, y se lleva a una temperatura comprendida entre 20°C y 120°C, preferiblemente entre 40 y 100°C, más particularmente entre 50 y 80°C, típicamente entre 60°C y 75°C.
- 30 A la temperatura predefinida, la presión se ajusta por adición de hidrógeno, de manera que la presión en el reactor está comprendida entre la presión atmosférica y 15 MPa, preferiblemente entre 0,5 MPa y 8 MPa, y más particularmente entre 1 y 5 MPa.
- 35 El acetaldehído (AcH) se agrega al medio de reacción en un período que puede variar entre 30 minutos y 10 horas, preferiblemente entre 2 horas y 5 horas, manteniendo constante la presión, por adición de hidrógeno conforme a su consumo. La cantidad de acetaldehído adicionado es tal que la relación molar MMA/AcH está comprendida entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 1,25, preferiblemente entre 0,75 y 1,0 y más particularmente entre 0,85 y 0,95.
- 40 La duración de la reacción puede variar en grandes proporciones en función de la cantidad de reactivos utilizados, de la temperatura de reacción, de la presión de hidrógeno, pero en general, la reacción de aminación reductiva se lleva a cabo durante un período comprendido entre 30 minutos y 10 horas, preferiblemente entre 2 horas y 5 horas.
- La reacción se considera completa cuando no es más necesario adicionar hidrógeno en el reactor para mantener la presión constante, a una temperatura dada.
- 45 Al fin de la reacción, el catalizador es eliminado por cualquier medio conocido del experto en la técnica, por ejemplo por sedimentación, filtración, u otro, siendo preferida la sedimentación. Después de la eliminación del catalizador, el líquido es comprometido en una etapa de purificación, preferiblemente sometido a destilación fraccionada, preferiblemente a presión atmosférica, con el fin de recuperar la N-etilmetilamina de alta pureza según la invención.
- El catalizador puede así ser utilizado de nuevo para una serie de numerosos ciclos de síntesis de EMA de alta pureza (por ejemplo de 2 a algunas decenas, típicamente de 10 a 100), recargando el reactor con la MMA, la base fuerte, el hidrógeno y el AcH, como se indicó aquí más arriba.
- 50 La destilación se lleva a cabo preferiblemente bajo presión atmosférica, pero no se sale del marco de la invención operando bajo presión, o bajo vacío.

Además, la destilación se lleva a cabo ventajosamente con trasiego lateral, típicamente a nivel del cuarto superior de la columna, idealmente a un nivel comprendido entre 75% y 95% de la altura de la columna.

5 Por otro lado, y si es necesario en función de las aplicaciones, el contenido en agua puede ser aún reducido por aumento de la tasa de reflujo empleado durante la destilación y/o por cualquier tratamiento complementario de extracción de agua conocido del experto en la técnica, como el secado en tamiz molecular o por pervaporación por membrana.

La presente invención se ilustra ahora por medio de ejemplos que siguen, que no presentan ningún carácter limitativo, y que no pueden ser por consiguiente comprendidos como susceptibles de limitar el alcance de la invención tal como se reivindica.

10 **Ejemplo 1:** (según la invención)

15 En un autoclave de hidrogenación de 250 L, provisto de un sistema de agitación y de un sistema de calentamiento/enfriamiento, se introduce sucesivamente 89,5 kg de monometilamina (solución comercial acuosa al 40,5% en peso, sea 36,2 kg de MMA anhidra), aproximadamente 5,5 kg de níquel de Raney (concentración ponderal en níquel del catalizador superior a 82%) y aproximadamente 0,65 kg de hidróxido de sodio que se introducen bajo la forma de solución acuosa titulante 450 g/L.

20 El conjunto se coloca bajo presión de hidrógeno y se calienta a una temperatura de aproximadamente 65-67°C. El acetaldehído (56,3 kg) se introduce entonces en el autoclave durante una duración de aproximadamente 3,3 horas. La presión de hidrógeno se mantiene con aproximadamente 3 MPa, durante la duración de la reacción. Después de la adición de la totalidad del acetaldehído, la reacción se mantiene a temperatura y bajo presión de hidrógeno hasta que se suspende el consumo de hidrógeno (sea aproximadamente 1 hora).

Al fin de la reacción, como la selectividad en N-etilmetilamina, en frente del acetaldehído, es de 85,6% molar y el rendimiento molar en EMA es de 93% con respecto a la monometilamina de partida.

25 Se detiene la agitación, se desgasifica el autoclave y se deja sedimentar el catalizador. El líquido sobrenadante es entonces trasegado y sometido a una destilación fraccionada bajo presión atmosférica en una columna que comprende aproximadamente 15 a 20 platos teóricos. Después de la eliminación de las fracciones ligeras, la EMA de alta pureza se recupera por trasegado lateral con una altura de columna de aproximadamente 90%, con un rendimiento de destilación (tasa de recuperación en EMA con respecto a la EMA en el medio de reacción bruto) de 95%.

30 La composición en constituyentes orgánicos de la EMA de alta pureza se determina cuantitativamente y cualitativamente por cromatografía en base gaseosa (con calibración interna). La concentración en agua residual en la EMA es determinada por titulación potenciométrica según el método llamado de Karl-Fischer.

Se obtiene así una EMA de una pureza de 99,86% en peso, cuya composición se presenta en la tabla siguiente:

Naturaleza del constituyente	Cantidad ponderal (%)
EMA	99,87
MMA	0,008
DMA	0,011
Trimetilamina	0,007
DMEA	0,010
DEA	0,004
DEMA	0,050
Indefinidos	0,010
Agua	0,030

Ejemplo 2 (comparativo):

ES 2 532 885 T3

Se realiza la reacción de síntesis de la EMA según el Ejemplo 1 aquí arriba, con una cantidad de hidróxido de sodio de solamente 0,05% molar con respecto a la MMA anhidra introducida.

5 La N-etilmetilamina se obtiene en el medio de reacción bruto con una selectividad, en frente del acetaldehído, de solamente 67,6% molar, debido a la formación de una cantidad importante de DEMA (17,2% de selectividad en frente del acetaldehído), y compuestos pesados (13% de selectividad en frente del acetaldehído).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una composición que comprende una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA), y una cantidad de N,N-dimetiletilamina (DMEA) inferior a 0,1% en peso, preferiblemente, inferior a 0,05% en peso, preferiblemente aún inferior a 0,02% en peso, ventajosamente inferior a 100 ppm peso, siendo caracterizado el dicho procedimiento porque comprende al menos las siguientes etapas:
- 5 a) preparación de una mezcla que comprende la monometilamina, al menos un catalizador de hidrogenación y una cantidad catalítica de al menos una base fuerte;
- 10 b) agitación de la mezcla y calentamiento a una temperatura de reacción comprendida entre 20°C y 120°C, preferiblemente entre 50°C y 80°C, preferiblemente aún entre 60°C y 75°C, bajo presión de hidrógeno;
- c) adición de acetaldehído en la mezcla mantenida a temperatura y bajo presión de hidrógeno;
- d) recuperación del medio de reacción después de la separación del catalizador; y
- e) purificación de la EMA de alta pureza, preferiblemente por destilación fraccionada.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en la cual la composición comprende:
- 15 a) una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);
- b) de 0 a 0,05%, de preferencia de 0 a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);
- c) de 0 a 0,05%, de preferencia de 0 a 0,02% en peso, de dietilamina (DEA) ;
- 20 d) de 0 a 0,05% en peso, de preferencia de 0 a 0,02% en peso, de preferencia aún de 0 a 100 ppm peso de dimetiletilamina (DMEA) ;
- e) de 0 a 0,2%, de preferencia de 0 a 0,1% en peso de dimetiletilamina (DEMA) ;
- f) de 0 a 0,2%, preferiblemente de 0 a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina); y
- 25 g) el complemento a 100% en peso de agua, preferiblemente de 0 a 0,2%, preferiblemente aún de 0 a 0,1% en peso de agua.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en la cual la composición comprende:
- a) una cantidad superior o igual a 99%, preferiblemente superior o igual a 99,5%, preferiblemente aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);
- y uno o varios compuestos b) a f):
- 30 b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, preferiblemente de 5 ppm a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);
- c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, preferiblemente de 5 ppm a 0,02% en peso, de dietilamina (DEA);
- d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, preferiblemente de 0,0005% a 0,02% en peso, preferiblemente aún de 5 ppm a 100 ppm en peso de dimetiletilamina (DMEA) ;
- e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, preferiblemente 5 ppm a 0,1% en peso de dietilmetilamina (DEMA);
- 35 f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, preferiblemente de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina);
- y
- g) el complemento a 100% en peso de agua, preferiblemente de 5 ppm a 0,2%, preferiblemente aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua.
- 40 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la composición comprende : una cantidad superior o igual a 99%, de preferencia superior o igual a 99,5%, de preferencia aún superior o igual a 99,8% en peso de N-

etilmetilamina (EMA), de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 0,0005% a 0,02% en peso, de preferencia aún de 5 ppm a 100 ppm peso de dimetiletilamina (DMEA), y el complemento a 100% en peso de agua, de preferencia de 5 ppm a 0,2%, de preferencia aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la composición comprende:

- 5 a) una cantidad superior o igual a 99%, de preferencia superior o igual a 99,5%, de preferencia aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);
- b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dimetilamina (DMA);
- c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 5 ppm a 0,02% en peso, de dietilamina (DEA) ;
- 10 d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,05%, de preferencia de 0,0005% a 0,02% en peso, de preferencia aún de 5 ppm a 100 ppm peso de dimetiletilamina (DMEA);
- e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de dimetiletilamina (DEMA);
- f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo la trimetilamina) ; y
- 15 g) el complemento a 100% en peso de agua, de preferencia de 5 ppm a 0,2%, de preferencia aún de 5 ppm a 0,1% en peso de agua.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la composición comprende:

- a) una cantidad superior o igual a 99,5%, de preferencia aún superior o igual a 99,8% en peso de N-etilmetilamina (EMA);
- b) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 0,01% en peso, de dimetilamina (DMA);
- 20 c) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 0,01% en peso, de dietilamina (DEA);
- d) de 0,0005% (5 ppm) a 0,02%, de preferencia de 5 ppm a 100 ppm peso de dimetiletilamina (DMEA);
- e) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de dimetiletilamina (DEMA);
- f) de 0,0005% (5 ppm) a 0,2%, de preferencia de 5 ppm a 0,1% en peso de compuestos de partida que no hayan reaccionado, otros subproductos (tales como por ejemplo trimetilamina) ; y
- 25 g) el complemento a 100% en peso de agua, de preferencia de 5 ppm a 0,1%, de preferencia aún de 5 ppm a 0,05% en peso de agua.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque es un procedimiento en semicontinuo.

- 30 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual la monometilamina se introduce bajo la forma de solución acuosa, con una dilución comprendida entre 10% y 90% en peso de MMA con respecto al peso total de la solución, preferiblemente entre 20% y 60% en peso, particularmente aproximadamente 40% en peso.

- 35 9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual el catalizador se selecciona entre los catalizadores de hidrogenación con base en metales de los grupos 8, 9, 10 y 11 de la clasificación periódica de los elementos, preferiblemente los catalizadores de Raney en base Ni, Co o Cu así como el paladio (tipo Pd/C) y más particularmente los catalizadores níquel de Raney.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual una base fuerte se agrega al medio de reacción en cantidad comprendida entre 0,15% y 4%, preferiblemente entre 0,4% y 2% y más particularmente entre 0,75% y 1,5% molar con respecto a la MMA anhidra.

- 40 11. Procedimiento según la reivindicación 10, en la cual la base fuerte es el hidróxido de sodio.

12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual la relación molar monometilamina/acetaldéhidó está comprendida entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 1,25, preferiblemente entre 0,75 y 1,0 y más particularmente entre 0,85 y 0,95.

13. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en la cual el medio de reacción se purifica, después de la eliminación del catalizador, por destilación fraccionada, preferiblemente a presión atmosférica.

5 14. Procedimiento según la reivindicación 13, en la cual la destilación se lleva a cabo con trasiego lateral, típicamente a nivel del cuarto superior de la columna, idealmente a un nivel comprendido entre 75% y 95% de la altura de la columna.