

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 313**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.03.2013 PCT/EP2013/054742**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.09.2013 WO2013139627**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.03.2013 E 13708176 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 2828234**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de amidas**

30 Prioridad:

19.03.2012 EP 12160173

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

28.06.2017

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**BARLAGE, WILHELM;
RAYA, JAVIER;
BIGORRA LLOSAS, JOAQUIN y
RÖSSLER, HARALD**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 620 313 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 de fabricación de amidas

La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una amida de un ácido carboxílico haciendo reaccionar una amina de fórmula (I)

5
$$\text{H-NR}^1\text{R}^2 \quad (\text{I}),$$

en la que los números enteros están definidos como iguales o diferentes,

R^1 se selecciona de alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$,
 R^2 se selecciona de hidrógeno y alquilo $\text{C}_1\text{-C}_4$,

10 R^1 y R^2 se combinan de una forma que la amina según fórmula (I) tiene una temperatura de ebullición inferior a la del agua, caracterizado porque la amina según fórmula (I) se selecciona de metilamina, dimetilamina, etilamina, dietilamina, n-propilamina, isopropilamina, diisopropilamina, n-butilamina, iso-butilamina, terc-butilamina, metil-n-propilamina, n-metil-n-etilamina y metil-iso-propilamina, con un ácido carboxílico con al menos 3 átomos de carbono por molécula, llevando de forma opcional dicho ácido carboxílico al menos un grupo hidroxilo de alcohol por molécula, seleccionando una relación molar de amina según fórmula (I) a ácido carboxílico en el intervalo de 1,5:1 a 1:1,

15 que comprende las siguientes medidas:

- (a) se hace reaccionar la amina según fórmula (I) con dicho ácido carboxílico en unas condiciones de temperatura y presión en las que el agua y la amina según fórmula (I) son gaseosas, en la que la reacción (a) se efectúa en un único reactor,
- 20 (b) se destila el agua formada, junto a la amina no reaccionada según fórmula (I),
- (c) se separa la amina no reaccionada según fórmula (I) del agua y
- (d) se vuelve a introducir dicha amina según fórmula (I) en la mezcla de reacción en la medida (a),

caracterizado porque las medidas (a) y (b) se llevan a cabo sin emplear ningún disolvente orgánico.

25 Las amidas alquílicas y amidas dialquílicas de ácido graso se emplean para diferentes aplicaciones tales como disolventes respetuosos con el medio ambiente y como ayuda de fabricación para polímeros. Los procedimientos para la fabricación de tales amidas se conocen en la técnica. Muchos se inician a partir de un ácido carboxílico o un derivado tal como el respectivo haluro o éster y una amida alquílica o dialquílica. No obstante, se pueden observar varios inconvenientes. Los haluros de ácido carboxílico, sin embargo, son caros, y tienden a escindir haluros de hidrógeno en varias ocasiones tales como almacenamiento, transporte y reacciones. Tales haluros son muy corrosivos y durante la formación de amida tienen que neutralizarse, bien con un equivalente de amina o bien con una base añadida que puede reaccionar también en su lugar con el haluro de ácido carboxílico.

30 Durante la formación de amidas de ésteres (o lactonas) y aminas se formarán alcoholes, que reducirán el problema de corrosión descrito anteriormente, véase, por ejemplo, el documento WO 2010/037776. Sin embargo, los ésteres y las lactonas normalmente son bastante caros comparado con los ácidos carboxílicos. El documento WO 2010/108814 se refiere a un procedimiento para producir N,N-dialquilamida de ácido láctico a partir de ácido láctico y dialquilamina bajo presión.

35 El documento US 2009/0062565 desvela un procedimiento en el que se producen amidas de ácido graso a partir del respectivo ácido carboxílico y una amina. El procedimiento desvelado emplea un sistema de dos reactores. El agua formada se destila junto a amina y tras la separación la amina puede ser reciclada introduciéndola en ácido con el fin de iniciar la reacción para la formación de la amida. No obstante, para este procedimiento se necesita normalmente un exceso de amina. Esto es particularmente desventajoso para la producción a pequeña escala y procedimientos discontinuos.

40 Por lo tanto, la presente invención tiene como un objetivo proporcionar un procedimiento para fabricar amidas de ácido carboxílico a partir de ácidos carboxílicos que no requiera un gran exceso de amina, pero que proporcione amidas con un alto rendimiento y de buena pureza.

45 En consecuencia, se encontró el procedimiento definido al comienzo, de ahora en adelante denominado también el procedimiento inventivo.

Durante el transcurso del procedimiento inventivo, un ácido carboxílico, también denominado ácido carboxílico (II), se hará reaccionar con una amina de fórmula (I)

50
$$\text{H-NR}^1\text{R}^2 \quad (\text{I}),$$

también denominada de forma abreviada amina (I), en la que los números enteros están definidos como diferentes o preferentemente idénticos,

- R¹ se selecciona de alquilo C₁-C₄, tal como metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec-butilo o terc-butilo, preferentemente n-alquilo C₁-C₄ y particularmente metilo o etilo,
- R² se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₄, tal como metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec-butilo o terc-butilo, preferentemente n-alquilo C₁-C₄ y particularmente metilo o etilo,
- 5 en la que R¹ y R² se combinan de una forma que la amina según fórmula (I) tiene una temperatura de ebullición inferior a la del agua, caracterizado porque la amina según fórmula (I) se selecciona de metilamina, dimetilamina, etilamina, dietilamina, n-propilamina, isopropilamina, diisopropilamina y n-butilamina. Las aminas particularmente preferentes de fórmula (I) se seleccionan de dimetilamina y dietilamina.
- 10 Los ácidos carboxílicos que se harán reaccionar según el procedimiento inventivo se seleccionan de ácidos carboxílicos con al menos 3 átomos de carbono por molécula, llevando de forma opcional dicho ácido carboxílico al menos un grupo hidroxilo de alcohol por molécula.
- En una realización de la presente invención, el ácido carboxílico (II) se selecciona de ácidos carboxílicos C₃-C₁₈ que están ramificados y no sustituidos, tales como el ácido isobutírico y el ácido isovalérico.
- 15 En una realización de la presente invención, el ácido carboxílico (II) se selecciona de ácidos carboxílicos C₃-C₁₈ que son preferentemente de cadena lineal y no están sustituidos. Algunos ejemplos son el ácido propiónico, el ácido butírico, el ácido valérico, el ácido caproico (n-C₅H₁₁-COOH), el ácido caprílico, el ácido cáprico, el ácido láurico, el ácido mirístico, el ácido palmítico y el ácido esteárico. El ácido carboxílico (II) puede tener uno o más dobles enlaces carbono-carbono que no están conjugados con el grupo ácido carboxílico. Son preferentes los ácidos carboxílicos que no tienen un doble enlace carbono-carbono.
- 20 En una realización en particular preferente de la presente invención, el ácido carboxílico (II) se selecciona del ácido caprílico, el ácido cáprico y el ácido láurico y la amina (I) se selecciona de dimetilamina y dietilamina.
- En una realización de la presente invención, el ácido carboxílico (II) se selecciona de ácidos α-hidroxilo carboxílicos C₃-C₁₂ que preferentemente son de cadena lineal. En particular, son preferentes los ácidos α-hidroxilo carboxílicos C₃-C₁₂ que no llevan grupos funcionales adicionales.
- 25 En caso de que el ácido carboxílico (II) sea quiral, por ejemplo, ácidos α-hidroxilo carboxílicos C₃-C₁₂ que se seleccionan como ácido carboxílico (II), se ha descubierto que la estereoquímica no tiene ninguna influencia en la reacción. De este modo, cualquier enantiómero así como el racemato puede emplearse como material de partida.
- En una realización de la presente invención, el ácido carboxílico (II) se selecciona de ácido láctico.
- 30 En una realización en particular preferente de la presente invención se selecciona el ácido carboxílico (II) del ácido láctico y se selecciona la amina (I) de dimetilamina y dietilamina.
- En el procedimiento inventivo se seleccionará una relación molar de amina (I) a ácido carboxílico (II) en el intervalo de 1,5:1 a 1:1, refiriéndose a la relación global de los materiales de partida, preferentemente de 1,2:1 a 1:1.
- El procedimiento inventivo incluye las siguientes medidas:
- 35 (a) se hace reaccionar la amina según fórmula (I) con el ácido carboxílico (II) en unas condiciones de temperatura y presión en las que el agua y la amina (I) son gaseosas, en la que la reacción (a) se efectúa en un único reactor,
- (b) se destila el agua formada, junto a la amina (I) no reaccionada,
- (c) se separa la amina no reaccionada según fórmula (I) del agua y
- (d) se vuelve a introducir dicha amina (I) en la mezcla de reacción en la medida (a).
- 40 Las medidas (a) a (d) se abordarán más detalladamente a continuación.
- El término "medida" en el contexto de la presente invención no supone necesariamente que las diferentes medidas se lleven a cabo consecutivamente. Por ejemplo, la amina (I) reintroducida según la medida (d) se volverá a hacer reaccionar con ácido carboxílico (II) y, mientras tanto, se destilará más agua que se haya formado. La medida (a) del procedimiento inventivo incluye la reacción de la amina (I) con ácido carboxílico (II). Dicha
- 45 reacción puede ser una reacción de una etapa o de dos etapas. Dicha reacción puede incluir la formación intermedia de una sal (carboxilato de amonio) que posteriormente se condensa para formar una amida, o puede transcurrir directamente.
- La medida (a) se efectúa en unas condiciones de temperatura y presión en las que el agua y la amina según fórmula (I) son gaseosas, lo que significa que las condiciones de temperatura y presión son tales que el agua y amina (I) son
- 50 gaseosas. De este modo, por ejemplo, si la amina (I) se selecciona de dietilamina y la presión se selecciona para que sea presión normal (presión atmosférica, 1 bar), la temperatura de reacción es al menos 105 °C y preferentemente está en el intervalo de 130 a 230 °C.

En una realización de la presente invención, la reacción de la medida (a) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 130 a 230 °C, ajustándose la presión en consonancia, preferentemente en el intervalo de 150 a 210 °C.

5 En una realización de la presente invención, la reacción en la medida (a) se lleva a cabo a una presión en el intervalo de 0,5 bar a 40 bar, preferentemente de presión atmosférica a 10 bar, ajustándose la temperatura en consonancia.

10 La reacción de la amina (I) con ácido carboxílico (II) en la medida (a) se efectúa poniendo en contacto la amina (I) con ácido carboxílico (II). Es preferente cargar en primer lugar el reactor en el que la medida (a) va a efectuarse con un ácido carboxílico (II). Dicho reactor puede cargarse con ácido carboxílico (II) preferentemente en forma líquida. Sin embargo, según el caso, también es posible cargar ácido carboxílico en forma sólida, lo que puede incluir una etapa de fusión antes de llevar a cabo la medida (a), y después introducir la amina (I), o fundir ácido carboxílico (II) en presencia de la amina (I). En una realización se carga ácido carboxílico como una solución acuosa y, en primer lugar, se destilará agua disolvente de la misma.

15 En una realización de la presente invención, especialmente en realizaciones donde el ácido carboxílico se selecciona de ácidos α -hidroxilo carboxílicos C₃-C₁₂, el ácido carboxílico puede contener algunos ésteres como impurezas. Estas podrían ser, por ejemplo, lactida y oligómeros de ácido láctico en el caso del ácido láctico.

Preferentemente, la reacción en la medida (a) se lleva a cabo al mezclar, por ejemplo, al remover o al recircular el líquido. Es posible introducir la amina (I) en forma líquida y efectuar la evaporación en el recipiente en el que la reacción se está llevando a cabo, pero es preferente introducir la amina (I) en estado gaseoso (en forma gaseosa).

Preferentemente, la reacción en la medida (a) se lleva a cabo de forma discontinua o de forma semidiscontinua.

20 La medida (a) puede efectuarse en un reactor en cascada, pero es preferente realizar la medida (a) en un único recipiente, por ejemplo, en un reactor con depósito. Dicho recipiente y preferentemente dicho reactor con depósito está equipado con –entre otros– un medio para retirar el agua en el estado gaseoso, un medio para introducir ácido carboxílico (II) y para introducir amina (I) y un medio para volver a introducir amina (I), véase a continuación.

25 Preferentemente, dicho recipiente está equipado con medios para retirar agua en el estado gaseoso que normalmente contiene alguna amina (I) y con medios para separar el agua y la amina (I), por ejemplo, una columna de destilación, una columna de fraccionamiento y/o al menos un condensador, o una combinación de dos o más columnas de fraccionamiento, de forma ventajosa con uno o dos condensadores.

30 En una realización de la presente invención, dicho recipiente está equipado con dos columnas de fraccionamiento y dos condensadores, ajustados a dos temperaturas diferentes. La medida (a) se lleva a cabo sin el empleo de ningún disolvente orgánico. En dicho caso, la medida (b) no requerirá ningún disolvente orgánico.

En una realización de la presente invención, la medida (a) se efectúa con el uso de un catalizador. En otra realización, la medida (a) se efectuará sin catalizador.

35 En una realización de la presente invención, la medida (a) se efectúa con el empleo de un aditivo, por ejemplo, un supresor de espuma o un agente anti-espuma o un antioxidante, tal como, pero sin limitación, hipofosfito de metal alcalino. En una realización alternativa, la medida (a) se realizará sin aditivos.

40 En la medida (b) se destilará el agua formada por la formación de la amida. Durante la medida (b), el agua se destilará junto a amina no reaccionada (I). El agua puede destilarse con la mayoría de la amina no reaccionada (I) o con todo el exceso de amina (I), o puede destilarse únicamente junto con un porcentaje muy reducido de la amina (I). La destilación se efectuará al retirar partes de la fase gaseosa en el recipiente y en particular en el reactor con depósito en el que se lleva a cabo la medida (a). Dicha retirada puede efectuarse, por ejemplo, abriendo una salida o una válvula del recipiente en un medio para separar la amina (I) de agua. También es posible tener una salida permanente abierta y permitir que la amina gaseosa (I) y el vapor escapen del recipiente donde se efectúa la medida (a) y lleguen al medio para separar la amina (I) de agua.

El flujo de materiales gaseosos (agua, amina (I)) puede mejorarse con al menos una bomba.

45 En la medida (c) se separa amina no reaccionada (I) y el agua destilada en la medida (b). Dicha separación puede lograrse de forma ventajosa con una columna de destilación, dos columnas de destilación, una columna de fraccionamiento, dos columnas de fraccionamiento, tres o más columnas de destilación, tres o más columnas de fraccionamiento o una o más membranas. Es preferente el empleo de una o más columnas de destilación o fraccionamiento. En particular, es preferente el empleo de una o dos columnas de destilación en combinación con uno o más condensadores o con uno o más deflegmadores. Si se emplea uno o más condensadores en combinación con columnas de fraccionamiento o destilación es preferente manejar dicho(s) condensador(es) de forma que al menos el 90 % en peso del agua que está destilada se retirará del vapor gaseoso, preferentemente al menos el 95 % en peso. En una realización, el agua que se destilada se retirará por completo o se elimina hasta el 99,9 % en peso del agua.

Es preferente retirar el agua de la mezcla en la medida (c) en la forma líquida.

5 En caso de emplear una o más columnas de fraccionamiento, es preferente emplear tales columnas seleccionadas de columnas de platos y columnas de relleno. Algunos ejemplos de platos incluidos en columnas de platos son los platos tipo casquete de burbujeo, los platos perforados y los platos de válvula. Algunos ejemplos de relleno adecuado para columnas de relleno son rellenos depositados aleatoriamente y rellenos estructurados.

En caso de que en la medida (c) se emplee una combinación de al menos una columna de fraccionamiento o al menos una columna de destilación con al menos un condensador o al menos un deflegmador la relación de reflujo se ajusta de una forma que el reflujo de agua en la mezcla de reacción de la medida (a) es el menor posible.

10 En una realización de la presente invención, la medida (c) se diseña de una forma que la columna de fraccionamiento tiene en el intervalo de 2 a 40 etapas de equilibrio.

En una realización preferente de la presente invención la relación de reflujo y las etapas de equilibrio de la(s) columna(s) combinadas con condensador(es) o deflegmador se ajustan de una forma que el agua puede eliminarse sin una purificación adicional y puede reintroducirse en la reacción amina (I) de 90 % en peso de pureza o superior.

En una realización de la presente invención se emplea una membrana para separar agua y amina.

15 Al separar la amina (I) de agua, se recupera la amina (I).

En la medida (d), la amina (I) recuperada según la medida (c) se reintroducirá en la mezcla de reacción en la medida (a). Puede reintroducirse amina (I) en forma líquida o gaseosa. Es preferente reintroducir amina (I) en la reacción según la medida (a) en forma gaseosa.

20 En una realización de la presente invención se seleccionan uno o más sopladores como medio para reintroducir amina (I) (compresores), especialmente sopladores Roots, junto a un difusor de gas tal como, por ejemplo, un anillo mezclador.

En una realización de la presente invención se seleccionan agitadores de gasificación como medio para reintroducir amina (I), preferentemente agitadores de gasificación con capacidad de succión, sin o en combinación con un soplador.

25 En una realización de la presente invención se seleccionan boquillas de chorro líquido como medio para reintroducir amina (I). En esta realización, el recipiente de reacción indicado en la medida (a) puede contener un agitador, pero no lo requiere necesariamente.

En una realización de la presente invención se empleará la mezcla de reacción líquida de la medida (a) para hacer funcionar una boquilla de chorro líquido, por ejemplo, como fluido motriz (eyector).

30 El procedimiento inventivo puede realizarse como un procedimiento discontinuo, un procedimiento semidiscontinuo o un procedimiento continuo. Es preferente realizarlo como un procedimiento discontinuo o semicontinuo.

En caso de que el procedimiento inventivo se realice como un procedimiento discontinuo o semidiscontinuo, la reacción tendrá su fin cuando se haya convertido todo o casi todo, tal como del 90 al 99,9 % en moles de ácido carboxílico (II), preferentemente el 93 % en moles o más.

35 Una vez finalizada la reacción puede recuperarse con un excelente rendimiento y gran pureza amida de ácido carboxílico (II) y amina (I). Para muchas aplicaciones, dicha amida puede emplearse sin una purificación adicional, pero es posible, como alternativa, purificarla. Algunos procedimientos de purificación útiles son destilación, desodorización (separación), decoloración con, por ejemplo, carbón, o filtración sobre sílice.

40 En caso de que el ácido carboxílico (II) lleve uno o más grupos hidroxilo de alcohol, tan solo puede detectarse una cantidad muy reducida del subproducto generado por la sustitución nucleófila del grupo hidroxilo de alcohol por amina (I), como mucho, tal como de cero al 3,0 % en moles, en particular del 0,1 al 1,5 % en moles, de cero al 1,0 % en moles, en particular del 0,001 al 0,5 % en moles, en referencia al total de amida deseada. Dichos subproductos de sustitución nucleófila tienen normalmente un olor muy desagradable y la presencia de trazas como tales pueden detectarse fácilmente.

45 La invención se ilustra adicionalmente con ejemplos.

Partes significa partes en peso.

Ejemplo 1: Fabricación de N,N-dimetil lactamida

50 Se empleó el siguiente sistema de aparato: reactor con depósito con agitación, sistema de calentamiento, en la parte superior una salida a la parte inferior de una columna de fraccionamiento ("primera columna") con relleno Sulzer (40 elementos, 40-200 Sulzer M752Y), sin reflujo, seguido de otra columna de fraccionamiento ("segunda columna")

(relleno Sulzer, 22·250 Elementos Sulzer M752Y), alimentación en la parte superior y conectado a un condensador (20 °C) en la parte superior de la columna. En el segundo condensador, el agua se condensó, pero la dimetilamina permaneció en estado gaseoso. El sistema también comprendía una boquilla de chorro líquido (bomba eyectora) para la reintroducción de gas de dimetilamina en el reactor con depósito.

5 El reactor con depósito se cargó con 60,0 partes de ácido láctico racémico (88 % en peso de solución acuosa) y 0,51 partes de hipofosfito de sodio. El reactor con depósito se evacuó. Se introdujo dimetilamina en el reactor con depósito como un gas (medida (a.1)). Con calentamiento se introdujo el 104 % en moles de la cantidad teórica de dimetilamina (27,39 partes) en el reactor durante 8,9 h tras iniciar la adición de dimetilamina a una temperatura de 170 °C y una presión de 2,14 bar (absoluto). Mientras tanto, el agua se retiró de la mezcla de reacción –junto con dimetilamina (medida (b.1))– por destilación y pasó a través de la primera columna. En la segunda columna se separó el agua y la dimetilamina (medida (c.1)). Se reintrodujo en el reactor dimetilamina gaseosa a través de un bucle con la boquilla de chorro líquido (medida (d.1)). El valor de ácido se supervisó a lo largo de la reacción (DIN 53402).

15 Se continuó la reacción durante 37,5 horas durante las cuales la temperatura se mantuvo a de 166 °C a 172 °C. La presión en el reactor era de 1,34 bar (absoluto) al final de la medida (b.1). El valor de ácido del producto de reacción en bruto era 7,8 mg KOH/g en ese momento.

El producto en bruto se separó en un recipiente diferente con el fin de retirar subproductos de bajo punto de ebullición, por ejemplo, el exceso de dimetilamina. El producto en bruto separado contenía el 95,7 % de N,N-dimetil lactamida (análisis de CG, a través de la evaluación del área del cromatograma de gases).

20 **Ejemplo 2: Fabricación de N,N-dimetil lactamida**

Se empleó el siguiente sistema de aparato: reactor con depósito con agitación, sistema de calentamiento, en la parte superior una salida a la parte inferior de una columna de fraccionamiento ("primera columna") con relleno Sulzer (20 elementos, 20·200 Sulzer M752Y), condensador de reflujo, seguido de otra columna de fraccionamiento ("segunda columna") (relleno Sulzer, 22·250 Elementos Sulzer M752Y), alimentación en la parte superior y conectado a un condensador en la parte superior de la columna. En el segundo condensador, el agua se condensó, pero la dimetilamina permaneció en estado gaseoso. El sistema también comprendía una boquilla de chorro líquido (bomba eyectora) para la reintroducción de gas de dimetilamina en el reactor con depósito.

30 El reactor con depósito se cargó con 120 partes de ácido láctico (88 % en peso de solución acuosa) y 0,11 partes de hipofosfito de sodio. El reactor con depósito se evacuó. Se introdujo dimetilamina en el reactor con depósito como un gas (medida (a.1)). Inicialmente se añadió dimetilamina sin calentamiento. Tras la adición del 66 % de la cantidad estequiométrica de DMA (durante 7,5 h), la mezcla de reacción se calentó a 170 °C. Se añadió el resto de DMA a una temperatura de reacción de 168-176 °C y a una presión de 0,5 - 2,3 barg. En total se introdujeron 102 % en moles de la cantidad teórica de dimetilamina (53,75 partes) en el reactor durante el espacio de tiempo (finalizado 51 h tras el inicio de la alimentación de DMA). Mientras tanto, el agua se retiró de la mezcla de reacción –junto con dimetilamina (medida (b.1))– por destilación y pasó a través de la primera columna. En la segunda columna se separó el agua y la dimetilamina (medida (c.1)). Se reintrodujo en el reactor dimetilamina gaseosa a través de un bucle con la boquilla de chorro líquido (medida (d.1)). El valor de ácido se supervisó a lo largo de la reacción (DIN 53402).

40 Se continuó la reacción hasta que se alcanzó un valor de ácido del producto de reacción en bruto de 10 mg KOH/g. El tiempo de reacción total desde el inicio de flujo de DMA hasta el fin fue de 68 h. El producto en bruto contenía el 97,3 % de N,N-dimetil lactamida (análisis de CG, a través de la evaluación del área del cromatograma gases).

El producto en bruto se separó purgándolo con nitrógeno con el fin de retirar subproductos de bajo punto de ebullición, por ejemplo, el exceso de dimetilamina. El rendimiento del producto separado fue de 135,8 partes.

45 **Ejemplo 3: Fabricación de N,N-dimetil lactamida C8/C10**

Se empleó el mismo equipo que en el ejemplo 2.

50 El reactor con depósito se cargó con 91,6 partes de ácido graso C8/C10 (Edenor V85) y 0,11 partes de hipofosfito de sodio. El reactor con depósito se evacuó. Se introdujo dimetilamina (DMA) en el reactor con depósito como un gas (medida (a.1)) y la mezcla se calentó a 179 °C. Se añadió dimetilamina a una velocidad en la que la presión permanecía inferior a 2,0 barg. Se aplicó calentamiento para mantener la temperatura de reacción a 196-198 °C. En total se introdujo el 101 % en moles de la cantidad teórica de dimetilamina (28,43 partes) en el reactor durante 9,2 h. Mientras tanto, el agua se retiró de la mezcla de reacción –junto con dimetilamina (medida (b.1))– por destilación y pasó a través de la primera columna. En la segunda columna, se separó el agua y la dimetilamina (medida (c.1)). Se reintrodujo en el reactor dimetilamina gaseosa a través de un bucle con la boquilla de chorro líquido (medida (d.1)). El valor de ácido se supervisó a lo largo de la reacción (DIN 53402).

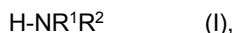
55 Se continuó la reacción hasta que se alcanzó un valor de ácido del producto de reacción en bruto de 6 mg KOH/g. El tiempo de reacción total desde el inicio del flujo de DMA hasta el fin fue de 12,7 h.

ES 2 620 313 T3

El producto en bruto se separó purgándolo con nitrógeno con el fin de eliminar subproductos de bajo punto de ebullición, por ejemplo, el exceso de dimetilamina. El rendimiento del producto separado N,N-dimetil amida C8/C10 fue de 102,4 partes.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de una amida de un ácido carboxílico haciendo reaccionar una amina de fórmula (I)



en la que los números enteros están definidos como siendo iguales o diferentes,

- 5 R¹ se selecciona de alquilo C₁-C₄,
 R² se selecciona de hidrógeno y alquilo C₁-C₄,

R¹ y R² se combinan de forma que la amina según fórmula (I) tenga una temperatura de ebullición inferior a la del agua, **caracterizado porque** la amina según fórmula (I) se selecciona de metilamina, dimetilamina, etilamina, dietilamina, n-propilamina, isopropilamina, diisopropilamina, n-butilamina, iso-butilamina, terc-butilamina, metil n-propilamina, n-metil-n-etilamina y metil iso-propilamina,
 10 con un ácido carboxílico con al menos 3 átomos de carbono por molécula, llevando de forma opcional dicho ácido carboxílico al menos un grupo hidroxilo de alcohol por molécula, seleccionando una relación molar de amina según fórmula (I) a ácido carboxílico en el intervalo de 1,5:1 a 1:1, que comprende las siguientes medidas:

- 15 (a) hacer reaccionar la amina según fórmula (I) con dicho ácido carboxílico en unas condiciones de temperatura y presión en las que el agua y la amina según fórmula (I) son gaseosas, en la que la reacción (a) se efectúa en un único reactor,
 (b) destilar el agua formada, junto a la amina no reaccionada según fórmula (I),
 (c) separar la amina no reaccionada según fórmula (I) del agua y
 20 (d) volver a introducir dicha amina según fórmula (I) en la mezcla de reacción en la medida (a),

caracterizado porque las medidas (a) y (b) se llevan a cabo sin emplear ningún disolvente orgánico.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la reacción en la medida (a) se efectúa a una temperatura en el intervalo de 130 a 230 °C.

25 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** dicho ácido carboxílico se selecciona de ácido láctico.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la medida (a) se efectúa en un reactor que está conectado a una columna de fraccionamiento y a un condensador.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la medida (a) se efectúa en un reactor que está conectado a una combinación de dos columnas de fraccionamiento y dos condensadores.

30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** las boquillas de chorro líquido se seleccionan como medio para volver a introducir la amina (I) en la medida (d).