

(11) Número de Publicação: **PT 1551522 E**

(51) Classificação Internacional:

**B01D 3/14** (2007.10) **B01D 3/42** (2007.10)  
**C07C 233/00** (2007.10)

**(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

---

(22) Data de pedido: **2003.06.18**

(30) Prioridade(s): **2002.07.01 US 186764**

(43) Data de publicação do pedido: **2005.07.13**

(45) Data e BPI da concessão: **2009.04.02**  
**125/2009**

(73) Titular(es):

**MALLINCKRODT INC.**  
**675 MCDONNELL BOULEVARD, P.O. BOX 5840**  
**ST. LOUIS, MO 63134** **US**

(72) Inventor(es):

**MICHAEL J. GENTILCORE** **US**

(74) Mandatário:

**ALBERTO HERMÍNIO MANIQUE CANELAS**  
**RUA VÍCTOR CORDON, 14 1249-103 LISBOA** **PT**

(54) Epígrafe: **PURIFICAÇÃO DA N,N-DIMETILACETAMIDA**

(57) Resumo:

**RESUMO****"PURIFICAÇÃO DA N,N-DIMETILACETAMIDA"**

Método para purificar a N,N-dimetilacetamida (DMAc) a partir de uma solução aquosa contendo ácido acético como contaminante. Duas colunas de destilação fracionada são dispostas em série. A solução contendo o contaminante é proporcionada à primeira coluna com um perfil de temperatura de modo a que resulte na separação do ácido acético para a água da cabeça de destilação. O material remanescente na porção inferior da primeira coluna é reciclada para a primeira coluna e também proporcionada a uma segunda coluna, com o que a DMAc livre de contaminação de ácido acético é recuperada e os remanescentes DMAc e ácido acético são feitos retornar para a primeira coluna para mais separação. O método utiliza procedimentos e equipamento de destilação fracionada, eliminando, deste modo, a necessidade de extrações mais complexas e/ou separações cromatográficas.

## **DESCRIÇÃO**

### **"PURIFICAÇÃO DA N,N-DIMETILACETAMIDA"**

#### **Domínio do Invento**

O invento refere-se, de uma maneira geral, a um método de destilação contínua para purificar a N,N-dimetilacetamida de uma matéria-prima de água-N,N-dimetilacetamida quando está presente ácido acético como contaminante, tal como referido na reivindicação 1.

#### **Antecedentes**

A destilação, um método de separação de componentes de uma solução, depende da distribuição dos componentes entre uma fase gasosa e uma fase líquida. A fase gasosa é produzida a partir de uma fase líquida por vaporização. Uma nova fase líquida de composição diferente é produzida a partir da fase gasosa por condensação.

A destilação contínua é relativamente simples e é um método correntemente empregue para separar componentes voláteis de uma mistura com base nas diferenças dos seus pontos de ebulição. A destilação contínua é conceptualmente composta por muitos pratos ideais de destilação, cada um dos quais coloca em contacto íntimo uma fase líquida e uma

fase gasosa. Os componentes da fase líquida e da fase gasosa são redistribuídos por condensação e vaporização e uma nova fase líquida e uma nova fase gasosa de composição diferente sai do prato. Embora a mudança de composição de um prato possa ser ligeira, a utilização de muitos pratos numa disposição em contra-corrente pode efectuar uma grande mudança global da composição e podem resultar produtos de componentes essencialmente puros.

A destilação contínua é rotineiramente realizada utilizando colunas adaptadas para facilitar o contacto da fase líquida e da fase gasosa através do aumento da área superficial de condensação. Por exemplo, as colunas têm incorporado dedos de destilação ou componentes internos, tais como placas perfuradas, campânulas e tabuleiros, que são facilmente vistos como uma aproximação a um prato ideal. Os componentes internos, tais como o enchimento aleatório ou o enchimento estruturado não definiram claramente os pratos ideais, mas são correntemente empregues em destilação contínua.

A configuração clássica de um processo de destilação contínua é uma coluna de destilação com um único condensador superior e um único balão de aquecimento na parte inferior. A matéria-prima é introduzida na parte média nominal da coluna. Os componentes com maior ponto de ebulação são removidos da zona do balão de aquecimento como produto da parte inferior. Os componentes de menor ponto de ebulação são removidos da zona do condensador como

destilado. Uma porção do destilado é feita retornar (i.e., refluxado) para o topo da coluna. O líquido refluxado contacta os vapores que saem do balão de aquecimento através da coluna para efectuar a separação. A tecnologia para dimensionar e projectar uma destilação contínua é bem conhecida. Cada projecto é específico em relação aos componentes que vão ser separados e à sua volatilidade única.

No caso de uma mistura de N,N-dimetilacetamida (DMAc) e água, a separação dos dois componentes puros é simples por causa da grande diferença de volatilidade, tal como pode ser esperado do ponto de ebulação para cada componente puro. O ponto de ebulação à pressão atmosférica para a DMAc é de 166°C. O ponto de ebulação à pressão atmosférica da água é de 100°C. Numa destilação contínua de uma matéria-prima de DMAc e água, a água será o destilado recolhido no condensador e a DMAc será o produto da parte inferior do balão de aquecimento.

O ácido acético está frequentemente presente como contaminante na matéria-prima DMAc e água. Isto pode acontecer porque a DMAc se pode degradar para formar ácido acético e dimetilamina (DMA). Alternativamente, o ácido acético pode estar presente devido a uma síntese química em que foi utilizada DMAc como solvente.

Uma mistura de DMAc e ácido acético, contudo, não é facilmente separada nos seus componentes, mesmo embora o

ponto de ebulação do ácido acético, 118°C, seja suficientemente distinto do ponto de ebulação da DMAc. Isto deve-se a um efeito de ligação de hidrogénio, em que a DMAc, na presença de ácido acético, actua como uma base e exerce uma forte atracção em relação ao ácido acético. A DMAc e o ácido acético formam uma mistura azeotrópica de alto ponto de ebulação, definida como uma solução de dois ou mais líquidos, cuja composição não se altera por destilação. Mais especificamente, a mistura azeotrópica de 21% de ácido acético e de 79% de DMAc, tem um ponto de ebulação de cerca de 171°C à pressão atmosférica.

Uma configuração de destilação contínua clássica não pode separar misturas que formam azeótropos em duas correntes de componentes puros. Um dos produtos da coluna de destilação aproximar-se-á da composição azeotrópica. Um azeótropo de alto ponto de ebulação, se ocorrer, concentrar-se-á no produto da parte inferior do balão de aquecimento. Um azeótropo de baixo ponto de ebulação, se ocorrer, concentrar-se-á no produto destilado obtido no condensador.

Quando uma mistura de água, DMAc, e ácido acético é alimentada a uma configuração de coluna de destilação clássica, o ácido acético será separado para a parte de baixo da coluna e assim contaminará a DMAc, porque o ácido acético formará um azeótropo de alto ponto de ebulação com a DMAc.

Tentativas para remover a DMAc como uma corrente de vapor lateral no ou próximo do fundo da coluna não são uma solução eficaz. O ácido acético irá eventualmente aumentando de concentração na parte inferior da coluna que se aproxima do azeótropo DMAc-ácido acético. Os vapores do azeótropo migrarão para cima na coluna e contaminarão a corrente lateral de vapor da DMAc. A concentração de ácido acético na parte inferior da coluna pode ser controlada até uma concentração bem inferior à do azeótropo purgando o acumulado na parte inferior da coluna. Contudo, isto resultará indesejavelmente numa grande perda de DMAc. A redestilação do produto de DMAc da parte inferior para remover a DMAc como um produto da cabeça de destilação numa segunda coluna de destilação, requerirá que os produtos da parte inferior da segunda coluna sejam purgados para controlar o ácido acético abaixo da sua composição azeotrópica resultando, novamente, numa perda substancial do desejado componente de DMAc.

A Patente Francesa No. 1 549 711 descreve que o produto da parte inferior da segunda coluna, sendo uma matéria-prima de DMAc e ácido acético, essencialmente seco no que se refere a um terceiro componente de água, pode ser alimentada a uma terceira coluna operada a uma pressão diferente para alterar a composição azeotrópica. Isto, contudo, envolve a despesa adicional e o passo de uma terceira coluna. Para além disso, o sistema não é descrito para a separação de DMAc, água e ácido acético.

Um método para ultrapassar os problemas atrás mencionados é, consequentemente, desejado.

### Sumário

Numa forma de realização, o invento refere-se a um método para separar a N,N-dimetilacetamida (DMAc) de uma solução aquosa de DMAc contendo ácido acético, tal como referido na reivindicação 1. Uma primeira coluna de destilação tem uma porção superior e uma porção inferior em relação à entrada da alimentação. A porção inferior é ainda dividida nas porções superior, intermédia e inferior. Numa forma de concretização a solução é alimentada a uma primeira coluna de destilação através de uma entrada de alimentação lateral na parte intermédia nominal da coluna.

O perfil de temperatura da coluna é controlado para tornar a porção inferior da parte de baixo da coluna substancialmente seca e a porção superior da parte de baixo da coluna substancialmente molhada, para repartir o ácido acético entre a corrente de destilado da cabeça e a corrente de produto da parte inferior. O produto da parte inferior da primeira coluna de destilação é alimentado a uma entrada de alimentação de uma segunda coluna de destilação para destilar a DMAc purificada para a corrente da cabeça e o de proporcionar uma mistura de DMAc e ácido acético na corrente da parte inferior. Numa forma de concretização a corrente da parte inferior da segunda coluna entra na entrada da primeira coluna (bomba de

recirculação) para repartir uma porção adicional de ácido acético da mistura de DMAc e ácido acético para uma corrente da cabeça da primeira coluna, de modo a que substancialmente todo o ácido acético na alimentação original seja destilado para a corrente da cabeça da primeira coluna. A DMAc purificada é recuperada na porção da cabeça da segunda coluna.

É também aqui descrito um equipamento para separar os componentes de fluido numa solução alimentada. O equipamento tem uma primeira coluna de destilação em série com uma segunda coluna de destilação. A primeira coluna de destilação tem uma entrada de alimentação para uma solução, um condensador na cabeça para uma corrente de destilado de cabeça, um balão de aquecimento para uma corrente de produto inferior e uma saída; a coluna tem porções superior e inferior, tendo a porção inferior porções superior, intermédia e inferior da parte de baixo. A segunda coluna de destilação tem uma entrada de alimentação para a corrente inferior da primeira coluna, um condensador da cabeça para a corrente de destilado da cabeça, e um segundo balão de aquecimento para um produto da parte inferior. Uma bomba faz retornar a corrente de produto da parte inferior da segunda coluna para a entrada da primeira coluna. Um sistema de controlo no refluxo da primeira coluna e no balão de aquecimento da primeira coluna regula o perfil de temperatura de uma coluna de modo a que a porção inferior da parte de baixo da primeira coluna seja substancialmente livre do componente de menor ponto de ebullição e a porção

superior da parte inferior da primeira coluna seja predominantemente rica no componente de menor ponto de ebulação. O perfil de temperatura pode ser regulado ajustando o calor aplicado no balão de aquecimento ou ajustando o caudal do refluxo que retorna para a coluna.

Noutra forma de concretização, o invento refere-se a um método para purificar DMAc a partir de ácido acético numa solução aquosa alimentando a solução a uma primeira coluna de destilação sob condições suficientes para rapartir o ácido acético aquoso para o destilado que sai da primeira coluna, e para o produto da parte inferior não destilado seco. O produto da parte inferior da primeira coluna é bombeado de retorno para uma entrada na primeira coluna e também para uma entrada da segunda coluna de destilação sob condições suficientes para destilar a DMAc purificada como um destilado da segunda coluna e para proporcionar um produto da parte inferior não destilado na segunda coluna contendo DMAc e ácido acético de retorno para a primeira coluna para mais separação entre o ácido acético aquoso e a DMAc. O retorno do produto da parte inferior da segunda coluna para a primeira coluna pode ser quer para a entrada da primeira coluna na zona intermédia nominal, quer para o balão de aquecimento inferior, quer para outra entrada. Os produtos da parte inferior bombeados de retorno para a primeira coluna podem ser alimentados na secção intermédia nominal ou em qualquer outra entrada localizada acima ou na porção superior da parte inferior da primeira coluna. A DMAc purificada é recuperada como o destilado da segunda coluna.

É também aqui descrito, de uma maneira geral, um método para purificar um componente como maior ponto de ebulação a partir de uma solução de um componente de menor ponto de ebulação contaminado com um terceiro componente que forma um azeótropo binário de alto ponto de ebulação com o componente de maior ponto de ebulação. A solução é alimentada a uma entrada na secção intermédia nominal de uma primeira coluna de destilação com um perfil de temperatura suficiente para tornar a porção inferior da parte de baixo da coluna substancialmente livre do componente de menor ponto de ebulação e para tornar a porção superior da parte de baixo da primeira coluna predominantemente rica em componente de menor ponto de ebulação e na separação do componente com o terceiro componente de ebulação para o destilado da primeira coluna. O produto da parte de baixo não destilado da primeira coluna é alimentado a uma segunda coluna de destilação sob condições suficientes para destilar o componente de maior ponto de ebulação como componente puro na segunda coluna. Uma porção de produto da parte de baixo não destilado pode ser também bombeado para uma entrada de alimentação ou outra entrada da primeira coluna. O produto da parte de baixo não destilado da segunda coluna, contendo uma mistura do componente de maior ponto de ebulação e o terceiro componente, é alimentado de retorno para a entrada de alimentação ou outra entrada da primeira coluna para mais separação dos componentes de menor e maior ponto de ebulação. Este método é geralmente aplicável a sistemas em

que o componente de menor ponto de ebulação pode mitigar o azeótropo de alto ponto de ebulação em relação ao componente de maior ponto de ebulação com o terceiro componente.

Estas e outras formas de concretização do invento serão ainda apreciadas tendo em vista os seguintes desenhos, descrição e exemplo.

#### **Breve descrição dos Desenhos**

A FIG. 1 ilustra esquematicamente o sistema do invento em utilização.

As FIGS. 1A-1P ilustram esquematicamente várias configurações do sistema da FIG. 1.

A FIG. 2 é um gráfico de temperaturas em cada prato da coluna utilizando o sistema do invento.

#### **Descrição Detalhada**

É descrito um método para separar ácido acético como contaminante de uma solução aquosa de N,N-dimetil-acetamida (DMAc). O método emprega técnicas de destilação contínua utilizando uma disposição de colunas duplas.

Isto elimina a necessidade de extracções com solventes e/ou separações cromatográficas ou espectrais

mais complexas e proporciona separações eficientes, precisas e reproductíveis com uma elevada recuperação e uma elevada pureza do desejado componente DMAC.

Com referência à FIG. 1, uma primeira 10 e uma segunda 20 colunas de destilação fraccionada estão dispostas em série. A primeira coluna 10 está esquematicamente dividida nas porções superior 12 e inferior 16, com uma alimentação ou entrada 17 e uma saída 18. A localização exacta da entrada 17 de alimentação é determinada através da optimização do projecto, tal como sabido por um especialista na matéria e não é necessariamente o exacto ponto intermédio da coluna. Deste modo, a entrada 17 de alimentação é referida como estando localizada no ponto intermédio 10 nominal da coluna. A porção 16 inferior é ainda esquematicamente dividida nas porções de parte superior 16a da parte de baixo na parte intermédia 16b da parte de baixo e na parte inferior 16c da parte de baixo. O número específico de pratos que constituem as porções superior 12 e inferior 16 depende do desenho e da aplicação específicos da coluna, tal como sabido por um especialista na matéria. Exemplos destes parâmetros incluem a composição da matéria-prima, o caudal de refluxo, etc. A segunda coluna 20 está disposta de modo a que o efluente da primeira coluna 10 entre na segunda coluna 20 na entrada 27. O produto da parte inferior da segunda coluna sai na saída 28.

A primeira coluna 10 tem um condensador 11 na

cabeça e um balão 13 de aquecimento na parte inferior. A segunda coluna 20 tem um condensador 21 na cabeça e um balão 23 de aquecimento na parte inferior. O fluido que sai da saída 18 da primeira coluna 10 pode ser directamente bombeado para a entrada 27 da segunda coluna 20. Alternativamente, o fluido que sai da saída 18 da primeira coluna 10 pode passar através do balão 23 de aquecimento e então entra na segunda coluna 20. O fluido que sai da saída 28 da segunda coluna 20 é recirculado (fluido de recirculação) para a entrada de alimentação 17 da primeira coluna 10.

De uma maneira geral, todo o ácido acético que entra na matéria-prima 8 de DMAc-água é purgado utilizando a disposição de duas colunas através de uma recirculação dos produtos do fundo de DMAc e ácido acético e utilizando condições operacionais para tornar molhada a porção 16a superior da parte de baixo da primeira coluna 10. Mais especificamente, e com referência à FIG. 1, uma mistura de DMAc aquosa a ser purificada é introduzida como alimentação 8 na primeira coluna de destilação. A temperatura da coluna 10 é controlada de modo a que uma temperatura na porção 16a superior da parte de baixo indica que esta secção da coluna está substancialmente molhada, enquanto a porção 16c inferior da parte de baixo da primeira coluna 10 tem uma temperatura superior e permanece substancialmente seca.

O perfil de temperatura requerido para efectuar a separação é descrito como a percentagem da diferença de

temperatura total da temperatura da parte de baixo da coluna menos a temperatura da parte de cima da coluna. Menos do que cerca de 15% da diferença de temperatura total na coluna ocorre na porção 12 superior da primeira coluna 10, menos do que cerca de 15% da diferença de temperatura total na coluna ocorre na porção 16a superior da parte de baixo e mais do que cerca de 70% da diferença de temperatura total na coluna ocorre nas porções intermédia 16b e inferior 16c da parte de baixo. As temperaturas exactas, em contraste com percentagem de diferença de temperatura, são dependentes da pressão de operação da primeira coluna 10.

A temperatura é controlada ajustando a aplicação de calor no balão 13 de aquecimento da primeira coluna ou ajustando o caudal de refluxo do destilado na primeira coluna 10. O perfil de temperatura resultante origina um patamar de temperatura abaixo da temperatura do passo de alimentação para tornar a porção superior da parte de baixo da coluna substancialmente molhada. A porção 16a superior da parte de baixo molhada está abaixo da entrada 17 de alimentação e faz com que a porção de ácido acético seja separado para a cabeça para o produto 25 destilado da primeira coluna. O produto 20 da parte inferior da primeira coluna 10, contendo DMAc seca e contaminante de ácido acético, é realimentado para a primeira coluna 10 através da entrada 15 como parte da disposição do balão 13 de aquecimento. O produto 30 da parte de baixo na primeira coluna é também alimentado à segunda coluna 20 através da

entrada 27. DMAc pura é o produto 40 destilado da segunda coluna 20. O produto 45 da parte inferior da segunda coluna 20, contendo DMAc seca e ácido acético, é feito retornar para a entrada 17 da primeira coluna 10. A corrente 45 de recirculação de produtos da parte inferior flui através da porção 16a superior da parte inferior molhada, o que provoca novamente que uma porção do ácido acético seja separado para a cabeça na primeira coluna 10.

Os efeitos combinados de separação de uma porção de ácido acético quer na alimentação 8 quer na recirculação 45 dos produtos da parte inferior resultam no facto do ácido acético ir para a cabeça para o destilado 25 da primeira coluna 10 numa quantidade que é igual a todo o ácido acético na alimentação 8. O ácido acético nos produtos da parte inferior das colunas 10 e 20 (correntes 30 e 45) atinge o equilíbrio a concentrações bem abaixo da composição azeotrópica de DMAc e ácido acético, permitindo que a segunda coluna 20 produza DMAc pura à medida que destila o produto 40.

Embora particularmente descritos para separarem o sistema de três componentes de DMAc, ácido acético e água, os métodos aqui descritos podem ser utilizados para qualquer sistema de três componentes em que (a) um primeiro componente é um composto de baixo ponto de ebulação e está presente numa porção substancial numa matéria-prima, ou seja, com uma concentração de, pelo menos, 25%; (b) um segundo componente é um composto de alto ponto de ebulação

em relação ao primeiro componente e está presente numa porção substancial numa matéria-prima, ou seja, com uma concentração de, pelo menos 5% e forma um azeótropo de alto ponto de ebulação com o segundo compontente; e (d) o primeiro componente pode cancelar, controlar ou mitigar o azeótropo de dois componentes.

Outras configurações da primeira e segunda colunas de destilação são possíveis, cada uma das quais está dentro do domínio do invento. Com exemplos, o condensador da primeira coluna pode ser total para remoção do produto líquido, FIG 1A, ou parcial, para remoção do produto de vapor, FIG 1B. O condensador da segunda coluna pode ser total para remoção do produto líquido, FIG 1C, ou parcial, para remoção do produto de vapor, FIG 1D. Como outros exemplos, o produto da parte inferior da primeira coluna pode ser removido como um líquido, FIG 1E, ou como uma mistura líquido/vapor utilizando um balão de aquecimento comum, FIG 1F, ou como uma saída de vapor lateral, FIG 1G. Tal como ainda outros exemplos, a corrente de recirculação de produtos da parte de baixo pode ser feita retornar para a primeira coluna na entrada de alimentação, FIG 1H, numa entrada acima da entrada de alimentação, FIG 1I, ou numa entrada na porção superior da parte de baixo FIG 1J. Ainda outros exemplos, a corrente de recirculação dos produtos da parte de baixo pode ser obtida a partir da segunda coluna, FIG 1K, ou a partir da primeira coluna com a corrente de recirculação dos produtos da parte de baixo da segunda coluna feita retornar para a

primeira coluna FIG 1L. Como exemplos adicionais, a corrente de recirculação dos produtos da parte de baixo pode ser obtida quando se elimina o balão de aquecimento na segunda coluna utilizando um balão de aquecimento comum à primeira e segunda colunas, FIG. 1M, através de uma saída lateral de vapor para alimentar a segunda coluna a uma corrente de recirculação, FIG. 1N, através de uma saída lateral de vapor para alimentar a segunda coluna à primeira coluna FIG. 1O ou através de um segundo balão de aquecimento, FIG. 1P.

### Exemplo

Um perfil de temperatura para tornar molhada a porção 16a superior da parte de baixo da primeira coluna 10, utilizando um prato vinte e seis, incluindo o balão de aquecimento e o condensador, de um processo de destilação contínuo é mostrado na tabela seguinte. Neste exemplo, a primeira coluna 10 é operada com uma pressão na parte superior de 103 mm Hg, uma pressão na parte inferior de 153 mm Hg e uma queda de pressão de 50 mm Hg. As temperaturas específicas mostradas na tabela seguinte são, contudo, função da pressão à qual a primeira coluna é operada e estas temperaturas ou pressões específicas não são requeridas. Deste modo, pode ser utilizada qualquer temperatura e/ou pressão que torne a porção inferior da parte de baixo da coluna substancialmente seca.

<b>Número do prato</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Pressão (mm Hg)</b>
1	42,1	103,0 Condensador com Subarrefecimento
2	54,0	113,0
3	54,3	114,7
4	54,6	116,3
5	54,9	118,0
6	55,2	119,7
7	55,5	121,3
8	55,8	123,0
9	56,1	124,7
10	56,4	126,3
11	56,7	128,0
12	57,1	129,7
13	57,8	131,3
14	59,2	133,0 Alimentação
15	59,5	134,7
16	59,8	136,3
17	60,2	138,0
18	62,3	139,7
19	73,5	141,3
20	95,9	143,0
21	109,0	144,7
22	112,3	146,3
23	113,2	148,0
24	113,6	149,7
25	113,9	151,3
26	114,4	153,0 Balão de aquecimento

A diferença de temperatura total na coluna foi calculada como se segue:

Parte inferior da coluna	114,4 °C
Vapor superior antes do condensador	54,0 °C
Diferença de temperatura total	60,4 °C

A diferença de temperatura total na porção superior da coluna foi calculada como se segue:

Temperatura do prato de alimentação	59,2 °C
Vapor superior antes do condensador	54,0 °C
Diferença de temperatura superior	5,2 °C

Isto foi recalculado como uma percentagem da diferença da temperatura total como sendo  $5,2/60,4 = 8,6\%$ .

A diferença de temperatura nos três pratos superiores da porção superior da parte de baixo da parte inferior (16) da coluna foi calculada como se segue:

Prato 17	60,2 °C
Prato de alimentação	59,2 °C
Diferença de temperatura entre a parte superior e a parte de baixo	1,0 °C

Isto foi recalculado como uma percentagem da diferença da temperatura total como sendo  $1,0/60,4 = 1,7\%$ .

A diferença de temperatura nas porções intermédia e inferior da parte de baixo foi calculada como se segue:

Parte inferior da coluna	114,4 °C
Prato 17	60,2 °C
Diferença de temperatura entre a parte intermédia e inferior da parte de baixo	54,2 °C

Isto foi recalculado como uma percentagem da diferença da temperatura total como sendo  $54,2/60,4 = 89,7\%$ .

O perfil de temperatura representado em gráfico na FIG. 2 ilustra a percentagem de diferenças de temperatura em várias porções da coluna. Este gráfico tem uma forma característica, em que existe apenas uma alteração moderada (i.e. um patamar de temperatura) de temperaturas na porção 16a superior da parte de baixo (pratos 15-17 neste exemplo) da coluna 10. Esta forma característica ocorre sem ligar à pressão de operação da coluna e é definida em termos de diferença de temperatura total entre a temperatura de vapor da parte superior antes da condensação e a temperatura do líquido na parte inferior. Este perfil de temperatura produz uma porção 16a superior da parte de baixo molhada para a entrada 17 de alimentação, que resulta na separação do ácido acético na cabeça. Na primeira coluna 10, mais do que cerca de 70% da diferença de temperatura ocorre na porção 16a superior da parte de

baixo e nas porções 16b intermédias da parte de baixo (pratos 15-20 neste exemplo), menos do cerca de 15% da diferença de temperatura ocorre na porção 16c inferior da parte de baixo e menos do que 15% da diferença de temperatura ocorre na porção 12 superior (pratos 2-13 neste exemplo). Estas condições resultam no facto da porção 16c inferior da parte de baixo da coluna 10 permanecer substancialmente seca, enquanto que a porção 16a superior da parte de baixo da primeira coluna 10 permanece substancialmente molhada. Sob estas condições, o contaminante ácido acético é separado entre a corrente 25 da cabeça e a corrente 30 da parte inferior da primeira coluna 10.

O efluente 20 da porção 16c inferior da parte de baixo da coluna 10 e/ou segunda coluna 45 de alimentação é reciclado de volta para a entrada 17 de alimentação da primeira coluna 10 num ciclo de recirculação. Isto permite que substancialmente todo o ácido acético se localize na água 25 na cabeça da primeira coluna 10.

O material da porção 16c inferior da parte de baixo da primeira coluna 10, contendo principalmente DMAc e ácido acético, é proporcionado à segunda coluna 20 para redestilação. O material pode ser recebido na segunda coluna 20 quer como líquido quer como vapor lateral a partir da primeira coluna. Qualquer ácido acético está presente abaixo da concentração azeotrópica e, deste modo, não afecta negativamente a separação da DMAc como componente 40 puro e a operação da segunda coluna 20.

A caracterização da DMAc numa matéria-prima resultou nos seguintes parâmetros em duas utilizações independentes do sistema do invento. Os resultados foram comparados com DMAc fresca ou virgem comercialmente disponível possuindo uma concentração de ácido acético de cerca de 80 mg/kg (0,008%):

**Tabela 2**

	<b>Ensaio 1</b>	<b>Ensaio 2</b>
DMAc do ensaio	100%	99,7-99,8%
Teor de água	<0,01%	<0,01%
Teor de ácido acético	<0,01%	0,2-0,3%
Cor	< 5 unidades	< 5 unidades
Fracção base como dimetilamina de todas as bases presentes	1-3 mg/kg	1-3 mg/kg

Deste modo, o método do invento origina DMAc que duplica a DMAc comercialmente disponível.

Deve entender-se que as formas de concretização do presente invento mostradas e descritas na descrição são apenas formas de concretização preferidas do inventor que é especialista na matéria e não são limitativas de qualquer modo. Em consequência, várias mudanças, modificações ou alterações a estas formas de concretização podem ser efectuadas ou arranjadas sem se sair do domínio das reivindicações seguintes.

É aqui descrito que o método pode ser utilizado para recuperar os desejados produtos de menor ponto de ebulação de contaminantes de maior ponto de ebulação recuperando produtos do destilado da primeira coluna.

**REIVINDICAÇÕES**

1. Método para separar DMAc numa solução de DMAc em água e em que a referida solução contém DMAc com uma concentração de pelo menos 5%, água com uma concentração de pelo menos 25% e ácido acético com uma concentração de no máximo 5%, compreendendo

(a) proporcionar a referida solução a uma primeira coluna de destilação, tendo a referida coluna uma entrada de alimentação e outra entrada e possuindo porções superior e inferior, a referida porção inferior possuindo porções superior, intermédia e inferior da parte de baixo, a uma temperatura suficiente para tornar a porção inferior da parte de baixo da coluna substancialmente livre de água e a porção superior da parte de baixo da coluna rica em água e para repartir o ácido acético entre a corrente da cabeça e a corrente da parte inferior da primeira coluna,

(b) proporcionar a corrente da parte inferior da primeira coluna a uma entrada de uma segunda coluna de destilação para repartir a DMAc purificada numa corrente da cabeça e uma mistura de DMAc e ácido acético numa corrente da parte inferior, e

(c) separação de uma porção adicional do ácido acético da mistura de DMAc e ácido acético para a corrente da cabeça da primeira coluna.

2. Método da reivindicação 1 compreendendo ainda a recuperação de DMAc purificado da corrente da cabeça da segunda coluna.

3. Método da reivindicação 1, em que o perfil de temperatura da primeira coluna resulta em que menos do que 15% da diferença de temperatura total na primeira coluna ocorre na porção superior, menos do que 15% da diferença de temperatura total na primeira coluna ocorre na porção superior da parte de baixo, e mais do que 70% da diferença de temperatura total na primeira coluna ocorre nas porções intermédia e inferior da parte de baixo.

4. Método da reivindicação 1, em que a corrente inferior da segunda coluna é proporcionada como uma corrente de recirculação para a primeira coluna.

5. Método da reivindicação 4, em que a corrente inferior da primeira coluna é proporcionada como alimentação líquida à segunda coluna.

6. Método da reivindicação 4, em que a corrente inferior da primeira coluna é proporcionada como uma saída de vapor lateral para a segunda coluna.

7. Método da reivindicação 4, em que a corrente de recirculação inferior é proporcionada à primeira coluna na entrada de alimentação.

8. Método da reivindicação 4, em que a corrente de recirculação inferior é proporcionada à primeira coluna numa entrada acima da entrada de alimentação.

9. Método da reivindicação 4, em que a corrente de recirculação inferior é proporcionada à primeira coluna na porção superior da parte de baixo.

10. Método da reivindicação 1, em que a corrente inferior da segunda coluna contém ácido acético em menos do que a concentração azeotrópica.

11. Método da reivindicação 3, em que a temperatura é função da pressão à qual a primeira coluna é operada.

12. Método da reivindicação 1, em que o ácido acético separado para corrente da cabeça da primeira coluna é recuperado como um líquido.

13. Método da reivindicação 1, em que o ácido acético separado para corrente da cabeça da primeira coluna é recuperado como um vapor.

14. Método da reivindicação 2, em que a DMAc é recuperada sob a forma de um líquido a partir da cabeça da segunda coluna.

15. Método da reivindicação 2, em que a DMAC é recuperada sob a forma de um vapor a partir da cabeça da segunda coluna.

16. Método da reivindicação 1, em que a corrente inferior da primeira coluna é proporcionada à segunda coluna de destilação num estado físico seleccionado do grupo constituído por líquido, vapor e mistura líquido/vapor.

17. Método da reivindicação 1, em que a porção adicional de ácido acético é proporcionada pela corrente inferior da segunda coluna.

18. Método da reivindicação 1, em que a porção adicional de ácido acético é separada proporcionando uma corrente de recirculação inferior a partir da primeira coluna após uma corrente inferior da segunda coluna ser feita retornar à primeira coluna.

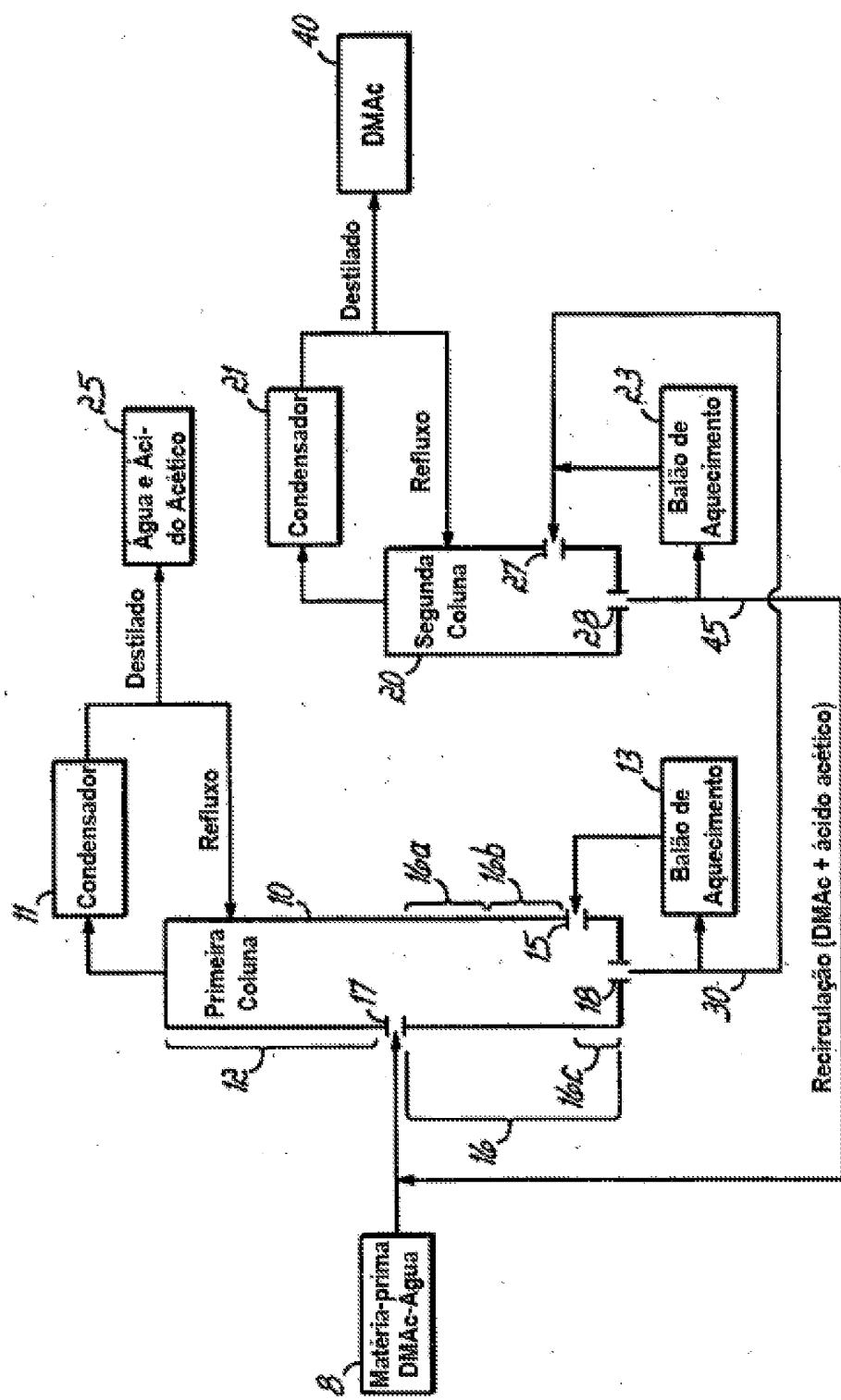
19. Método da reivindicação 4, em que a corrente de recirculação inferior é obtida utilizando um balão de aquecimento comum à primeira e segunda colunas.

20. Método da reivindicação 1 compreendendo ainda o facto de se proporcionar a referida solução à entrada de alimentação da primeira coluna de destilação,  
proporcionar uma recirculação do produto inferior não destilado da parte de baixo da primeira coluna para a

entrada de alimentação da primeira coluna e para a segunda coluna de destilação, e proporcionar o produto inferior não destilado da segunda coluna contendo DMAc e ácido acético à primeira coluna para maior separação do ácido acético aquoso à cabeça da primeira coluna e separação da DMAc para a parte inferior da primeira coluna.

21. Método da reivindicação 20 compreendendo ainda a recuperação da DMAc substancialmente pura como destilado da segunda coluna.

22. Método da reivindicação 20 em que o perfil de temperatura da primeira coluna origina um patamar de temperatura abaixo da temperatura do prato de alimentação para tornar a porção superior da parte de baixo da coluna substancialmente molhada.



४

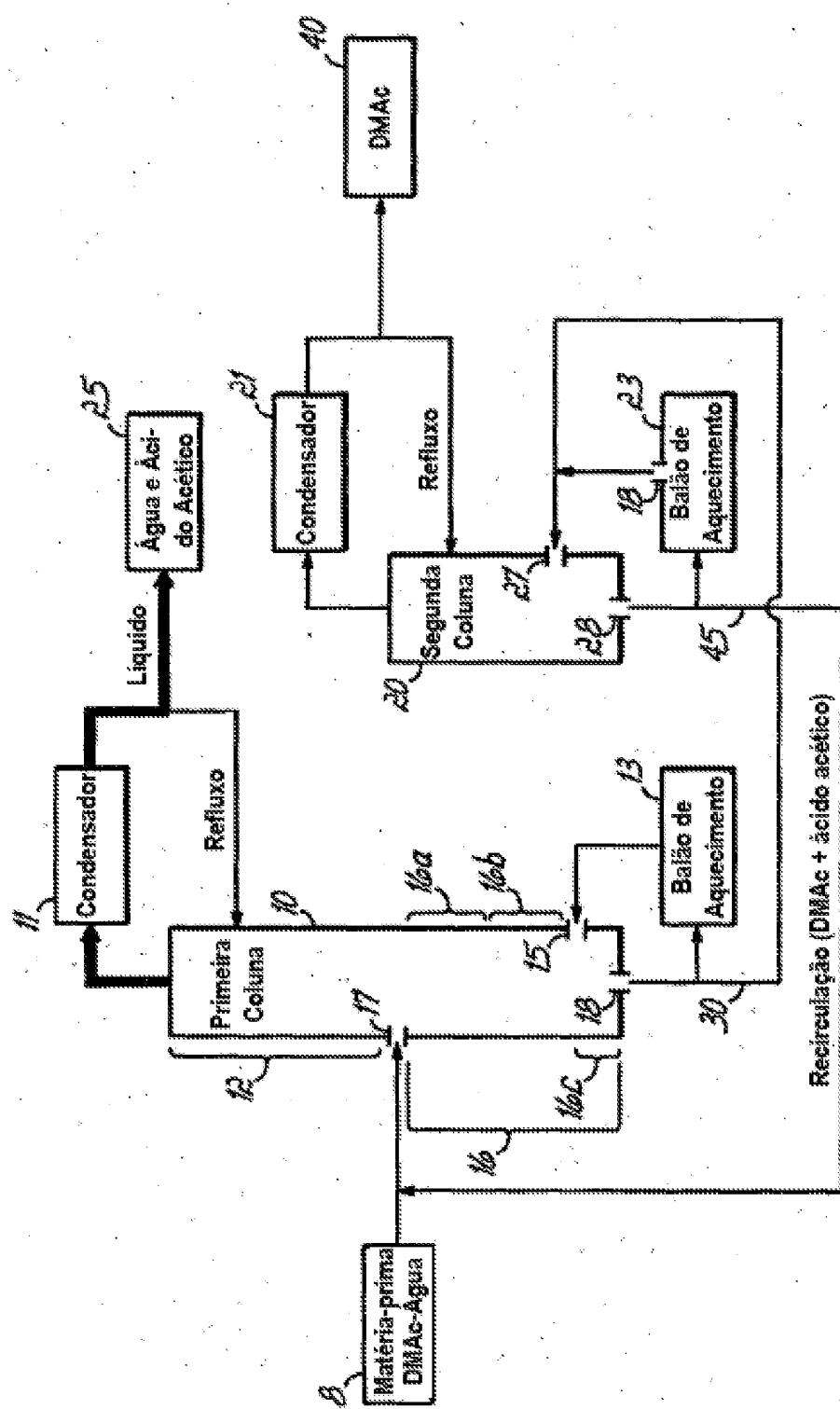
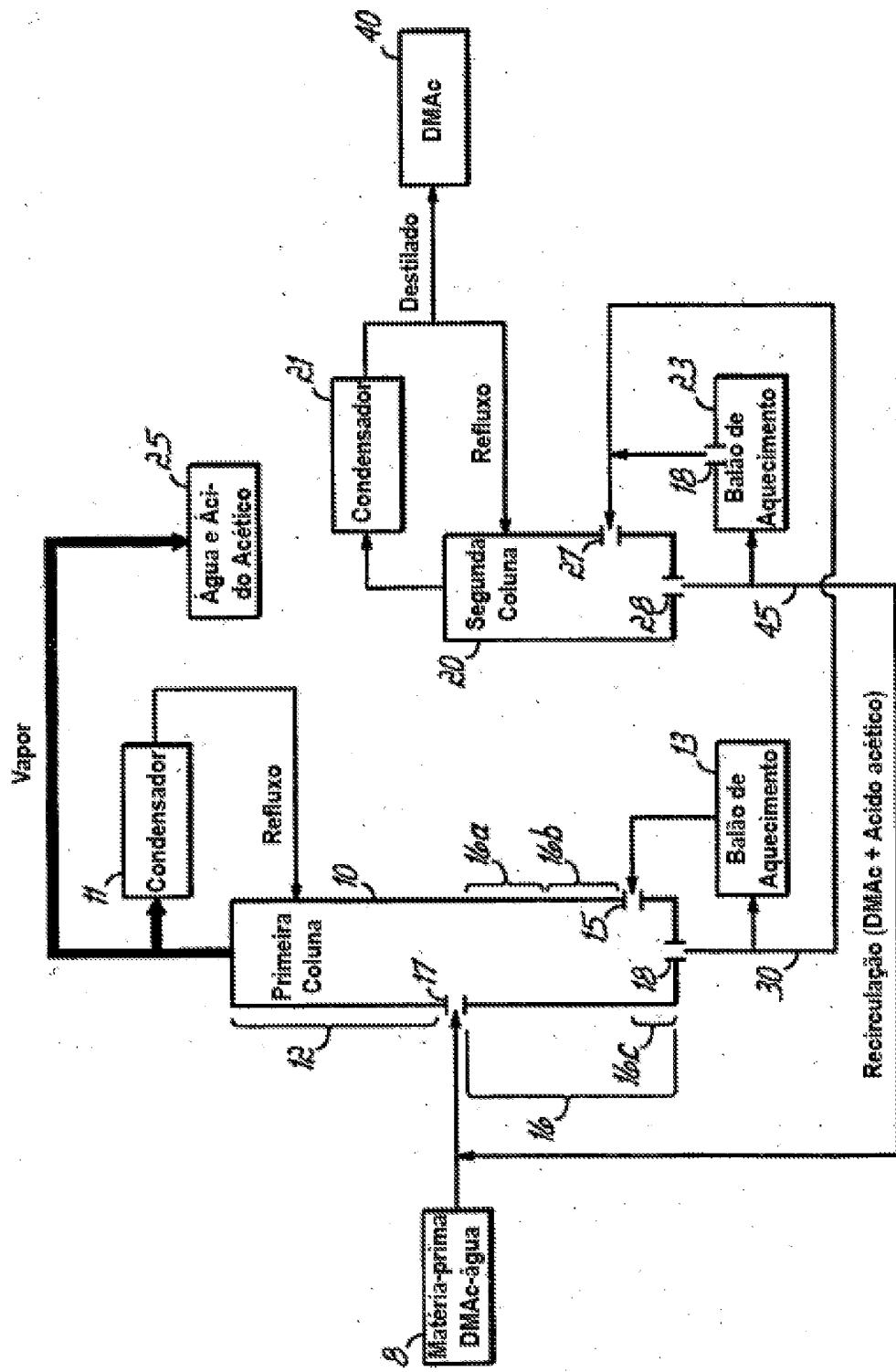


FIG. 1A



३८

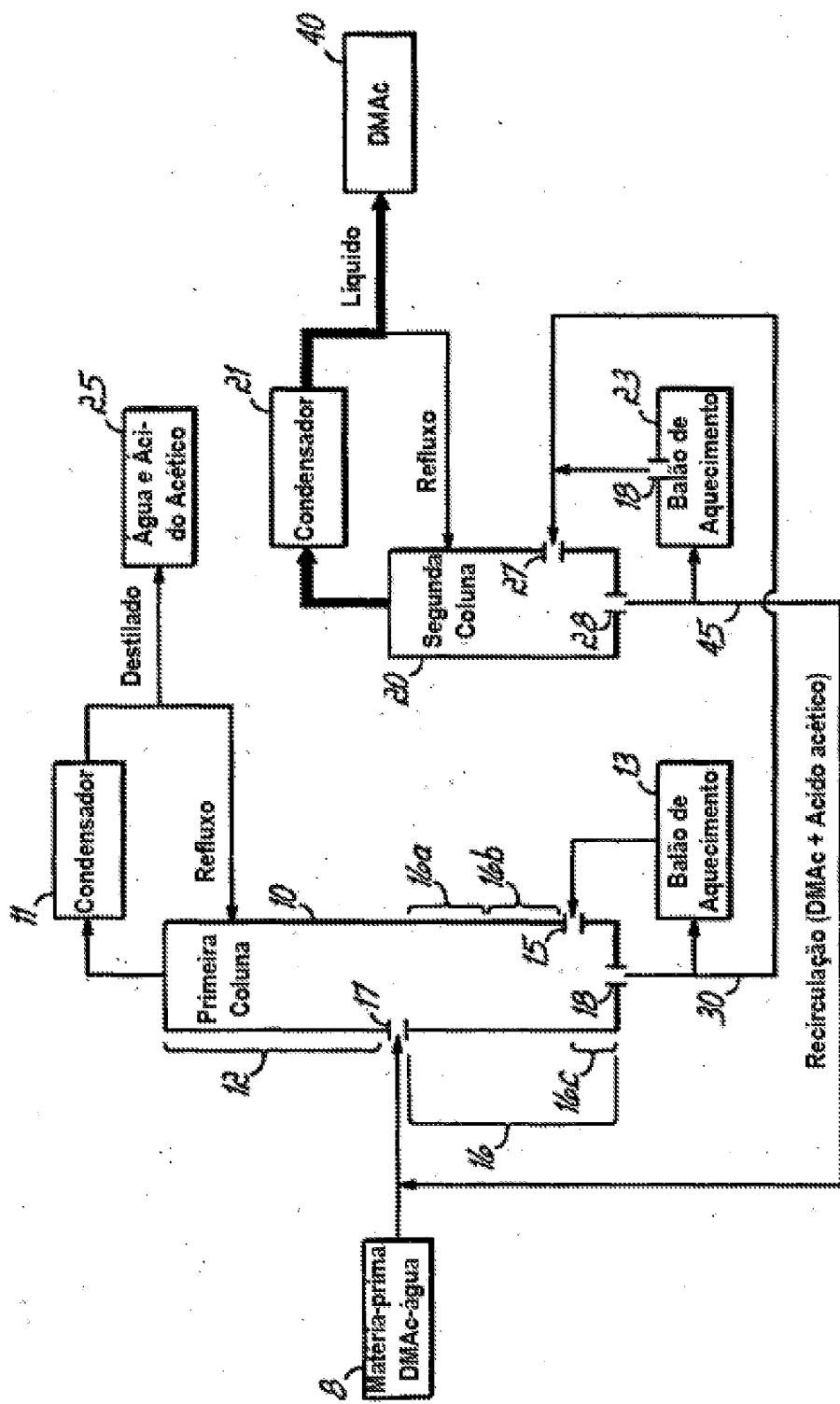
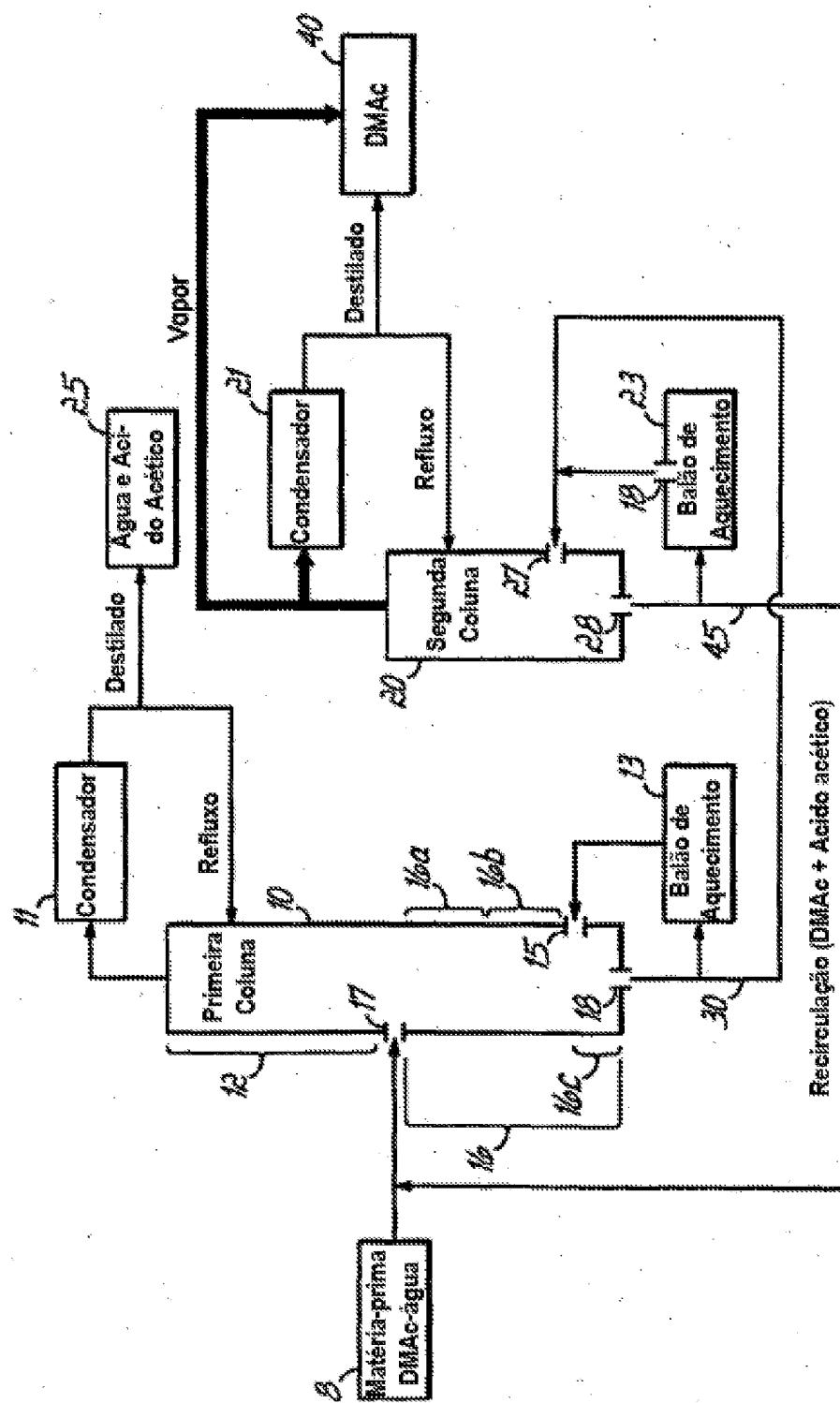


FIG. 1C



10  
E.G.

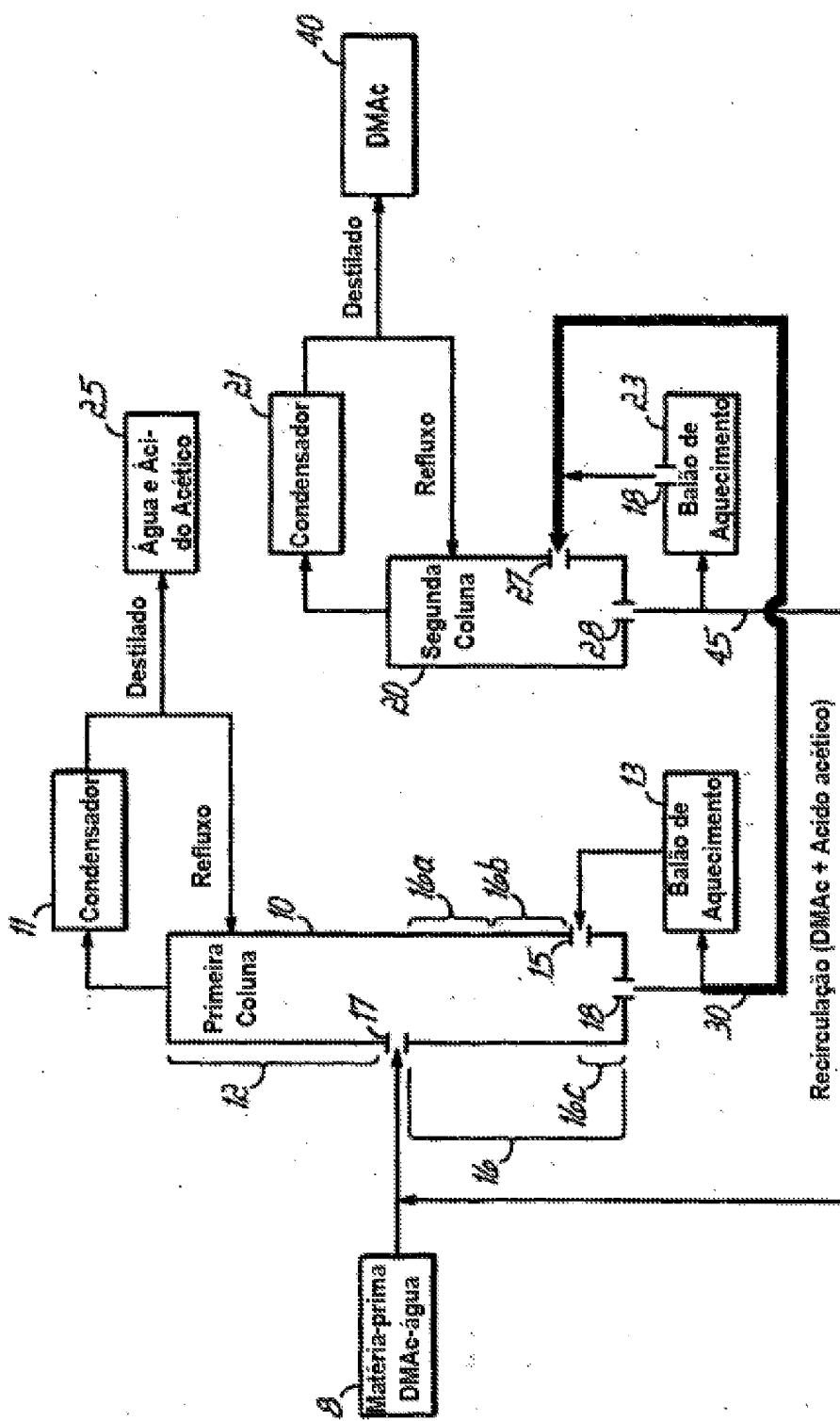
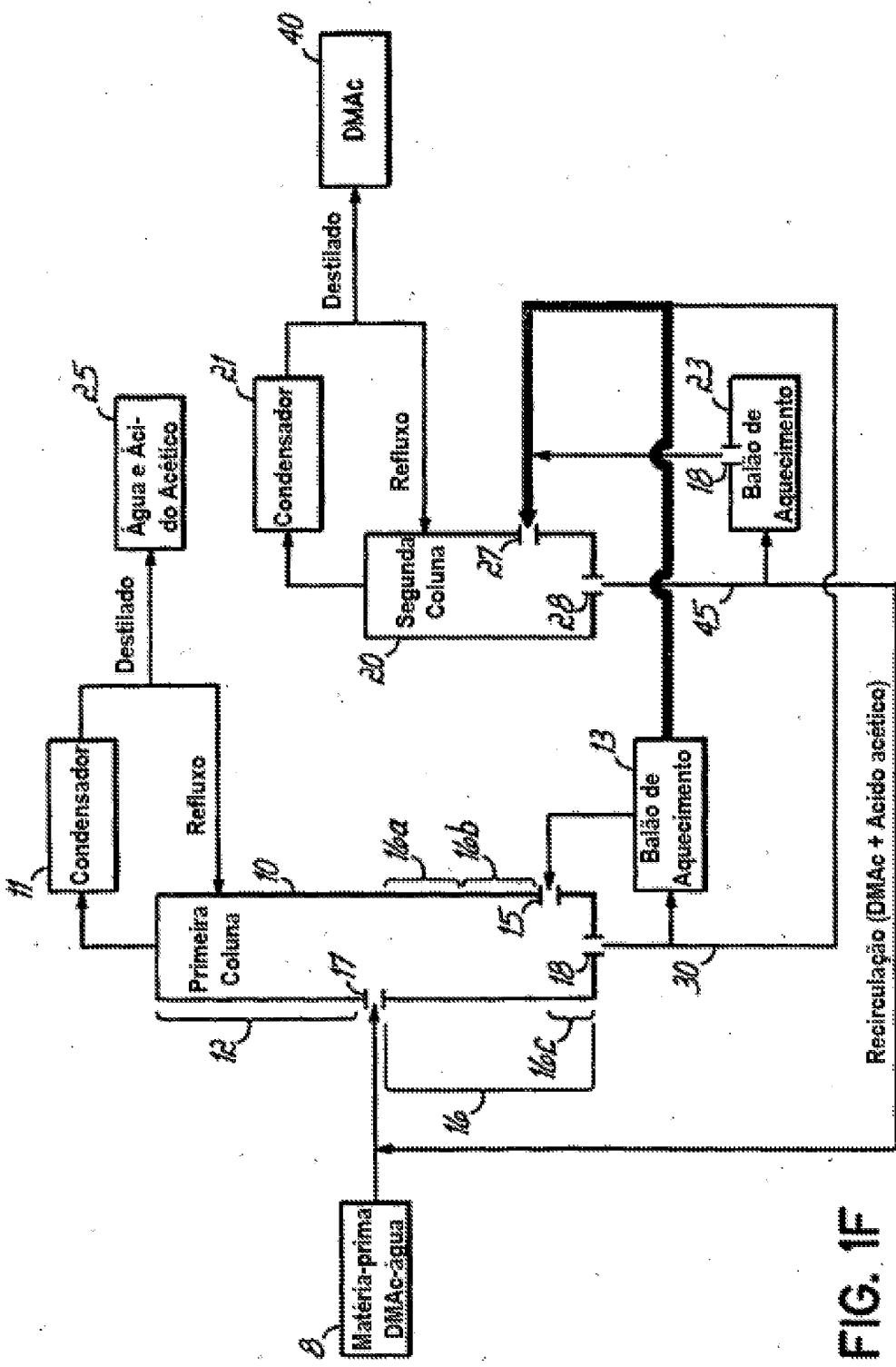


FIG. 1E



三

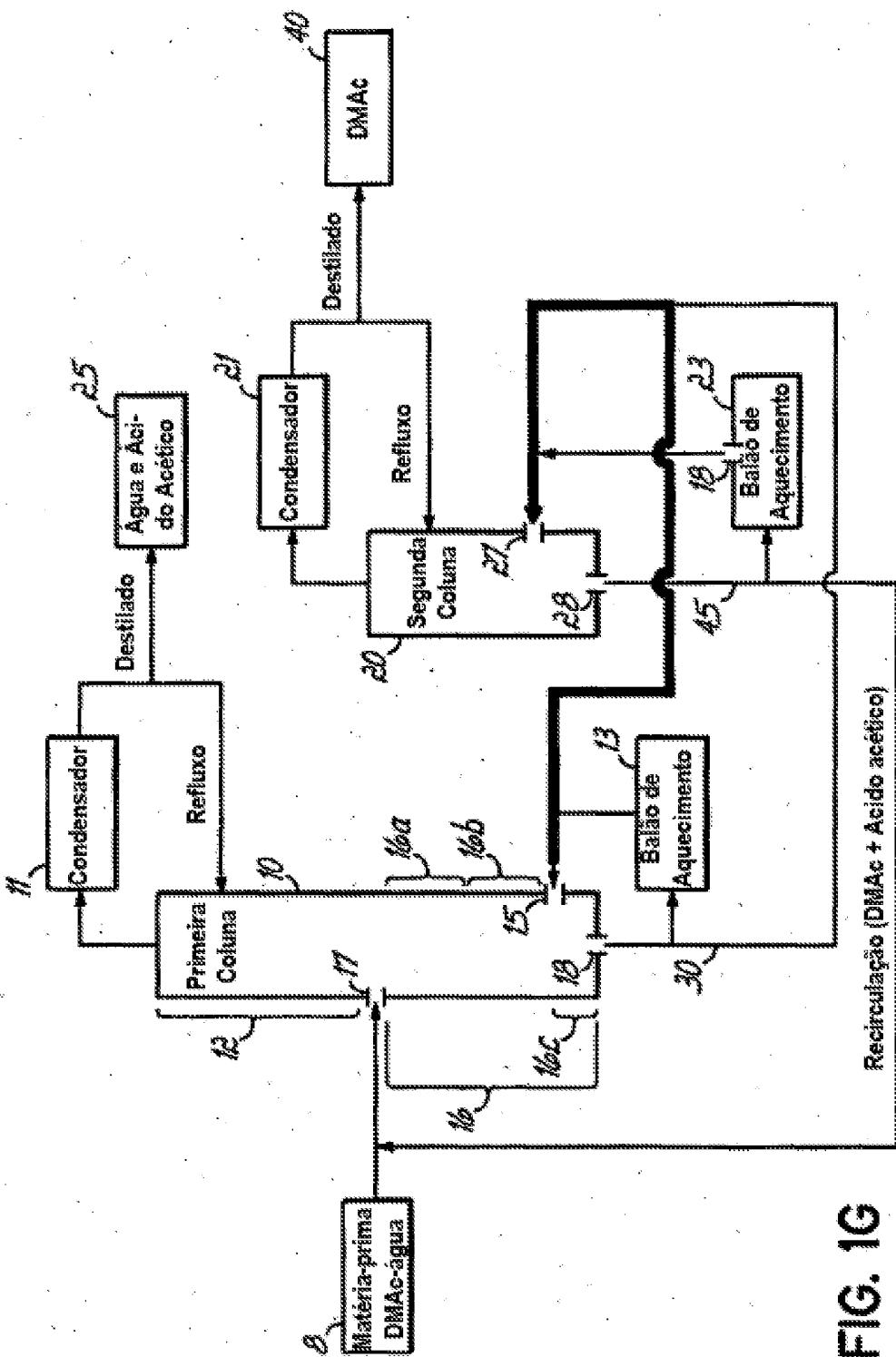


FIG. 1G

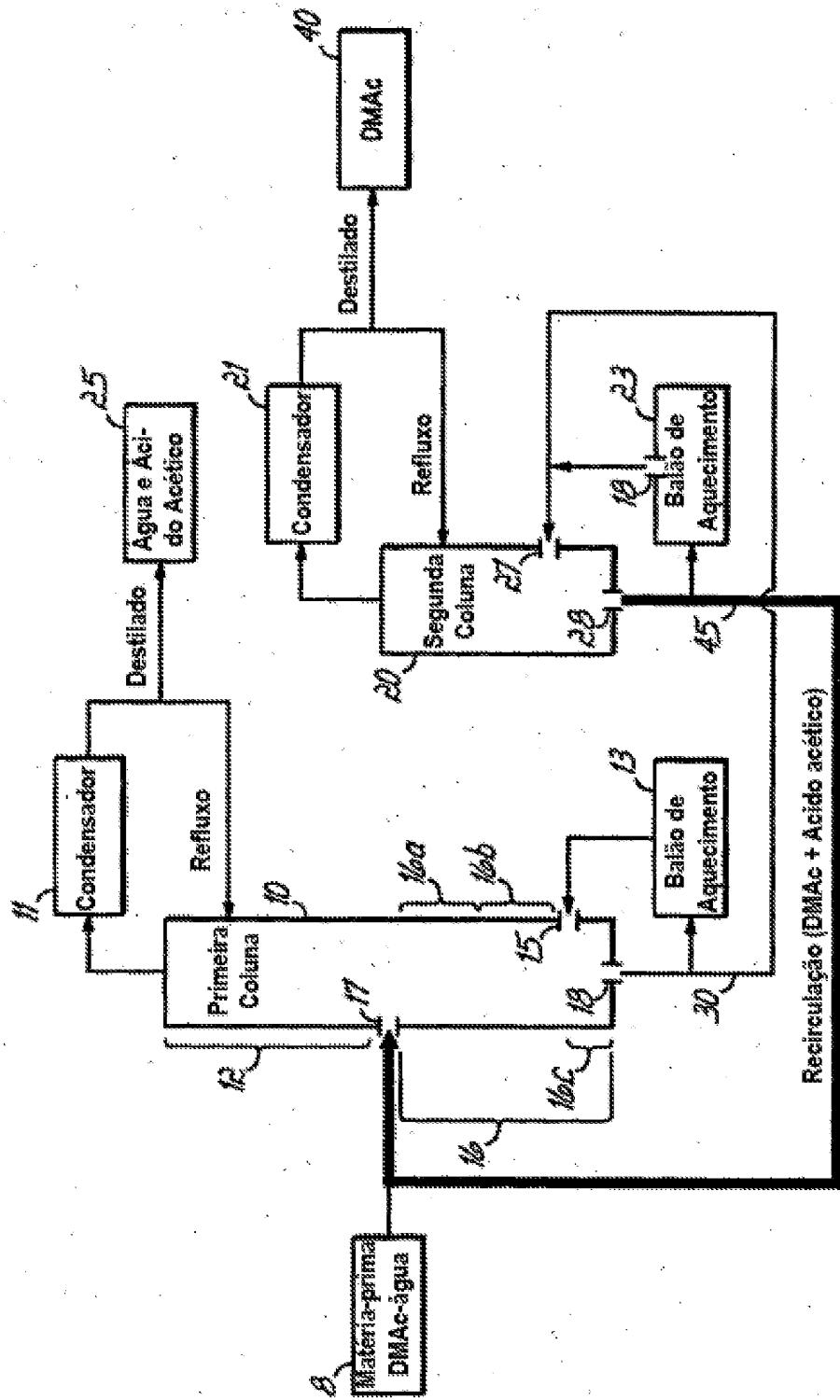
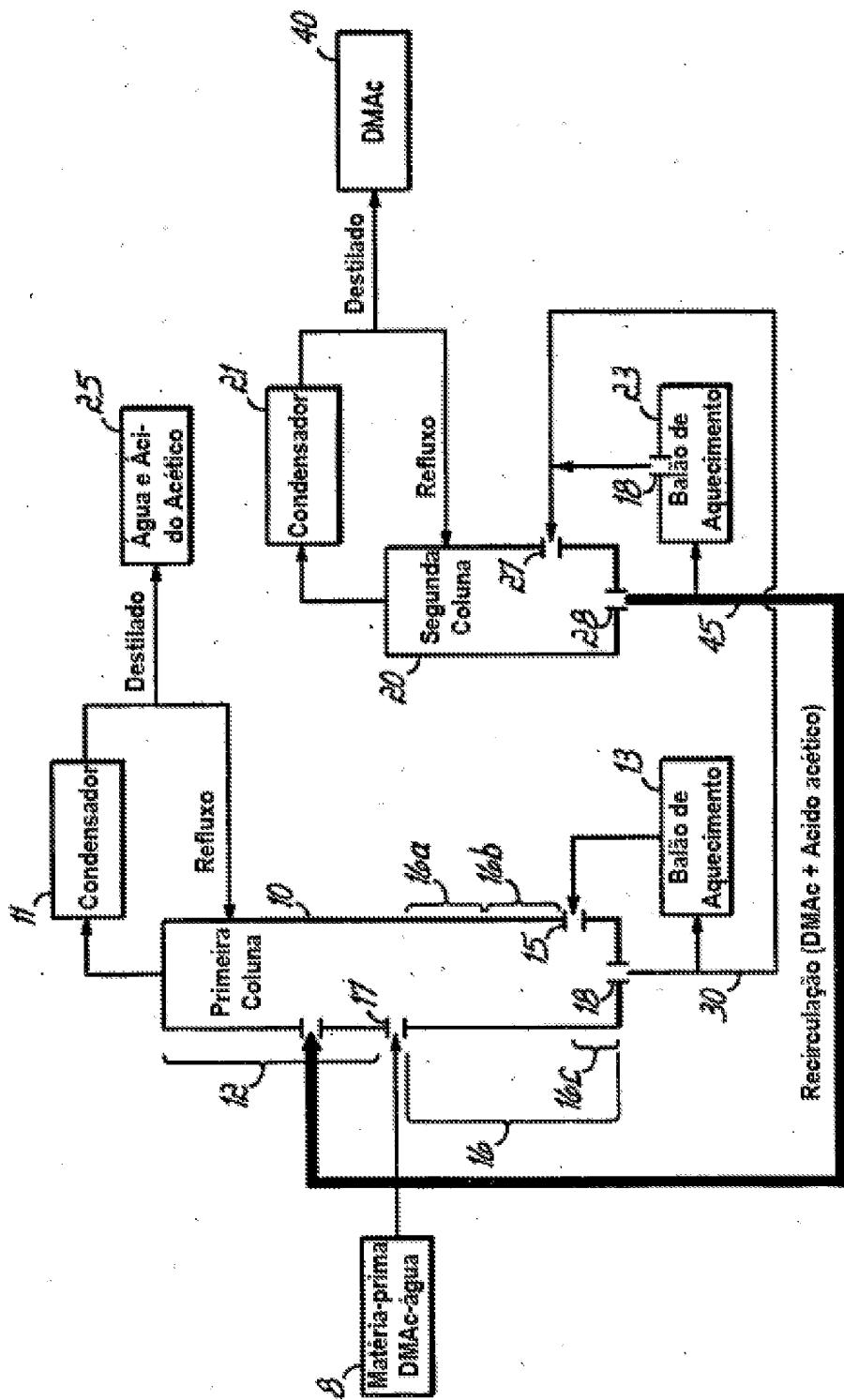


FIG. 1H



二  
上

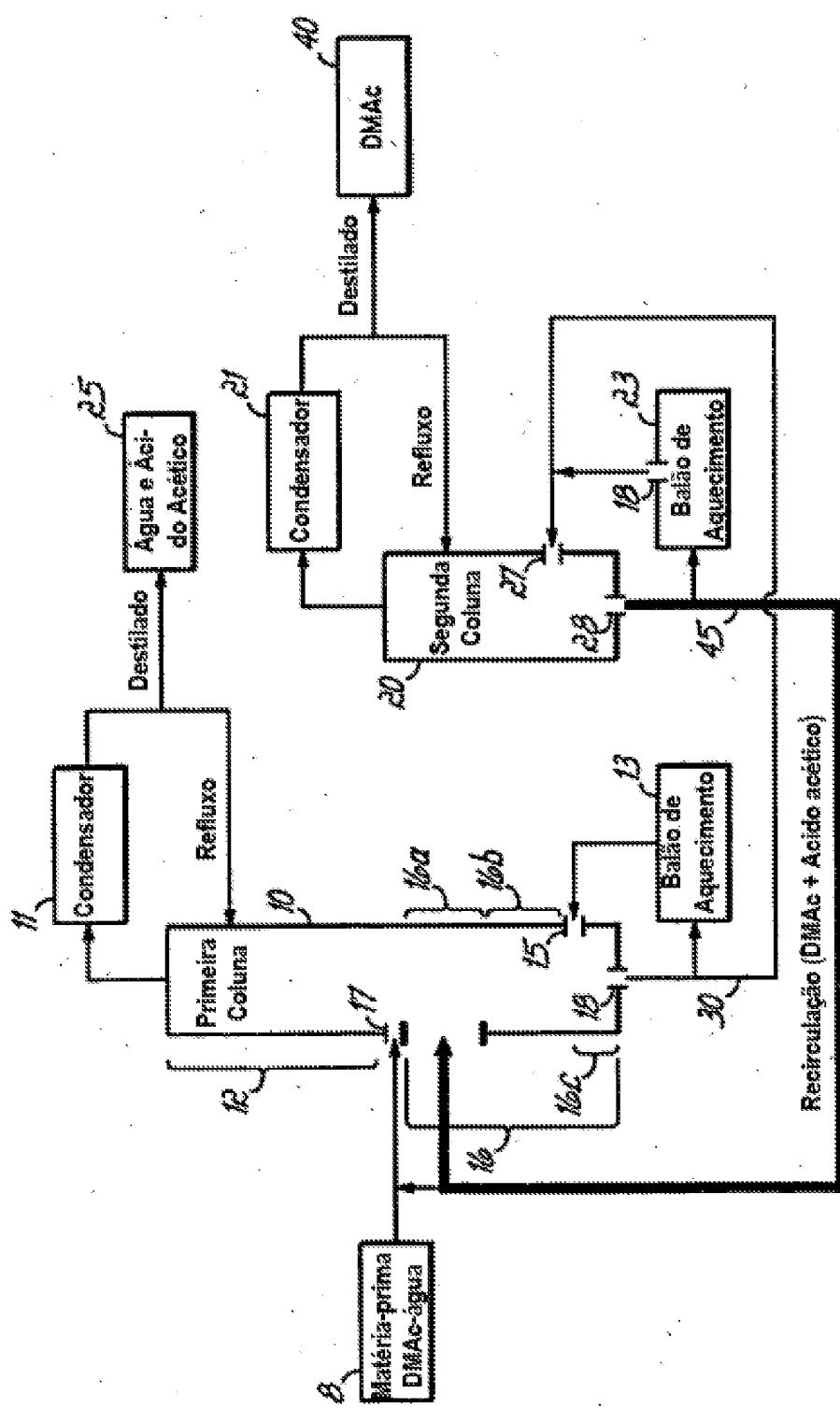


FIG. 1J

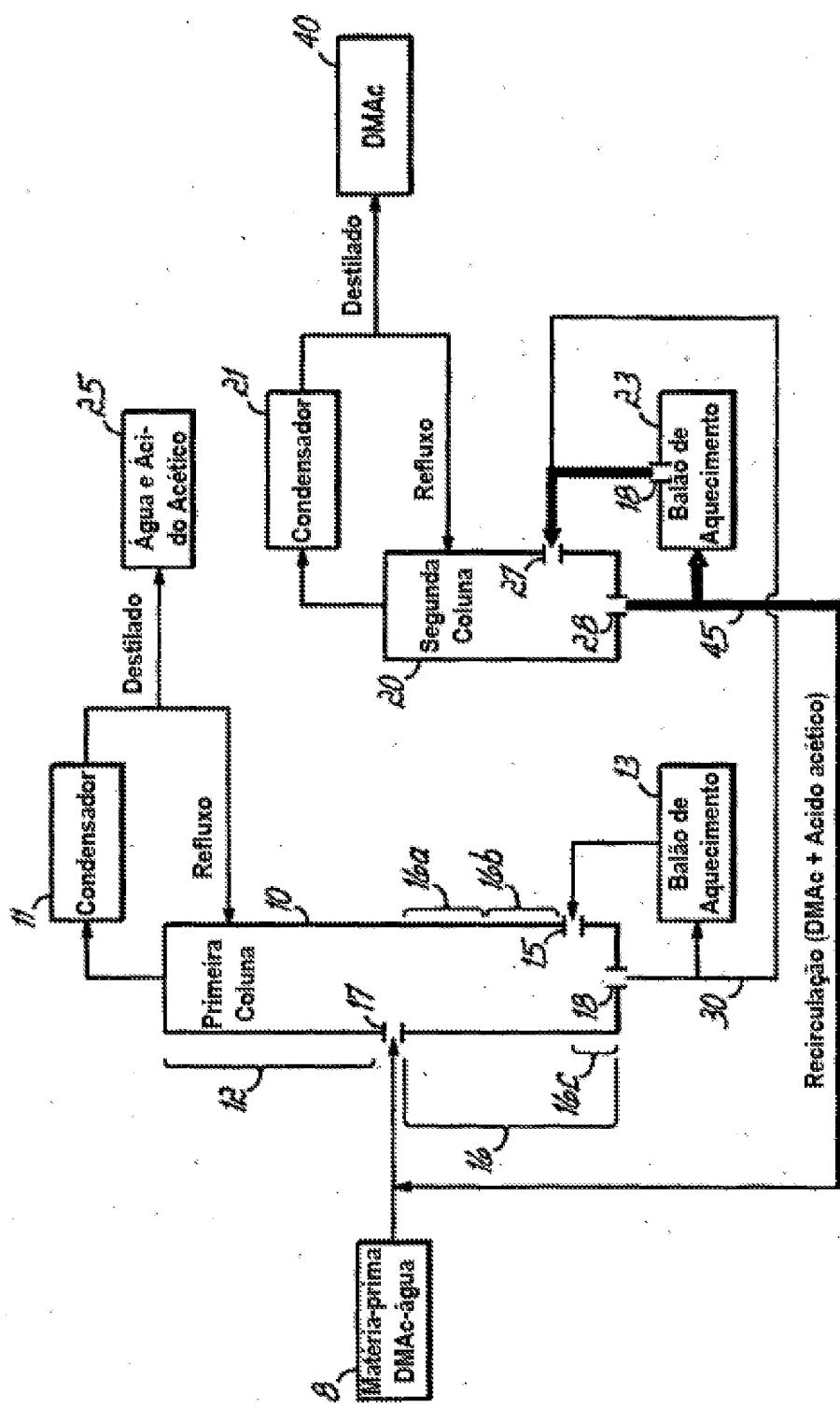


FIG. 1K

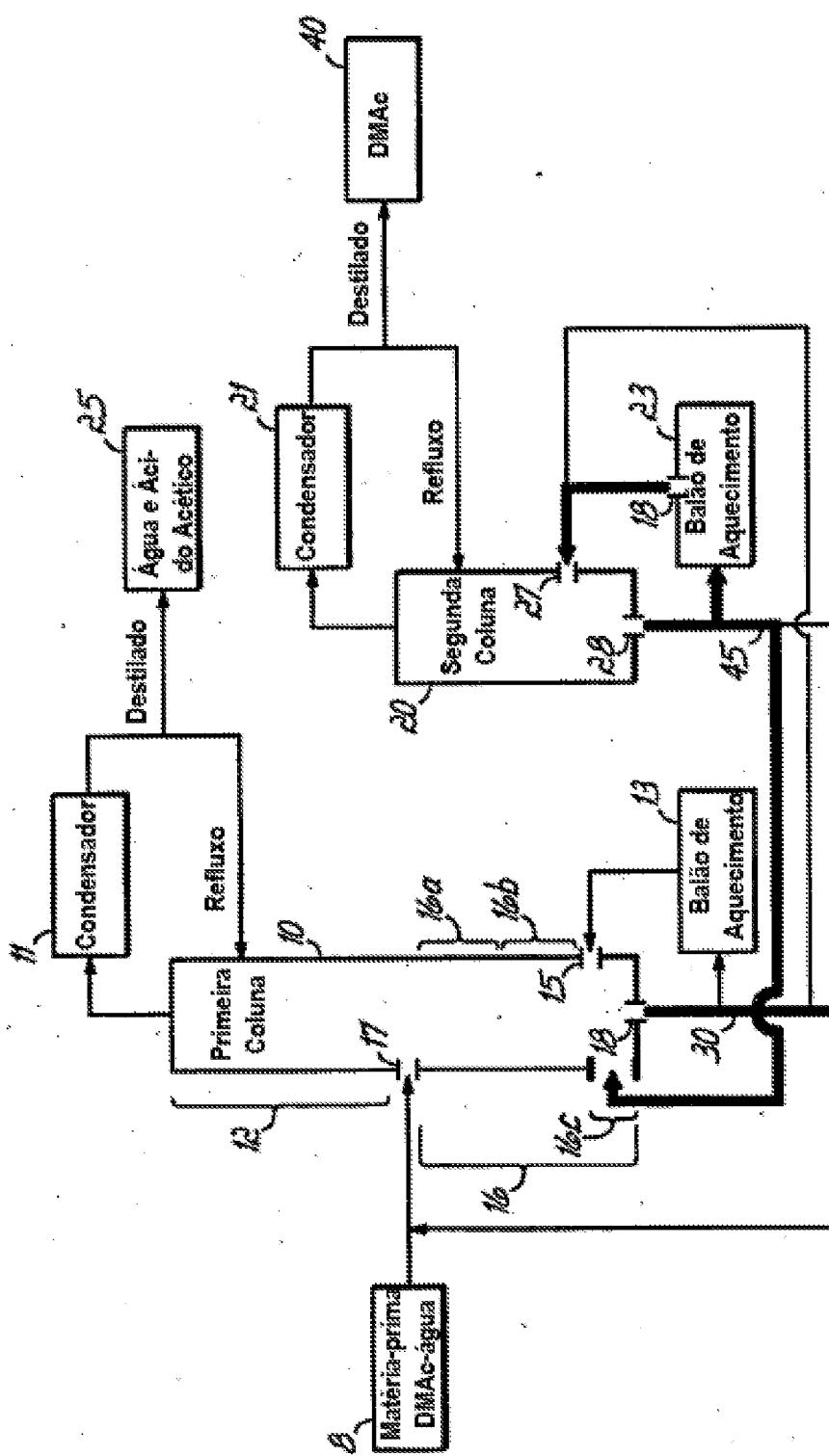


FIG. 1L

Recirculação (DMAc + Ácido acético)

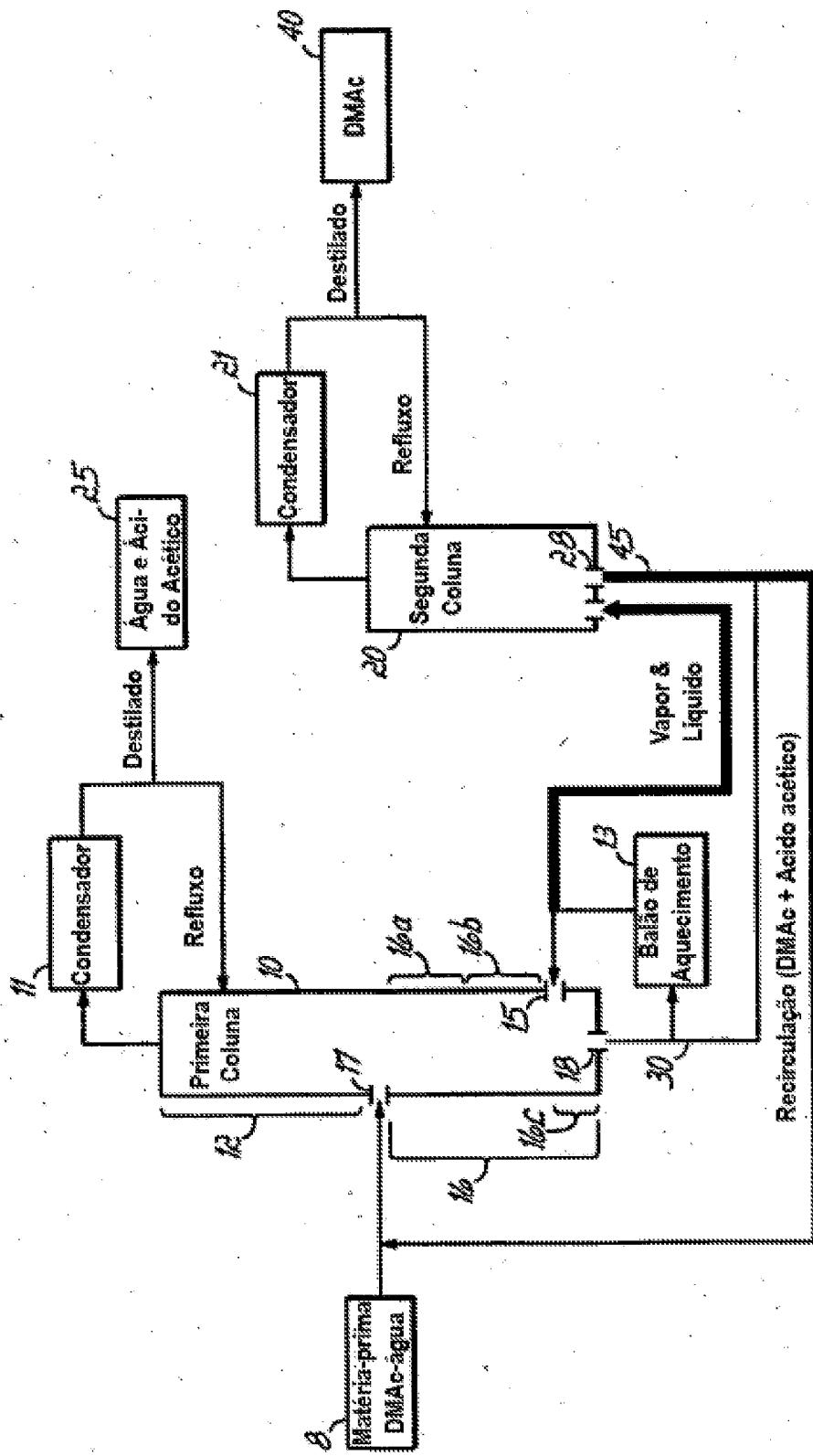


FIG. 1M

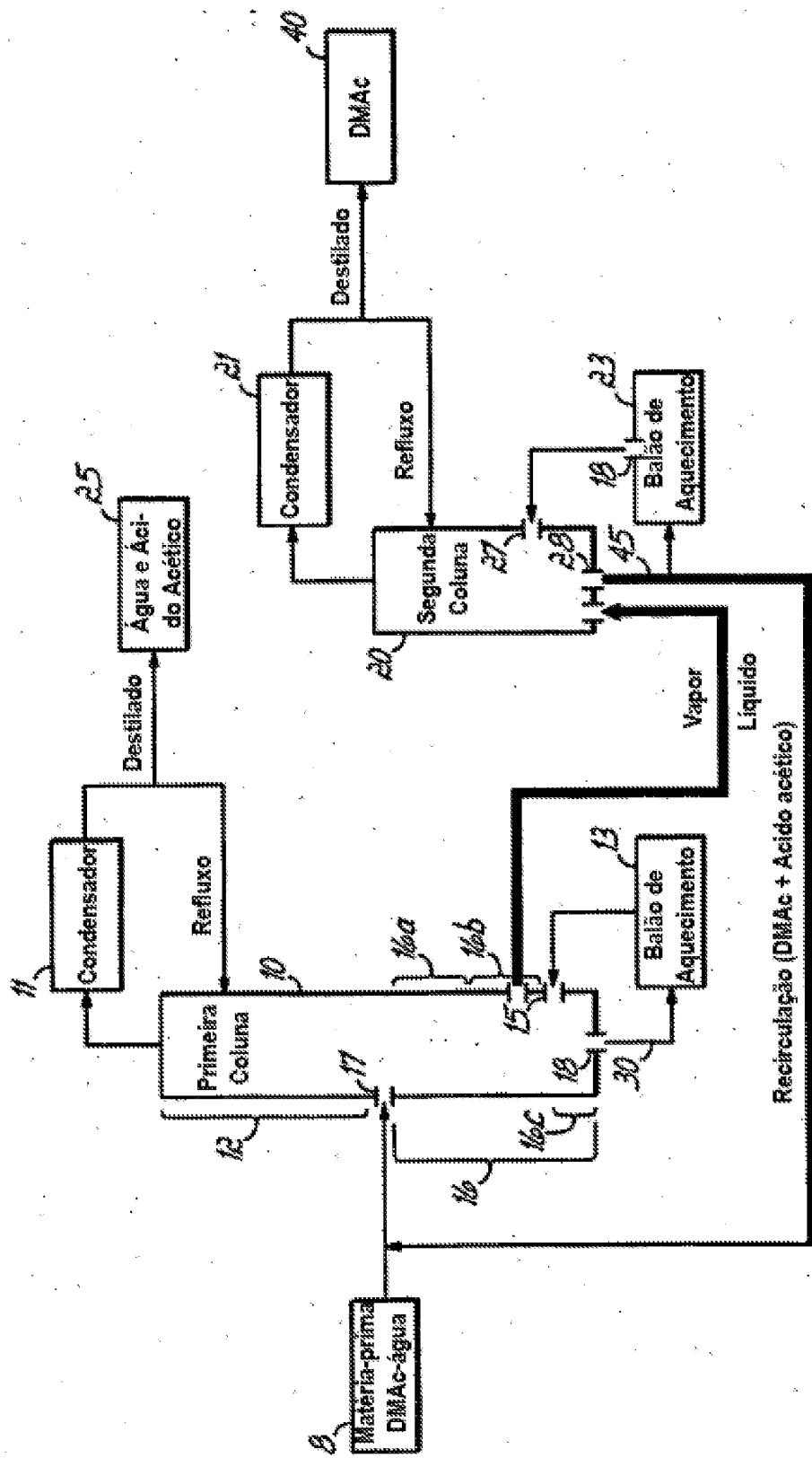
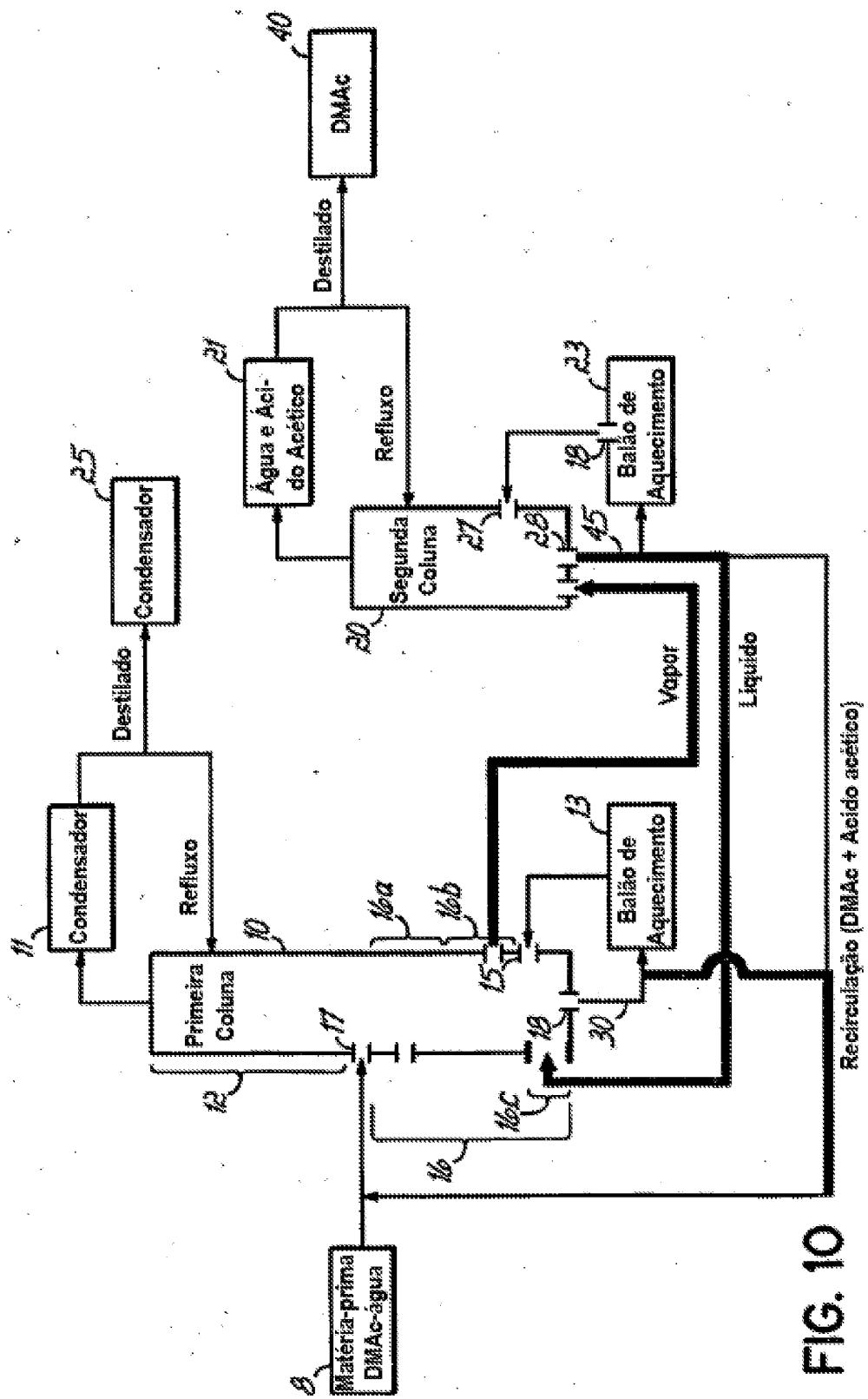
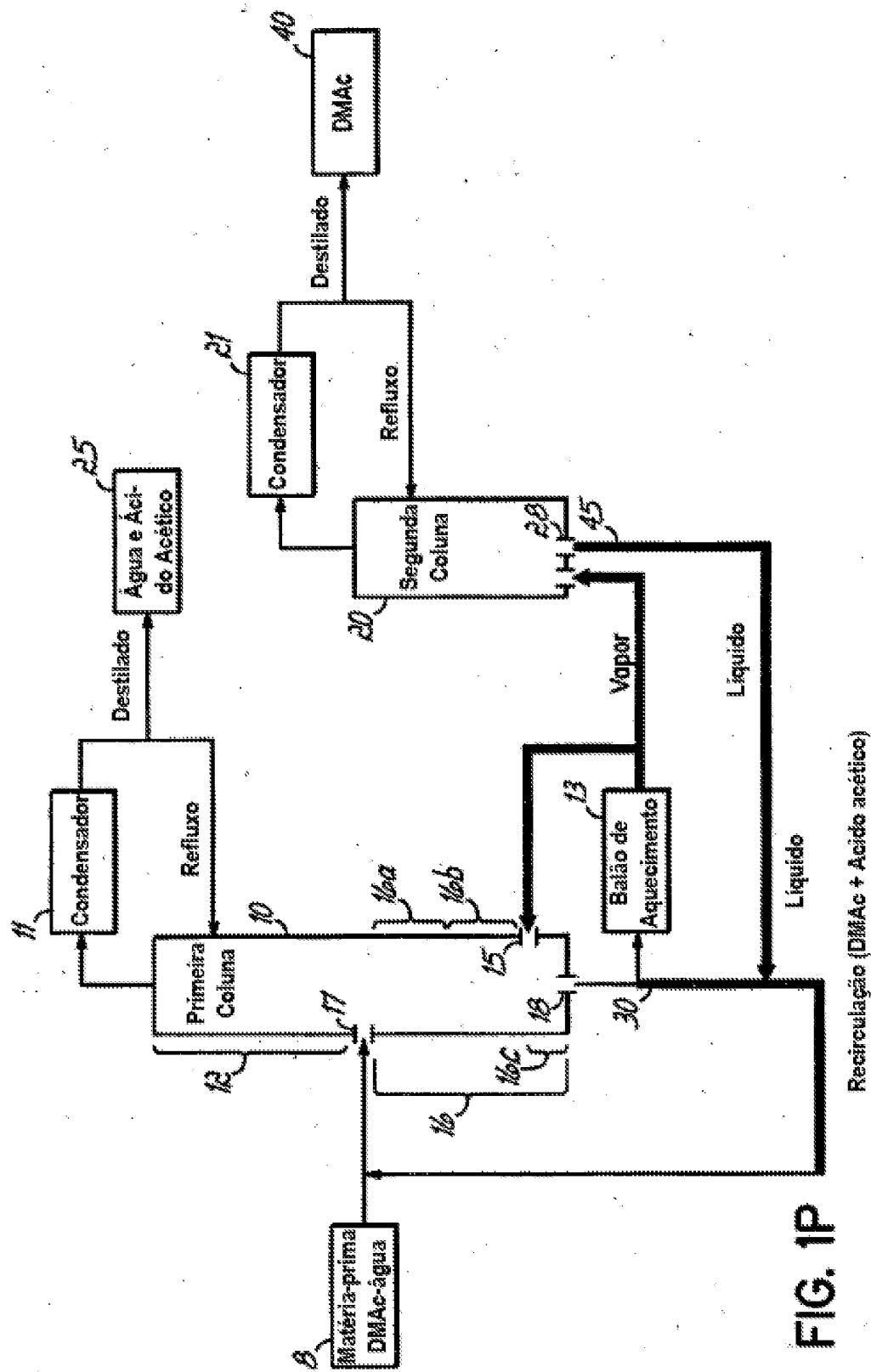


FIG. 1N



10  
FIG.

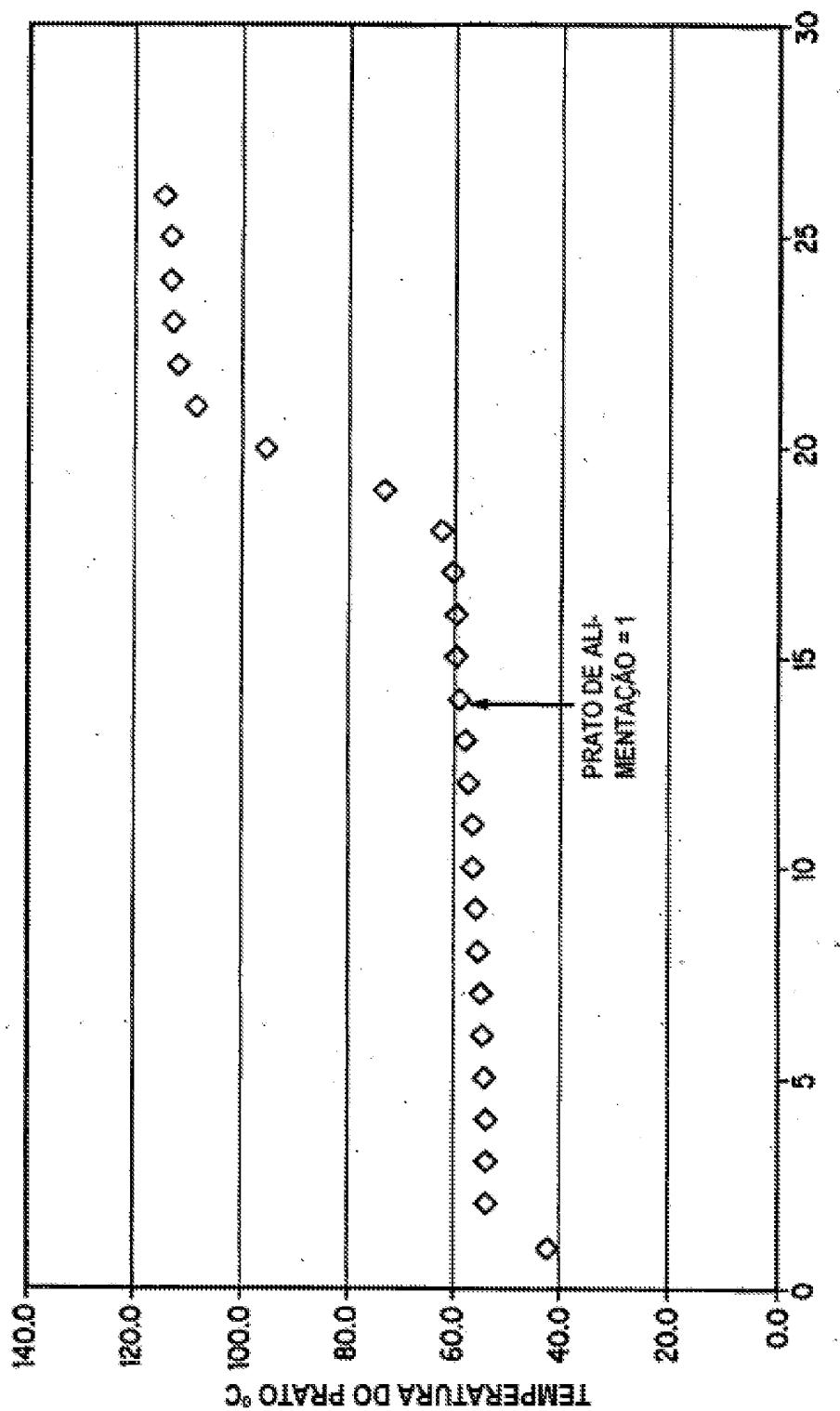


Recirculação (DMAc + Ácido acético)

FIG. 1P

PE1551522

18/18



**REFERÊNCIAS CITADAS NA DESCRIÇÃO**

*Esta lista de referências citadas pelo requerente é apenas para conveniência do leitor. A mesma não faz parte do documento da patente Europeia. Ainda que tenha sido tomado o devido cuidado ao compilar as referências, podem não estar excluídos erros ou omissões e o IEP declina quaisquer responsabilidades a esse respeito.*

**Documentos de patentes citadas na Descrição**

- \* FR 1549711