

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B01D 3/14 (2006.01)

B01D 3/42 (2006.01)

C07C 233/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03815461.7

[45] 授权公告日 2007 年 7 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1326586C

[22] 申请日 2003.6.18 [21] 申请号 03815461.7

[30] 优先权

[32] 2002. 7. 1 [33] US [31] 10/186,764

[86] 国际申请 PCT/US2003/019405 2003. 6. 18

[87] 国际公布 WO2004/002926 英 2004. 1. 8

[85] 进入国家阶段日期 2004. 12. 29

[73] 专利权人 马林克罗特公司

地址 美国密苏里州

[72] 发明人 迈克尔·J·金泰尔科尔

[56] 参考文献

US3687820A 1972. 8. 29

GB1165278A 1969. 9. 24

US5180474A 1993. 1. 19

US4177111A 1979. 12. 4

US5124004A 1992. 6. 23

US6159344A 2000. 12. 12

审查员 王 辉

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

代理人 封新琴 巫肖南

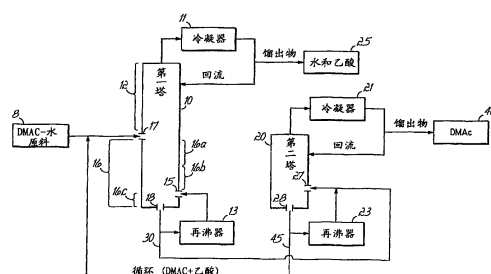
权利要求书 3 页 说明书 9 页 附图 18 页

[54] 发明名称

N,N-二甲基乙酰胺的纯化

[57] 摘要

一种从含有乙酸污染物的水溶液中纯化 N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)的方法。串联布置两个分馏塔(10, 20)。第一塔(10)具有塔顶冷凝器(11)和塔底再沸器(13)。第二塔(20)也具有塔顶冷凝器(21)和塔底再沸器(23)。将含有杂质的溶液提供给一定温度分布的第一塔(10), 以使乙酸分离进入塔顶水中。将第一塔中的塔底剩余物再循环回第一塔, 并且也供给第二塔(20), 从而回收不含 DMAc 的乙酸杂质, 余下的 DMAc 和乙酸返回第一塔以用于进一步分离。



1. 一种从含有乙酸的 DMAc 水溶液中分离 DMAc 的方法，其包含：
 - a)在一定温度下将所述溶液提供给第一蒸馏塔，所述塔具有进料口和入口，及具有顶部和底部，所述底部具有上底部、中底部和下底部，该温度足以使塔的下底部充分干燥和塔的上底部充分湿润，以及足以使得在第一塔的塔顶流和塔底流之间分配乙酸，
 - b)将第一塔的塔底流提供给第二蒸馏塔的入口以将纯化的 DMAc 分配至塔顶流及 DMAc 和乙酸的混合物进入塔底流，及
 - c)将另一部分乙酸从 DMAc 和乙酸的混合物分配到第一塔的塔顶流中。
2. 权利要求 1 所述的方法，其还包含从第二塔的塔顶部分回收纯化的 DMAc。
3. 权利要求 1 所述的方法，其中所述温度分布使得
 - 第一塔内小于约 15%的总温差发生在顶部，
 - 第一塔内小于约 15%的总温差发生在上底部，和
 - 第一塔内大于约 70%的总温差发生在中底部和下底部。
4. 权利要求 1 所述的方法，其中将所述第二塔中的塔底流以循环物流的形式提供给第一塔。
5. 权利要求 4 所述的方法，其中将所述第一塔中的塔底流以液体原料的形式提供给第二塔。
6. 权利要求 4 所述的方法，其中将所述第一塔的塔底流以侧取蒸汽的形式提供给第二塔。
7. 权利要求 4 所述的方法，其中在进料口将所述塔底循环物流提供给第一塔。
8. 权利要求 4 所述的方法，其中在进料口上方的入口将所述塔底循环物流提供给第一塔。
9. 权利要求 4 所述的方法，其中在上底部中的入口将所述塔底循环物流提供给第一塔。
10. 权利要求 1 所述的方法，其中所述第二塔的塔底流含有小于共沸物浓度的乙酸。
11. 权利要求 3 所述的方法，其中所述温度是第一塔进行操作的压力

的函数。

12. 权利要求 1 所述的方法，其中在第一塔的塔顶流中分配的乙酸是以液体形式回收的。

13. 权利要求 1 所述的方法，其中在第一塔的塔顶流中分配的乙酸是以蒸汽形式回收的。

14. 权利要求 2 所述的方法，其中所述 DMAc 是以液体形式从第二塔的塔顶回收的。

15. 权利要求 2 所述的方法，其中所述 DMAc 是以蒸汽形式从第二塔的塔顶回收的。

16. 权利要求 1 所述的方法，其中所述第一塔的塔底流是以选自液体、蒸汽和汽/液混合物的物理状态提供给第二蒸馏塔的。

17. 权利要求 1 所述的方法，其中所述另一部分乙酸是通过将第二塔的塔底流提供给第一塔而分配的。

18. 权利要求 1 所述的方法，其中所述另一部分乙酸是通过在第二塔的塔底流返回第一塔之后提供来自第一塔的塔底循环物流而分配的。

19. 权利要求 4 所述的方法，其中所述塔底循环物流是采用第一塔和第二塔共用的再沸器而获得的。

20. 一种分离原料溶液中的流体组分的装置，其包含：

(a)与第二蒸馏塔串联的第一蒸馏塔，该第一蒸馏塔具有用于溶液的进料口、用于塔顶馏出流的塔顶冷凝器、用于塔底馏出流的再沸器，和出口，该塔具有顶部和底部，底部具有上底部、中底部和下底部，

(b)第二蒸馏塔，其具有用于来自第一塔的馏出塔底流的进料口、用于馏出塔顶流的塔顶冷凝器、任选的塔底再沸器，和出口，

(c)将第二塔的塔底产物流提供给第一塔的泵，和

(d)用以调节温度分布的控制部件，在温度分布中第一塔的上底部充分湿润，下底部充分干燥。

21. 权利要求 20 所述的装置，其中所述控制部件在塔顶馏出流和塔底馏出流的温度之间调节第一塔中的温度分布，使得

小于约 15%的总温差发生在顶部，

小于约 15%的总温差发生在上底部，和

大于约 70%的总温差发生在中底部和下底部。

22. 权利要求 20 所述的装置，其中所述控制部件位于第一塔的再沸器上。

23. 一种在水溶液中从乙酸纯化 N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)的方法，其包含

在一定条件下将所述溶液提供给第一蒸馏塔的进料口，该条件足以使含水乙酸作为馏出物从第一塔分配出来，

在一定条件下将来自第一塔塔底的非馏出塔底产物的循环物流提供给第一塔的进料口和第二蒸馏塔，该条件足以使基本纯化的 DMAc 作为馏出物从第二塔蒸馏出来，

将来自第二塔的含有 DMAc 和乙酸的非馏出塔底产物提供给第一塔以进一步将含水乙酸分配至第一塔的塔顶及将分离的 DMAc 分配至第一塔的塔底。

24. 权利要求 23 所述的方法，其还包括回收作为第二塔的馏出物的基本纯净的 DMAc。

25. 权利要求 23 所述的方法，其中所述条件包含足以使第一塔的下底部充分干燥的温度分布。

26. 权利要求 23 所述的方法，其中所述温度分布产生低于进料板温度的温度平稳段，以使所述塔的上底部充分湿润。

N,N-二甲基乙酰胺的纯化

技术领域

本发明一般性涉及当存在乙酸污染物时，从水-N,N-二甲基乙酰胺原料中纯化 N,N-二甲基乙酰胺的连续蒸馏方法。

背景技术

蒸馏是一种分离溶液组分的方法，其取决于气相和液相组分之间的分配。气相通过汽化产生于液相。组成不同的新液相通过冷凝产生于气相。

连续蒸馏是一种基于沸点差异而分离混合物中挥发性组分的相对简单和常用的方法。连续蒸馏在概念上由许多理想蒸馏塔板(stage)构成，每塔板使液相和气相密切接触。液相组分和气相组分通过冷凝和汽化重新分配，然后不同组成的新液相和新气相离开该塔板。虽然一个塔板内组成的变化可能是微小的，但使用以逆流方式布置的多个塔板可对组成的变化产生很大的影响，从而得到基本纯净的组分产物。

连续蒸馏是利用塔进行常规操作的，采用塔通过增加冷凝表面积以促进气相和液相之间的接触。例如，塔已经结合有蒸馏阀(distillation fingers)或内部构件(internals)，如筛板、泡罩(bubble cap)和塔盘阀(tray valves)，它们容易看作理想塔板的近似物。塔内部构件如随机填料或结构化填料尚未明确定义理想塔板，但常用于连续蒸馏。

用于连续蒸馏工艺的典型构造是带有单个塔顶冷凝器和单个塔底再沸器的蒸馏塔。将原料引入塔的名义中部(nominal middle)。沸点较高的组分作为塔底产物(bottoms product)从再沸器塔板中移出。沸点较低的组分作为馏出物从冷凝器塔板移出。部分馏出物返回(即，回流)至塔的顶部。在整个塔中，回流液体和来自于再沸器的蒸汽接触以完成分离。

用于连续蒸馏的设计和评估(sizing)的技术是公知的。每种设计都具体到要分离的组分和它们独特的挥发性。

在 N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)和水的混合物的情况下，由于挥发性差异大(可从每种纯组分的沸点得出)，两种纯组分的分离简单。DMAc 在大气压

下的沸点是 166℃。水在大气压下的沸点是 100℃。在 DMAc 和水原料的连续蒸馏中，水将是来自冷凝器的馏出物，而 DMAc 将是来自再沸器的塔底产物。

乙酸常常作为污染物存在于 DMAc 和水原料中。这可能是因为 DMAc 能降解形成乙酸和二甲基胺(DMA)。或者，乙酸可来自于以 DMAc 为溶剂的化学合成中。

但是 DMAc 和乙酸的混合物不容易分离为各个组分，即使乙酸的沸点(118℃)明显不同于 DMAc 的沸点。这是因为氢键效应的原因，由此在乙酸存在下，DMAc 起到碱的作用并且对乙酸具有强烈的吸引。DMAc 和乙酸形成高沸点共沸混合物(定义为两种或多种液体的溶液，其在蒸馏过程中组成不会改变)。更具体地，21%乙酸和 79%DMAc 的共沸混合物在大气压下的沸点约为 171℃。

典型的连续蒸馏构造不能将形成共沸物的混合物分离成两种纯组分流。蒸馏塔的产物之一将接近共沸组成。如果产生了高沸点共沸物，则高沸点共沸物将浓缩在再沸器的塔底产物中。如果产生了低沸点共沸物，则低沸点共沸物将浓缩在冷凝器的馏出产物中。

当将水、DMAc 和乙酸供给典型的连续蒸馏塔构造时，由于乙酸将和 DMAc 形成高沸点共沸物，所以乙酸将分离进入塔底，从而污染了 DMAc。

试图在塔底或靠近塔底处将 DMAc 作为侧取蒸汽流除去，但这不是有效的解决方法。最终在塔底使乙酸浓缩成接近 DMAc-乙酸共沸物的浓度。共沸物的蒸汽将向塔的上方迁移从而污染侧取(side-draw)DMAc 蒸汽流。可通过排出(purge)塔底产物将塔底乙酸的浓度控制成远低于共沸物的浓度。但是，这会不合要求地引起 DMAc 大量损失。在第二蒸馏塔中对该塔底 DMAc 产物进行再蒸馏以将 DMAc 作为塔顶产物除去，将要求排出第二塔的塔底产物以控制乙酸的浓度低于其共沸物组成，从而再次引起所需要的 DMAc 组分的显著损失。

法国专利 No.1,549,711 公开将第二塔的塔底产物，DMAc 和乙酸原料(基本上没有第三组分水)供给至第三塔中，该塔在不同的压力下操作以改变共沸物组成。然而，该方法涉及第三塔的额外费用和步骤。而且，所公开的系统并非用于分离 DMAc、水和乙酸。

因此需要一种方法来克服上述问题。

发明内容

在一个实施方式中，本发明涉及从含有乙酸的 DMAc 水溶液中分离 N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)的方法。第一蒸馏塔具有相对于进料口的顶部(top portion)和底部(bottom portion)。底部进一步分为上底部、中底部和下底部。通过塔的名义中部处的侧进料口将溶液供给第一蒸馏塔。

控制塔温度分布使得下底部充分干燥，上底部充分湿润，以在塔顶馏出物流和塔底产物流之间分配乙酸。将第一塔的塔底产物供给第二蒸馏塔的进料口，以将纯化的 DMAc 蒸馏至塔顶流中，及将 DMAc 和乙酸的混合物提供至塔底流中。第二塔的塔底流进入第一塔的入口(循环(pumparound))，以将另一部分乙酸从 DMAc 和乙酸的混合物中分配至第一塔的塔顶流，因此最初原料中基本全部的乙酸都蒸馏到了第一塔的塔顶流中。从第二塔的塔顶部分回收纯化的 DMAc。

在另一个实施方式中，本发明涉及分离原料溶液中流体组分的装置。该装置具有第一蒸馏塔以及与第一蒸馏塔串联的第二蒸馏塔。第一蒸馏塔具有用于溶液的进料口、用于塔顶馏出流的塔顶冷凝器、用于塔底流的再沸器和出口；该塔具有顶部和底部，底部具有上底部、中底部和下底部。第二蒸馏塔具有用于来自第一塔的塔底流的进料口、用于馏出塔顶流的塔顶冷凝器、用于塔底产物的第二再沸器。泵将来自第二塔的塔底产物流返回第一塔的进料口。第一塔回流装置和第一塔再沸器上的控制部件调节塔的温度分布，使得第一塔的下底部基本上不含沸点最低的组分和第一塔的上底部主要富含沸点最低的组分。通过调节输入再沸器的热量或调节返回塔的回流流量可以调节温度分布。

在另一个实施方式中，本发明涉及从乙酸水溶液中纯化 DMAc 的方法，该方法通过将所述溶液供给第一蒸馏塔，在一定条件下从乙酸水溶液中纯化 DMAc 的方法，该条件足以使含水乙酸分配至第一塔的馏出物中及进入干燥的非馏出塔底产物中。在一定条件下将来自第一塔的塔底产物回抽(pump back)至第一塔的入口，以及也回抽至第二塔的入口，该条件足以蒸馏作为第二塔馏出物的纯化 DMAc 和将含有 DMAc 和乙酸的塔底非馏出塔底产物提供给第一塔以进一步分配含水乙酸和 DMAc。第二塔底产物可以在名义中部处的第一塔进料口、塔底再沸器或其它入口返回第一塔。塔

底产物可以在名义中部处的进料口、或位于第一塔的上底部之内或之上的其它入口回抽至第一塔。回收作为第二塔馏出物的纯化 DMAc。

本发明也一般性涉及从被第三组分污染的沸点较低组分的溶液中纯化沸点较高组分的方法，该第三组分和沸点较高的组分形成高沸点二元共沸物。在一定的温度分布下将溶液供给第一蒸馏塔名义中部处的进料口，该温度足以使该塔的下底部基本上不含沸点较低的组分，以及使第一塔的上底部主要富含沸点较低的组分，以及将第三沸点的组分分配至第一塔的馏出物中。在一定条件下将第一塔的非馏出塔底产物供给第二蒸馏塔，该条件足以使沸点较高的组分以纯组分的形式从第二塔蒸馏出来。也可以将来自第一塔的部分非馏出塔底产物泵送至第一塔的进料口或其它入口。将来自第二塔的非馏出塔底产物(含有沸点较高组分和第三组分的混合物)通过进料口或其它入口送回第一塔，以进一步分配沸点较低组分和沸点较高组分。该方法通常适用于沸点较低组分能调节沸点较高组分和第三组分形成的高沸点共沸物的体系中。

参考附图、描述和实施例可以进一步理解本发明的这些实施方式和其它实施方式。

附图说明

图 1 是使用中的本发明创造性体系的示意图

图 1A 至 1P 是图 1 体系的各种构造的示意图。

图 2 是采用本发明创造性体系的各塔板的温度图。

具体实施方式

本发明公开了从 N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)的水溶液中分离乙酸污染物的方法。该方法采用使用双塔布置的连续蒸馏技术。这消除了更复杂的溶剂萃取和/或色谱或光谱分离的需要，并且对有效、精确及可再现分离提供了高回收率和高纯度的所需 DMAc 组分。

参照图 1，第一分馏塔 10 和第二分馏塔 20 串联布置。第一塔 10 示意分成顶部 12 和底部 16，以及进料口或入口 17 和出口 18。正如本领域技术人员公知的，进料口 17 的确切位置由最佳设计来确定，并不必须地为塔的确切中点。因此，进料口 17 是指位于塔 10 的名义中部。底部 16 还示意分

为上底部 16a、中底部 16b 和下底部 16c。正如本领域的技术人员公知的，构成顶部 12 和底部 16 的具体塔板数取决于具体塔设计和应用。这些参数的例子包括原料组成、回流速率等。布置第二塔 20 使得从第一塔 10 出来的流出物从入口 27 进入第二塔 20。第二塔的塔底产物从出口 28 排出。

第一塔 10 具有塔顶冷凝器 11 和塔底再沸器 13。第二塔 20 也具有塔顶冷凝器 21 和塔底再沸器 23。从第一塔 10 的出口 18 出来的流体可直接泵送至第二塔 20 的入口 27。或者，从第一塔 10 的出口 18 出来的流体经过再沸器 23，然后进入第二塔 20。从第二塔 20 的出口 28 出来的流体再泵送至(循环流体)第一塔 10 的进料口 17。

通常，通过 DMAc 和乙酸塔底循环采用两塔布置和采用使第一塔 10 的上底部 16a 湿润的操作条件排出在 DMAc-水原料 8 中所有引入的乙酸。更具体地，参考图 1，待纯化的含水 DMAc 混合物作为原料 8 引入第一蒸馏塔 10 中。控制塔 10 的温度使得上底部 16a 的温度表明塔的这一部分充分湿润，而第一塔 10 的下底部 16c 具有较高的温度并保持充分干燥。

完成分离所需的温度分布被描述成总温差(即，塔的底部温度与塔的顶部温度之差)的百分数。塔中小于约 15%的总温差发生在第一塔 10 的顶部 12，塔中小于 15%的总温差发生在上底部 16a，塔中大于约 70%的总温差发生在中底部 16b 和下底部 16c。对照温差百分数，确切的温度取决于第一塔 10 的操作压力。

通过调节输入到第一塔再沸器 13 的热量或者调节第一塔 10 上的馏出物的回流速率来控制温度。所得的温度分布产生低于进料板温度的温度平稳段，以使塔的上底部充分湿润。湿润的上底部 16a 位于进料口 17 之下，并使得部分乙酸在顶部汽提成第一塔 10 的馏出产物 25 中。将含有干 DMAc 和乙酸污染物的第一塔 10 的塔底产物 30 从入口 15(作为再沸器 13 装置的部件)再次供给第一塔 10。在第一塔的塔底产物 30 也通过入口 27 供给第二塔 20。第二塔 20 的馏出产物 40 是纯的 DMAc。将含有干 DMAc 和乙酸污染物的第二塔 20 的塔底产物 45 返回第一塔 10 的进料口 17。塔底循环物流 45 流经湿润的上底部 16a，其再次引起部分乙酸在第一塔 10 的塔顶汽提。

在原料 8 和塔底循环(bottom pumparound)45 中汽提部分乙酸的联合效应导致进入第一塔 10 的塔顶馏出物 25 中的乙酸和原料 8 中全部乙酸的量相同。塔 10 和塔 20 的塔底中的乙酸(流体 30 和 45)在远低于 DMAc 和乙酸

的共沸组成的浓度下达到了平衡,使得第二塔 20 生成纯净的 DMAc(馏出产物 40)。

虽然具体描述了分离 DMAc、乙酸和水的三组分体系,但本发明可以用于任意的三组分体系,其中(a)第一组分是低沸点化合物且大量存在于原料中,即浓度至少为约 25%;(b)相对第一组分,第二组分是高沸点化合物且大量存在于原料中,即浓度至少为约 5%;(c)第三组分在原料中为少量部分,即浓度不大于约 5%,且能和第二组分形成高沸点共沸物;及(d)第一组分能消除、控制或缓和两组分共沸物。

在本发明范围内第一和第二蒸馏塔의 其它构造也是可行的。作为例子如,第一塔의 冷凝器可以全部用于移去液体产物(图 1A),或部分用于移去蒸汽产物(图 1B)。第二塔의 冷凝器可以全部用于移去液体产物(图 1C),或部分用于移去蒸汽产物(图 1D)。其它的例子如,可以以液体(图 1E)、采用共用再沸器以液/汽混合物(图 1F),或以侧取蒸汽(图 1G)的形式将第一塔의 塔底产物移去。还有其它的例子如,可将塔底循环物流返回至进料口(图 1H)、进料口之上的入口(图 1I)、或上底部之内的入口(图 1J)。还有其它的例子如,可以从第二塔(图 1K)、或在第二塔塔底循环物流返回至第一塔的情况下从第一塔中(图 1L)获得塔底循环物流。其它的例子如,可以通过使第一塔和第二塔의 共用再沸器(图 1M)、通过引出侧蒸汽以供给第二塔再到循环物流(1N)、通过引出侧蒸汽以供给第二塔再到第一塔(图 1O),或通过共用的釜式再沸器(图 1P)消除第二塔上的再沸器时,获得塔底循环物流。

实施例

下表中显示了采用包括再沸器和冷凝器在内的二十六级塔板的连续蒸馏过程的温度分布,该温度分布使得第一塔的上底部 16a 保持湿润。在该实施例中,第一塔 10 在顶部压力为 103 mm Hg、底部压力为 153 mm Hg 下(压力降为 50 mm Hg)进行操作。然而,下表显示的具体温度是操作第一塔의 压力的函数,而并没有要求这些具体的温度或压力。因此可以采用能使下底部充分干燥的任何温度和/或压力。

表 1

塔板数	温度 (°C)	压力 (mm Hg)
1	42.1	103.0 带过冷装置的冷凝器
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 进料
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 再沸器

计算塔内的总温差如下:

塔的底部	114.4°C
进入冷凝器之前的顶部蒸汽	54.0°C
总温差	60.4°C

计算塔内顶部温差如下:

进料板温度	59.2°C
-------	--------

进入冷凝器之前的顶部蒸汽	54.0℃
上底部温差	5.2℃
计算总温差的百分数为	$5.2/60.4 = 8.6\%$ 。

计算塔的底部(16)内上底部的顶上三块塔板的温差如下:

塔板 17	60.2℃
进料板	59.2℃
上底部温差	1.0℃
计算总温差的百分数为	$1.01/60.4 = 1.7\%$ 。

计算中底部和下底部的温差如下:

塔底	114.4℃
塔板 17	60.2℃
中底部和下底部的温差	54.2℃
计算总温差的百分数为	$54.2/60.4 = 89.7\%$ 。

图 2 绘制的温度分布显示了塔的各个部分中温差百分数。该图具有特征形状,其中在塔 10 的上底部(此实施例中的塔板 15-17)的温度仅有缓和变化(即,温度平稳段)。该特征形状的出现与塔的操作压力无关,并根据冷凝前的塔顶蒸汽温度和塔底液体温度之间的温差来确定。该温度分布导致上底部 16a 至进料口 17 是湿润的,这导致汽提顶部乙酸。在第一塔中,大于约 70%的温差发生在上底部 16a 和中底部 16b(此实施例中的塔板 15-20)中,小于约 15%的温差发生在下底部 16c,以及小于 15%的温差发生在顶部 12(此实施例中的塔板 2-13)。这些条件使得第一塔 10 的下底部 16c 保持充分干燥,而第一塔 10 的上底部 16a 保持充分湿润。在这些条件下,在第一塔的塔顶流 25 和塔底流 30 之间分配乙酸污染物。

从第一塔 10 的下底部 16c 排出的流出物 30 和/或第二进料塔底流 45 在循环回路中再循环返回第一塔 10 的进料口 17。这使得基本上所有的乙酸位于第一塔 10 的塔顶水 25 中。

将来自第一塔 10 下底部的物料(主要含有 DMAc 和乙酸)供给用于再蒸馏的第二塔 20。该物料可在第二塔 20 中以来自第一塔的液体或侧取蒸汽的

形式获得。全部乙酸存在的浓度小于共沸物的浓度，因此不会对作为纯组分 40 的 DMAc 的分离和第二塔 20 的操作产生不良影响。

在本发明创造性体系的两个独立应用中对原料中 DMAc 的表征得到以下参数。将结果与购买的具有约 80 mg/kg (0.008%)浓度的乙酸的新鲜或未处理的 DMAc 进行比较。

表 2

	分析 1	分析 2
DMAc 分析	100.0%	99.7-99.8%
水含量	<0.01%	<0.01%
乙酸含量	<0.01%	0.2-0.3%
色度	<5 个单位	<5 个单位
所有存在的碱中二甲基胺的碱含量	1-3 mg/kg	1-3 mg/kg

因此，本发明创造性方法能生产与购买的 DMAc 相同的 DMAc。

应该理解在说明书中说明和描述的实施方式只是本领域和没有任何限制的领域的发明人的优选实施方式。例如，该方法可用于通过从第一塔馏出物中回收产物而将所需要的沸点较低的产物从沸点较高的污染物中回收出来。因此，在不偏离本发明的实质和权利要求书范围时，可以进行或借助对这些实施方式的各种变化、修改或变更。

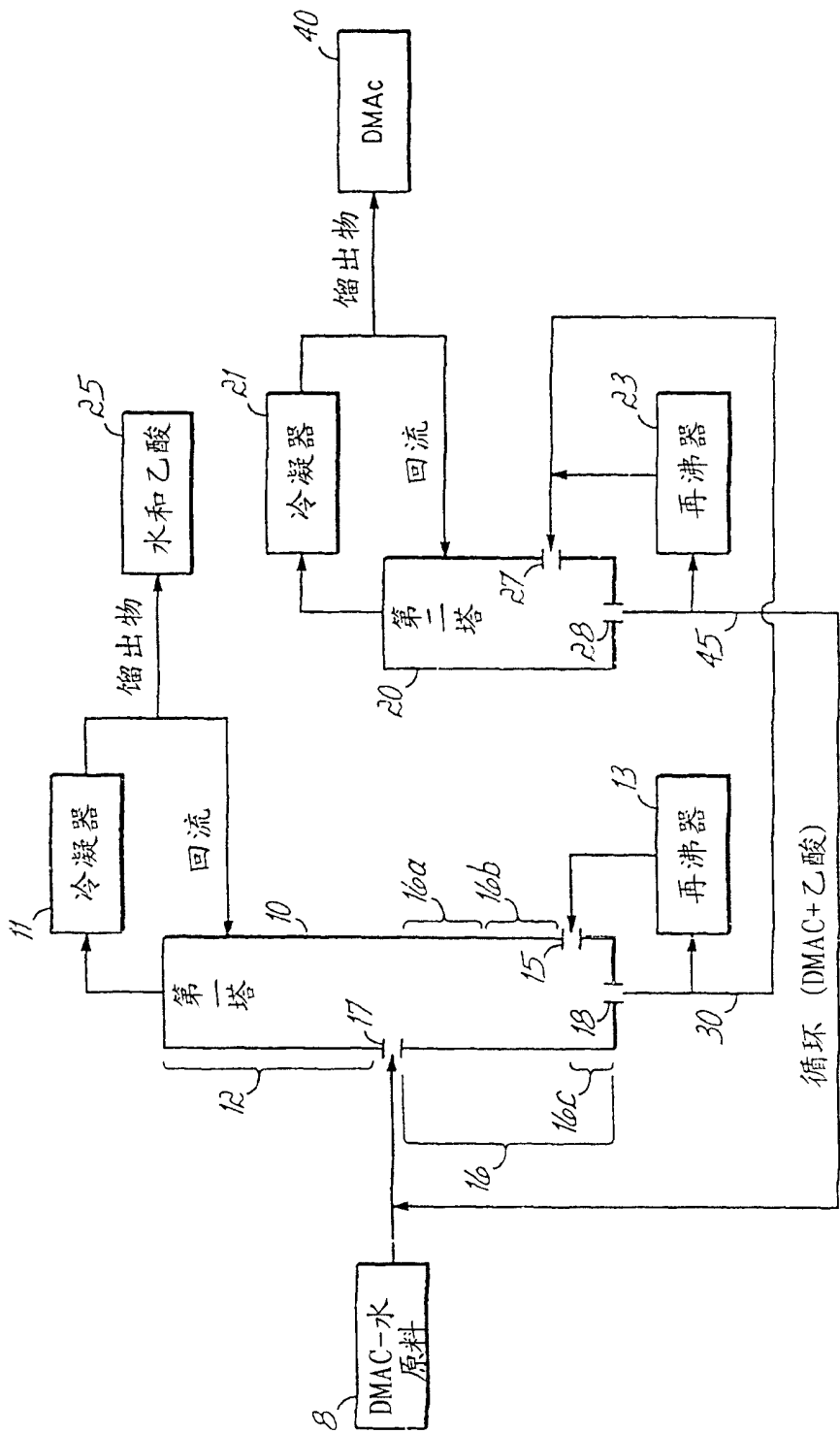


图 1

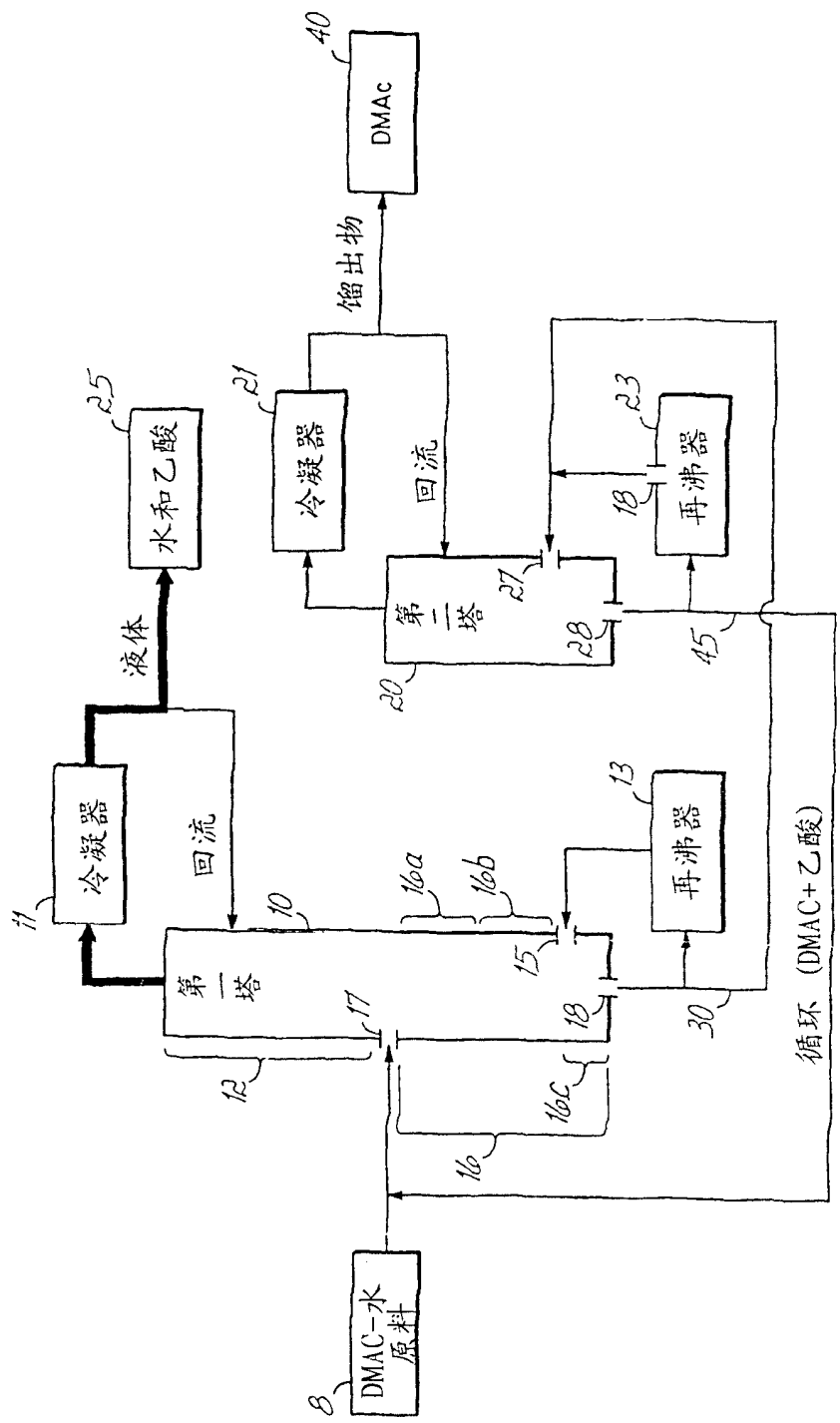


图 1A

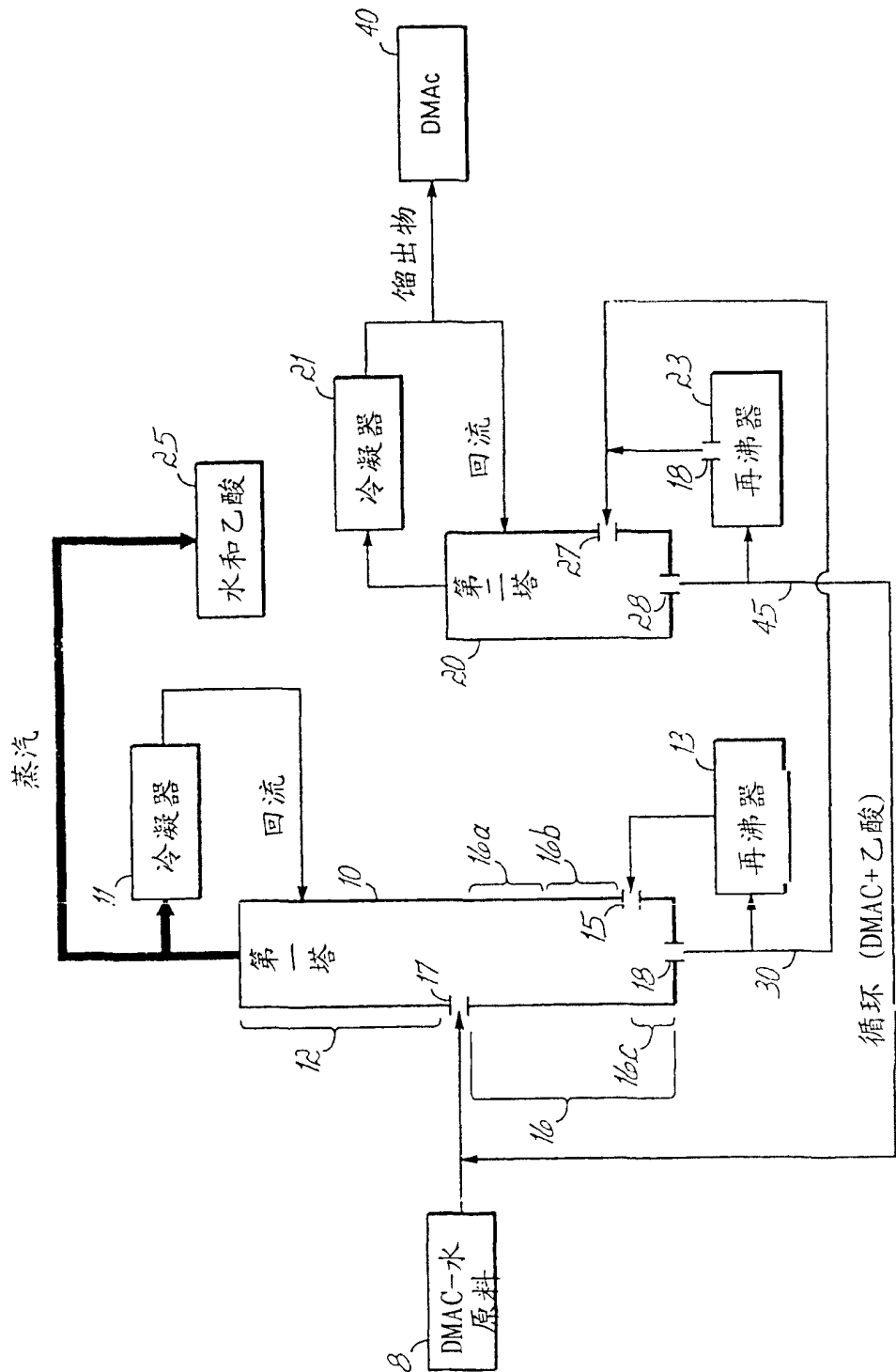


图 1B

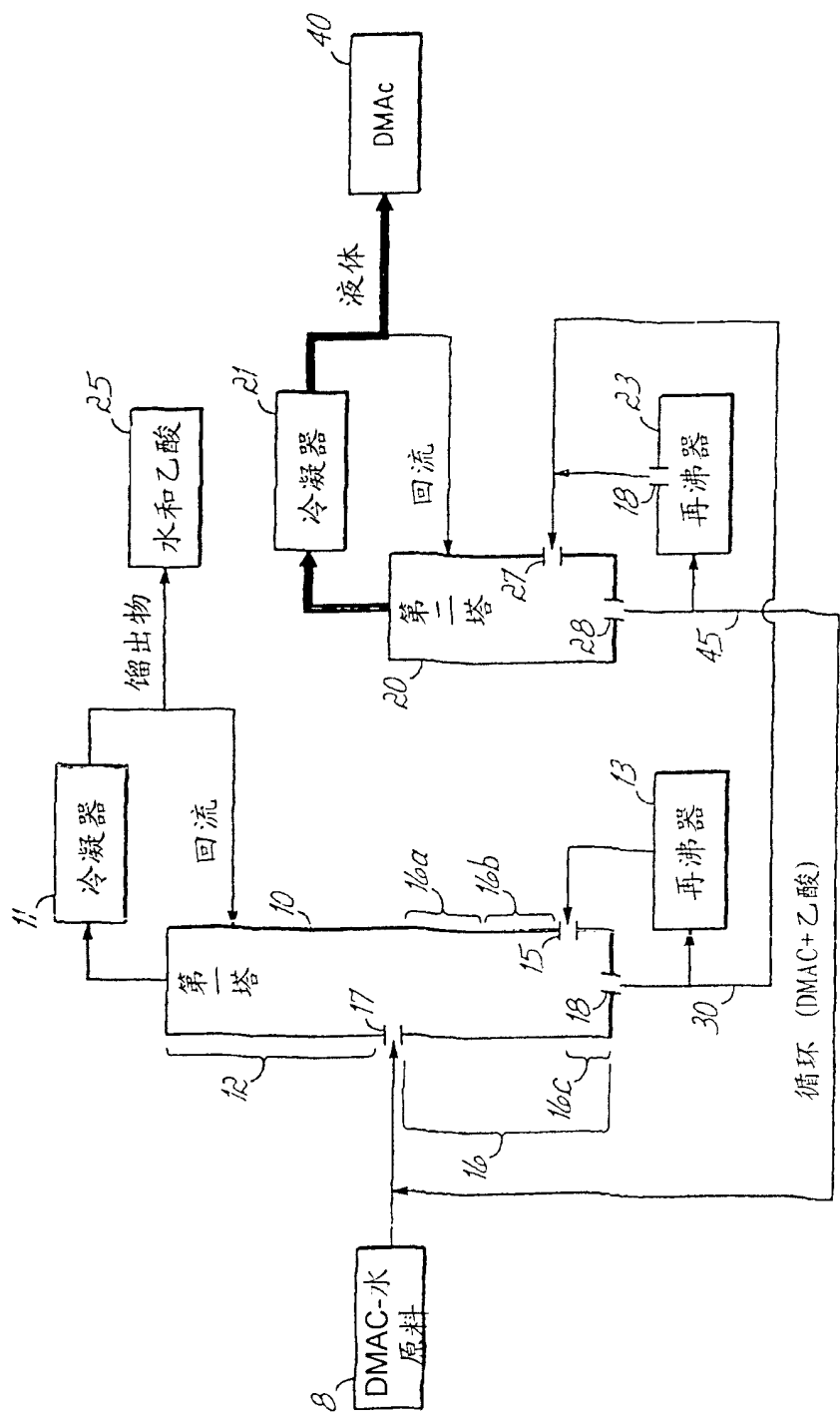


图 1C

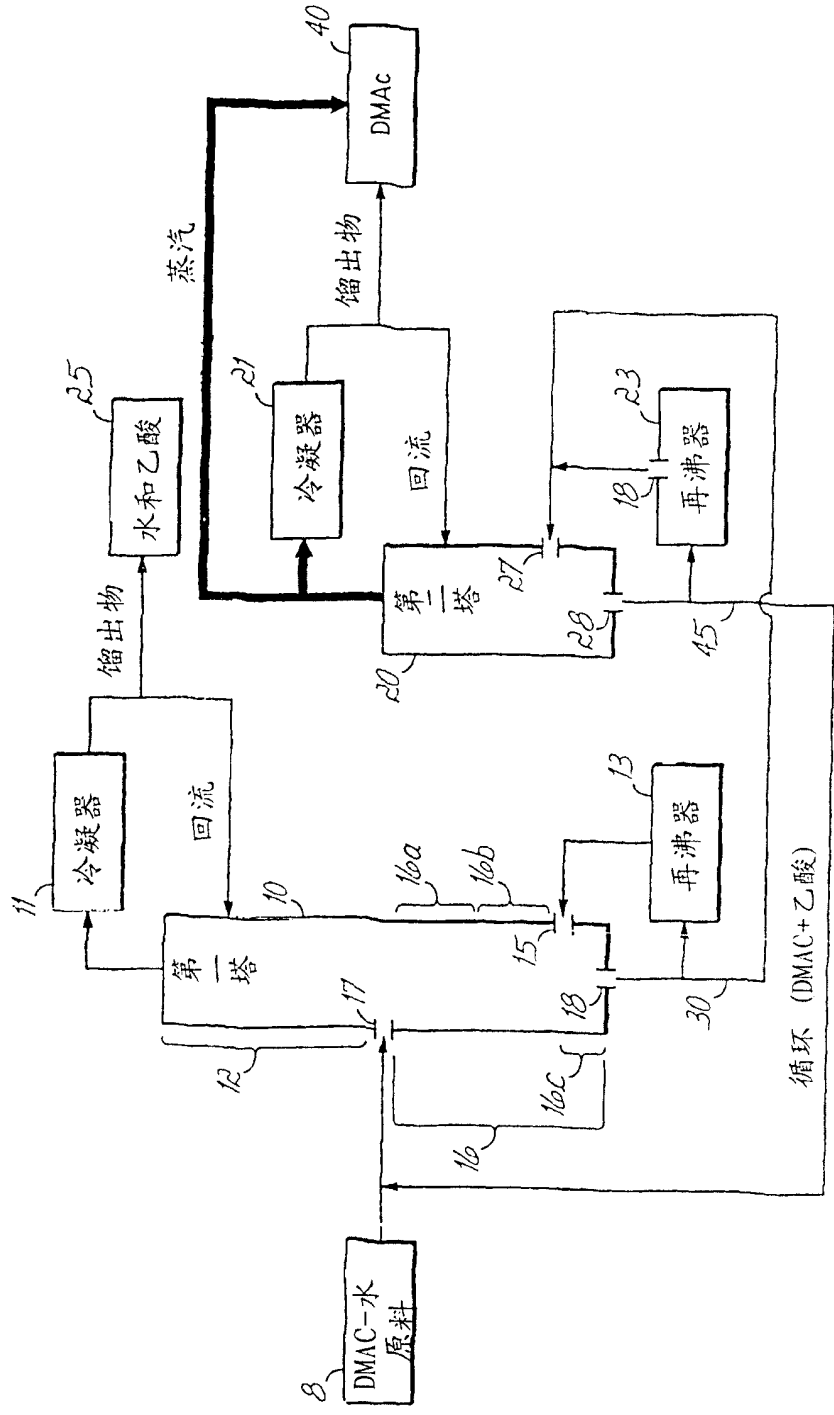


图 1D

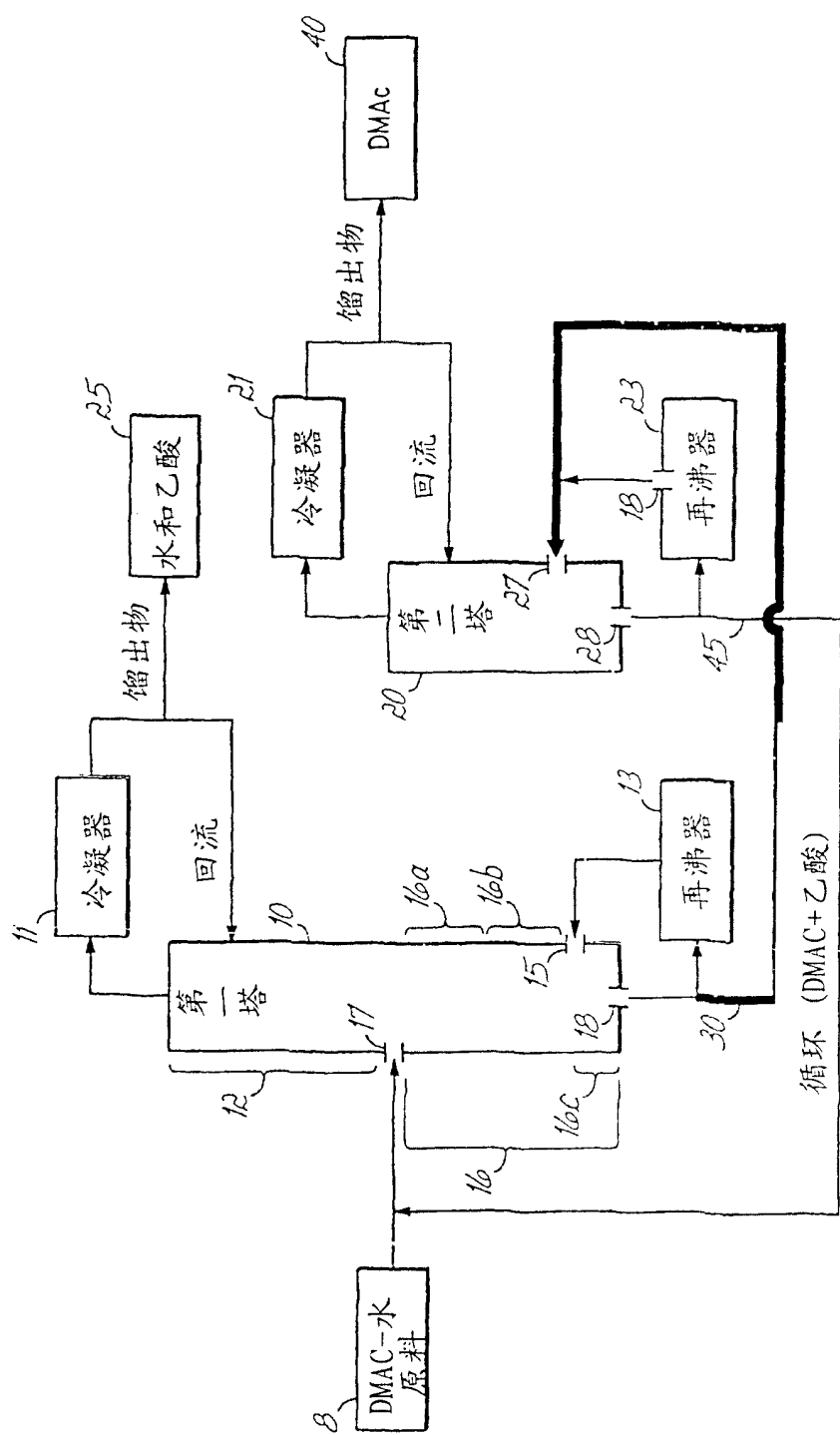


图 1E

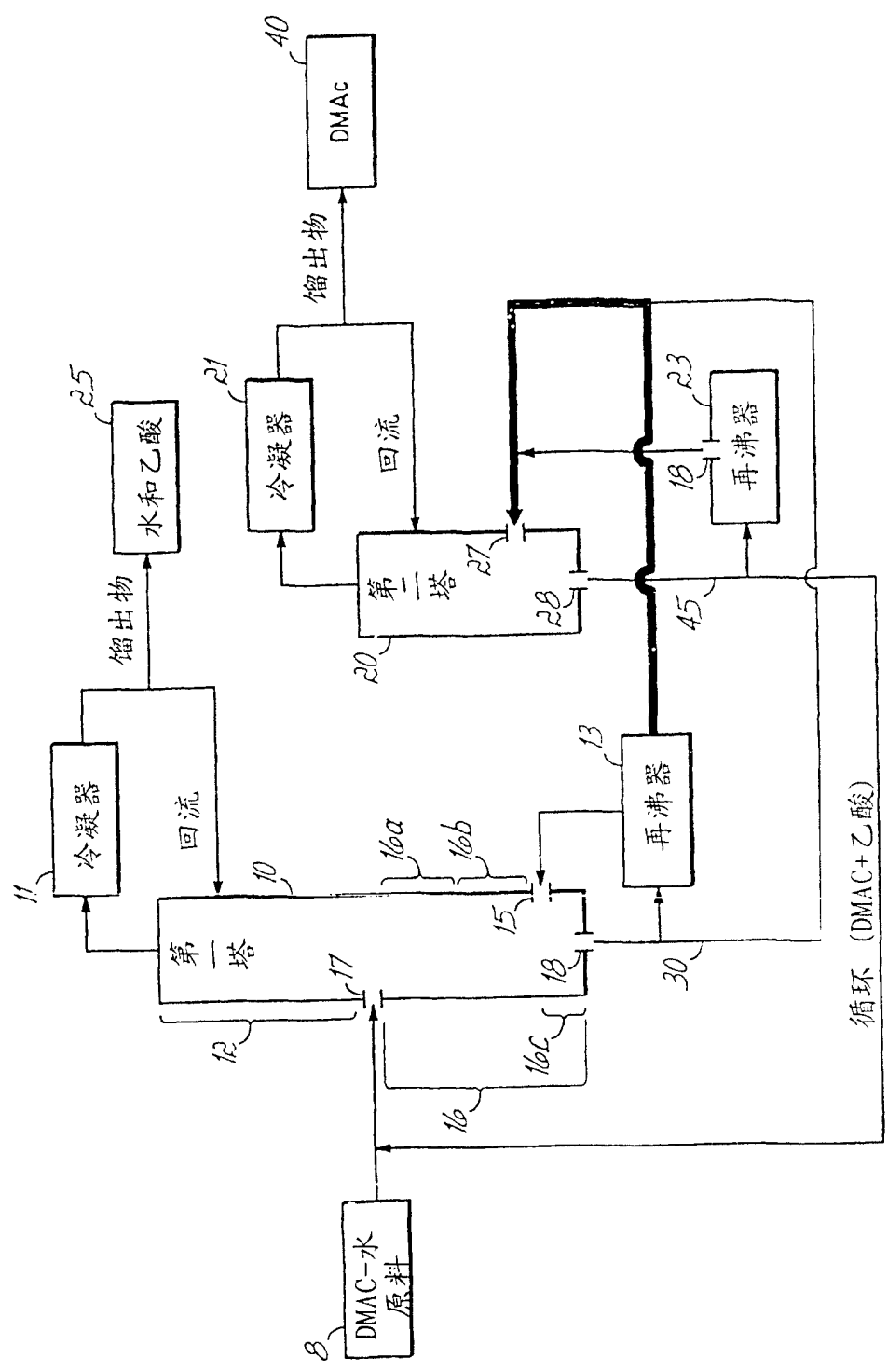


图 1F

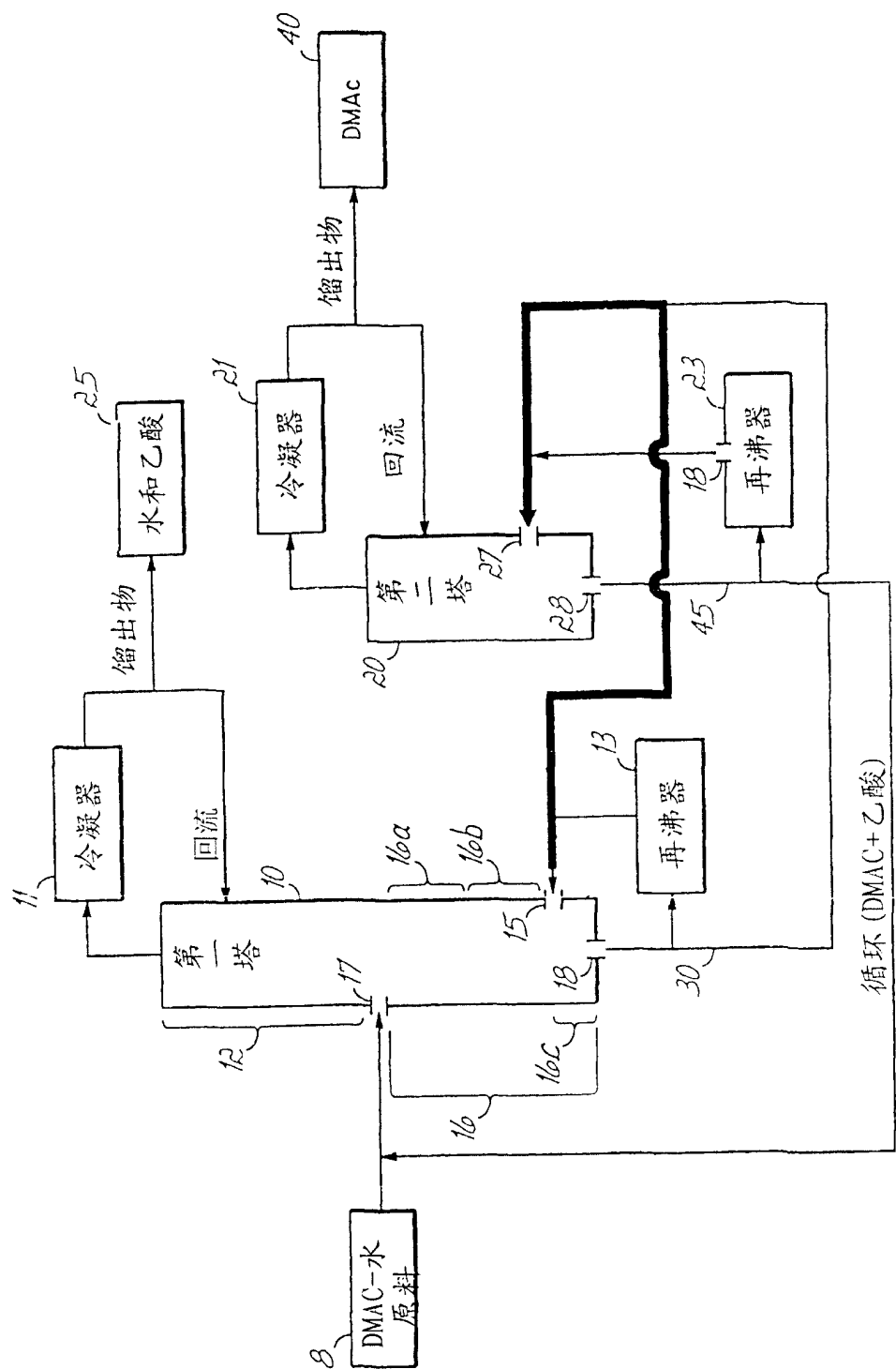


图 1G

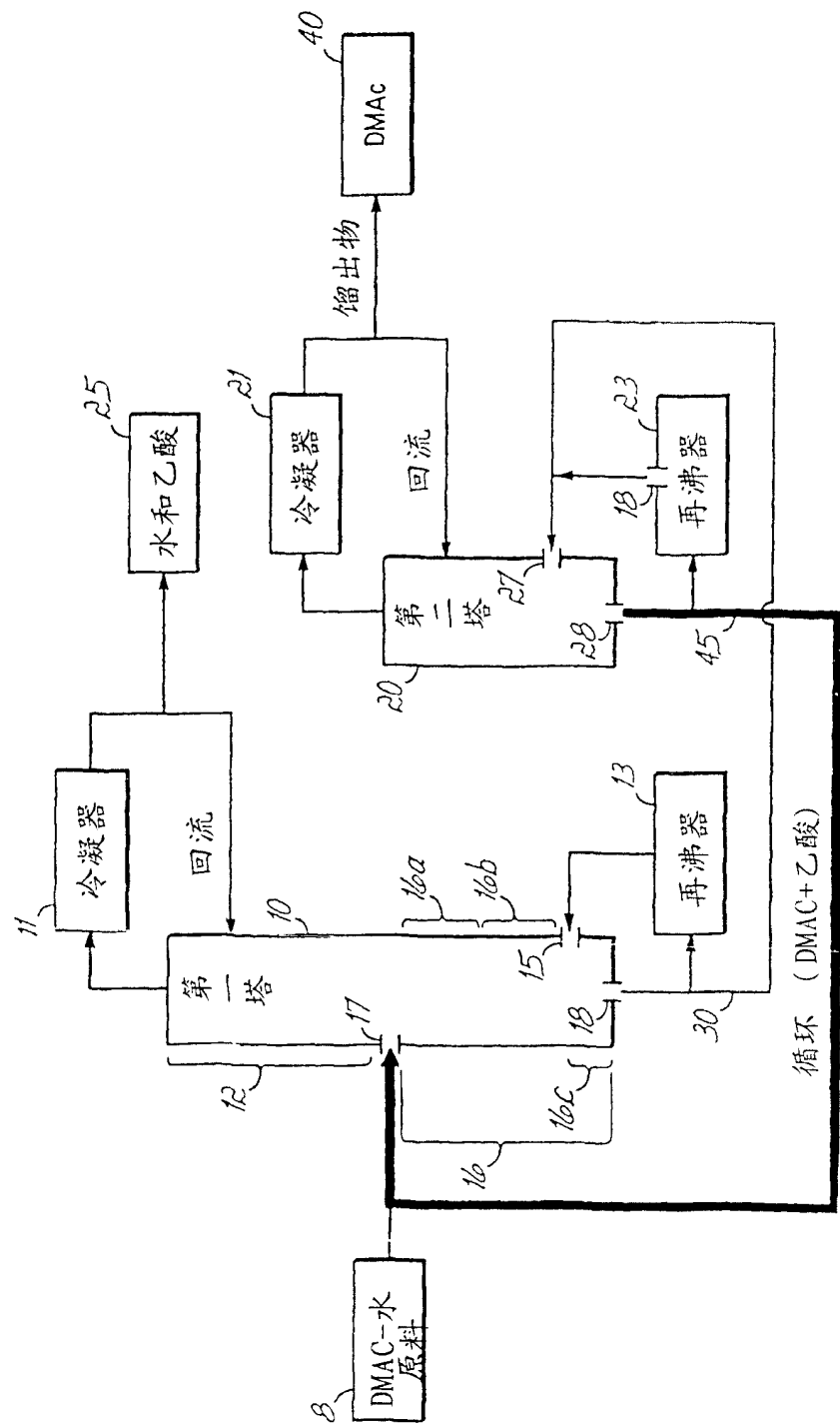


图 1H

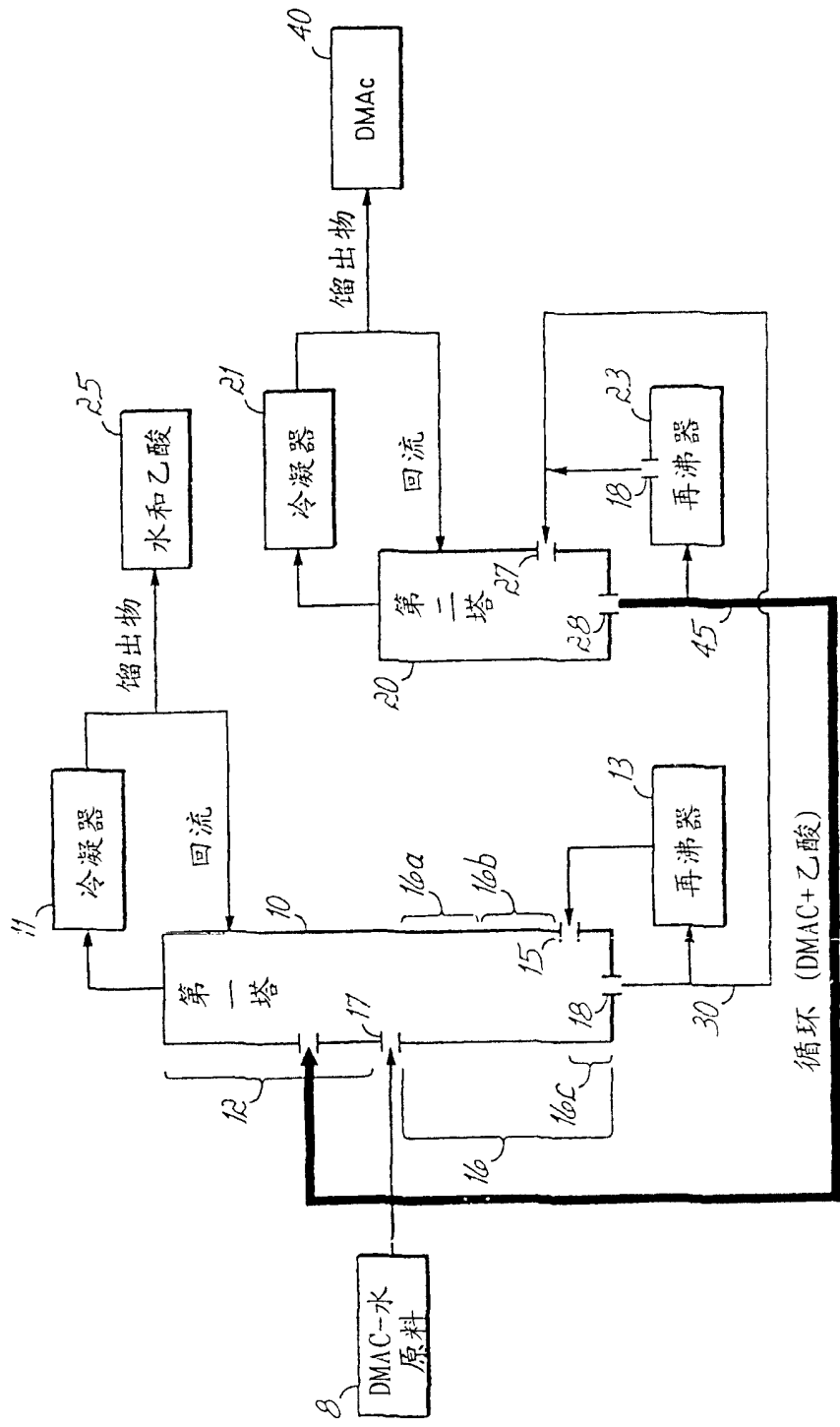


图 11

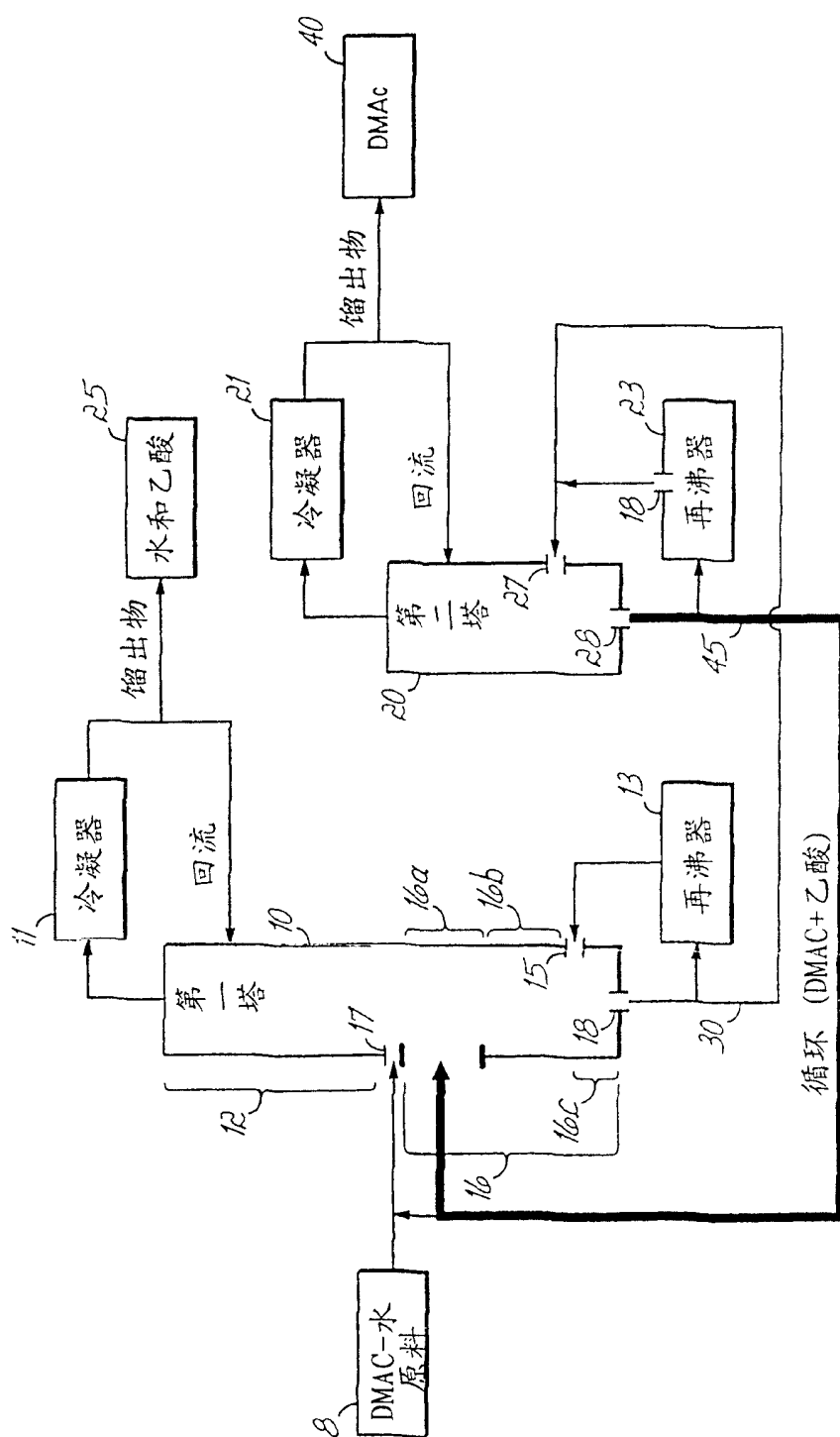


图 1J

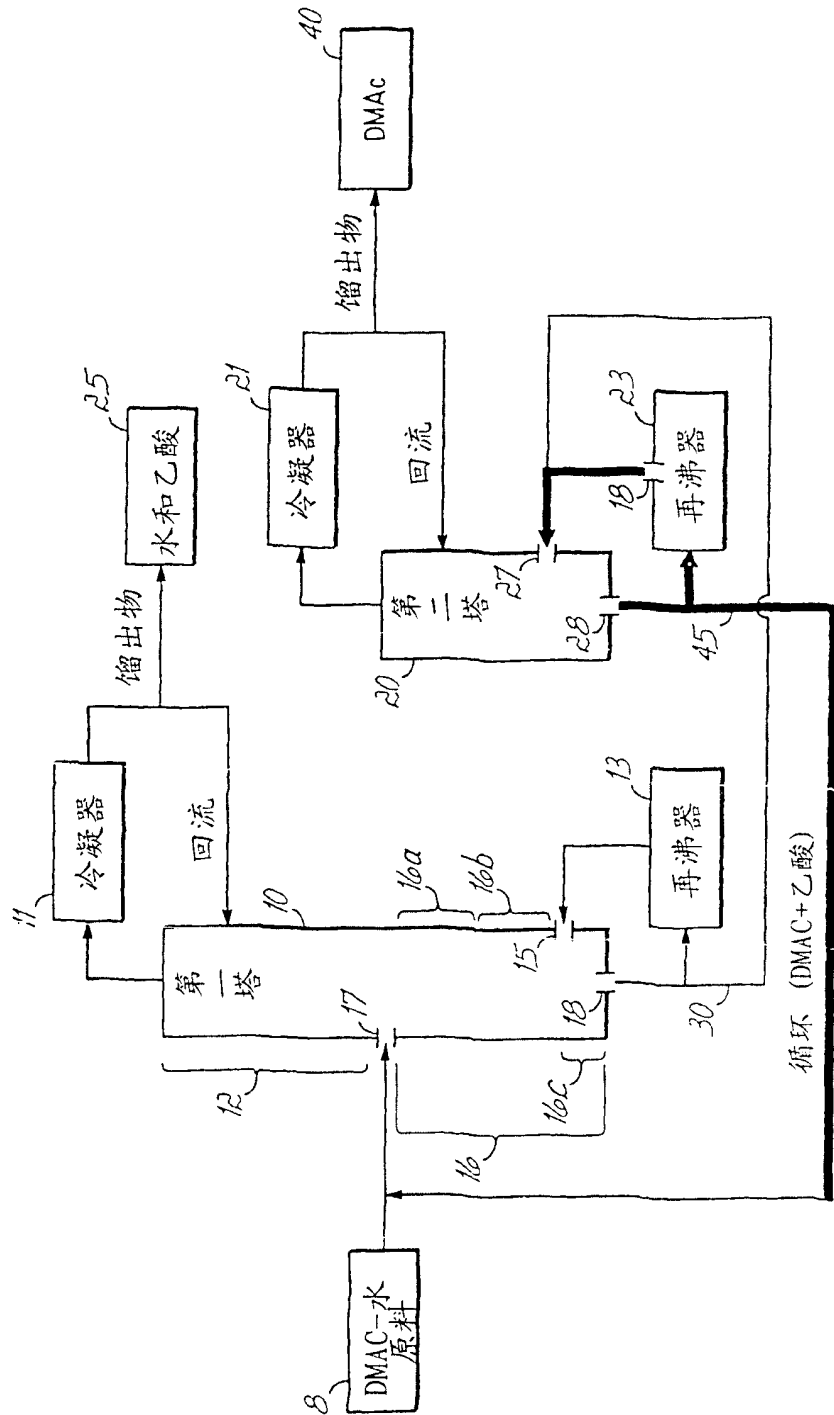


图 1K

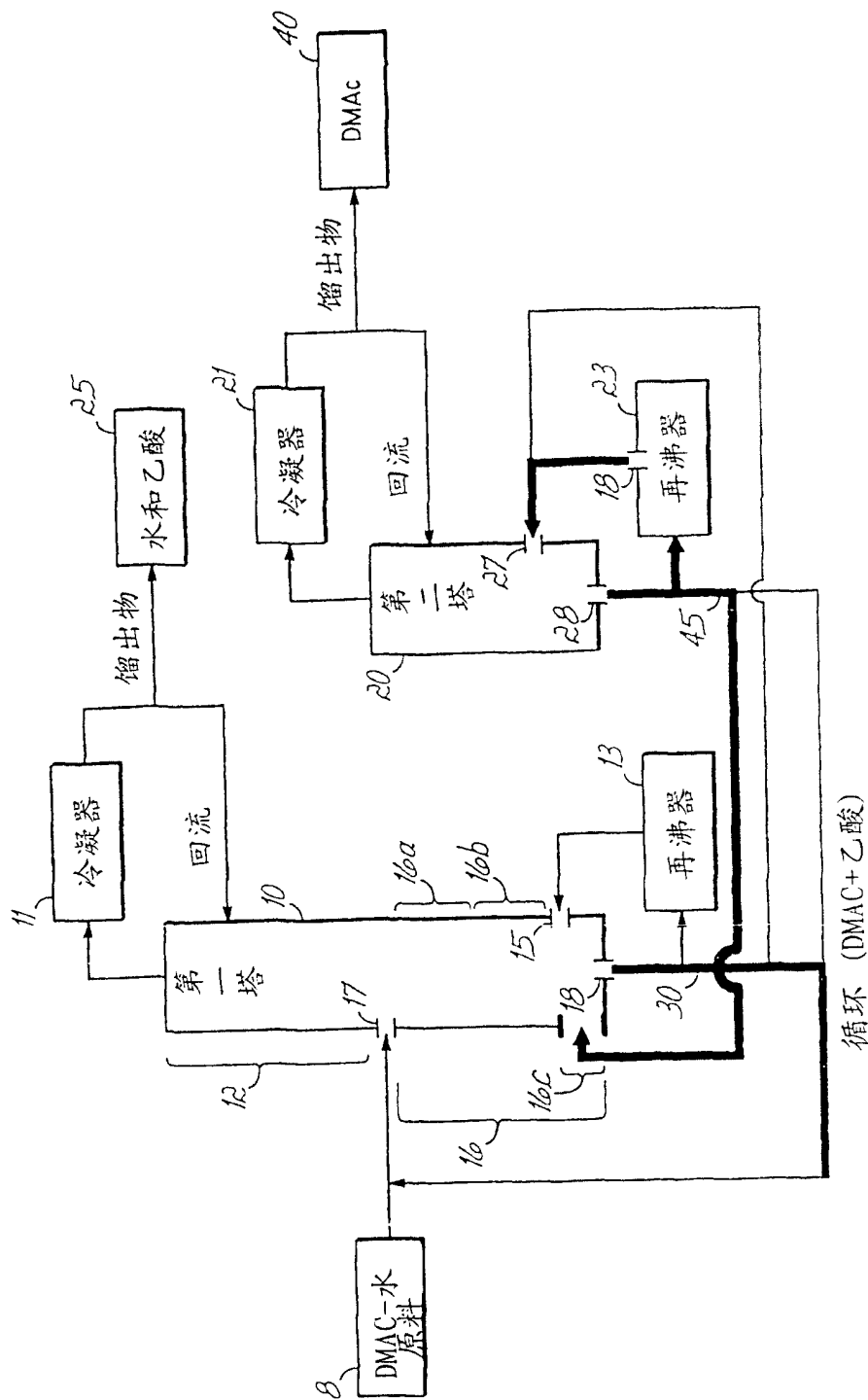


图 1L

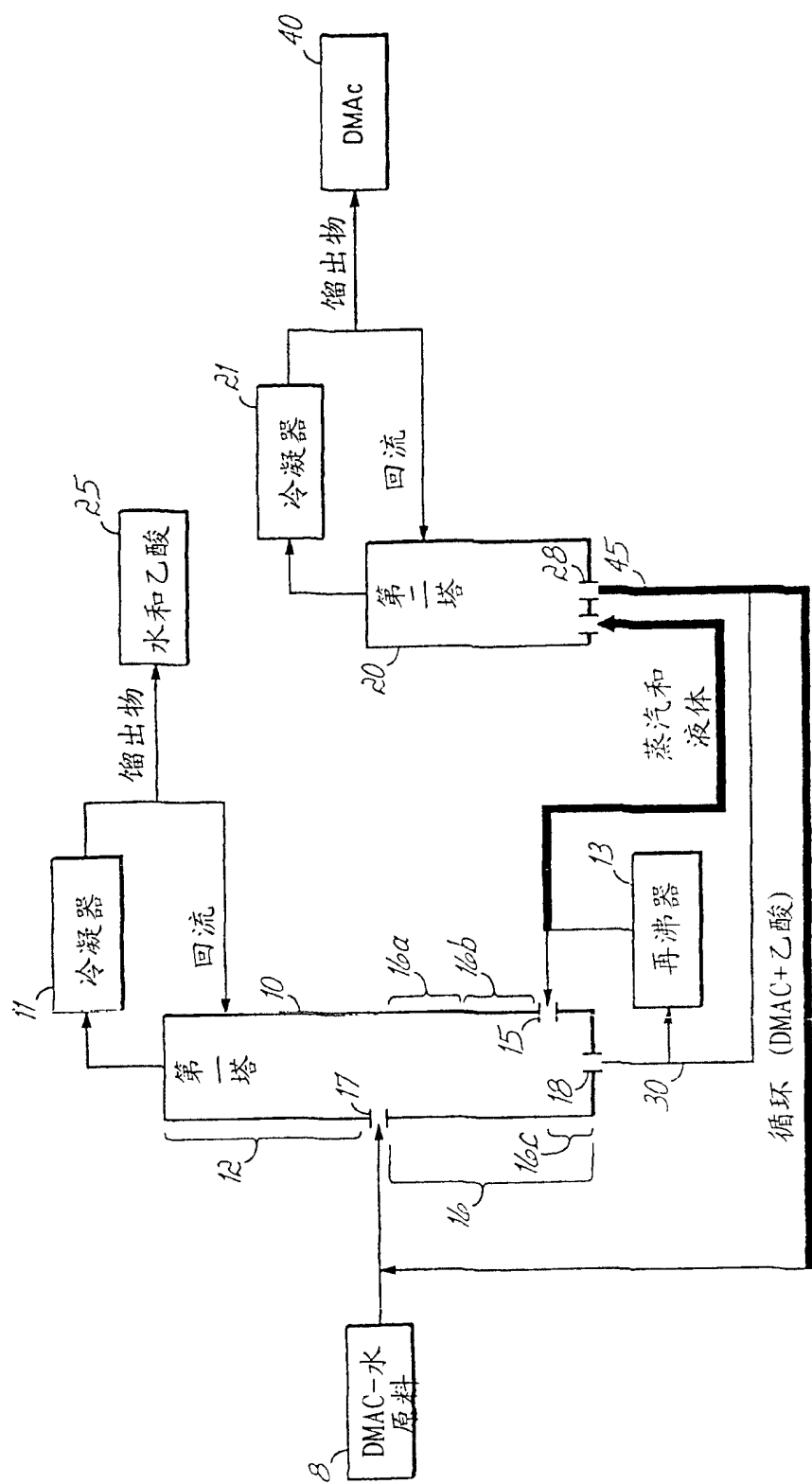


图 1M

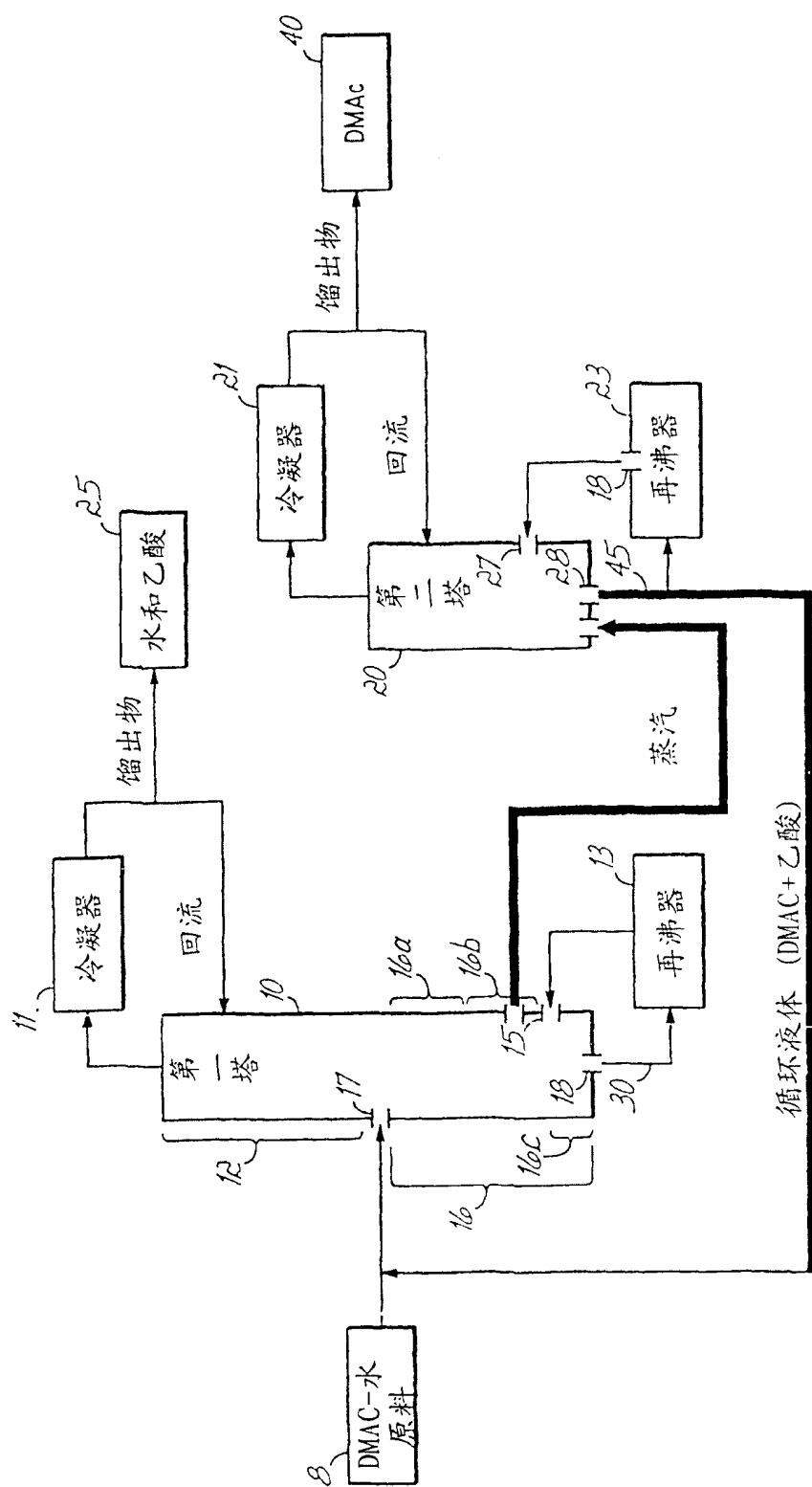


图 1N

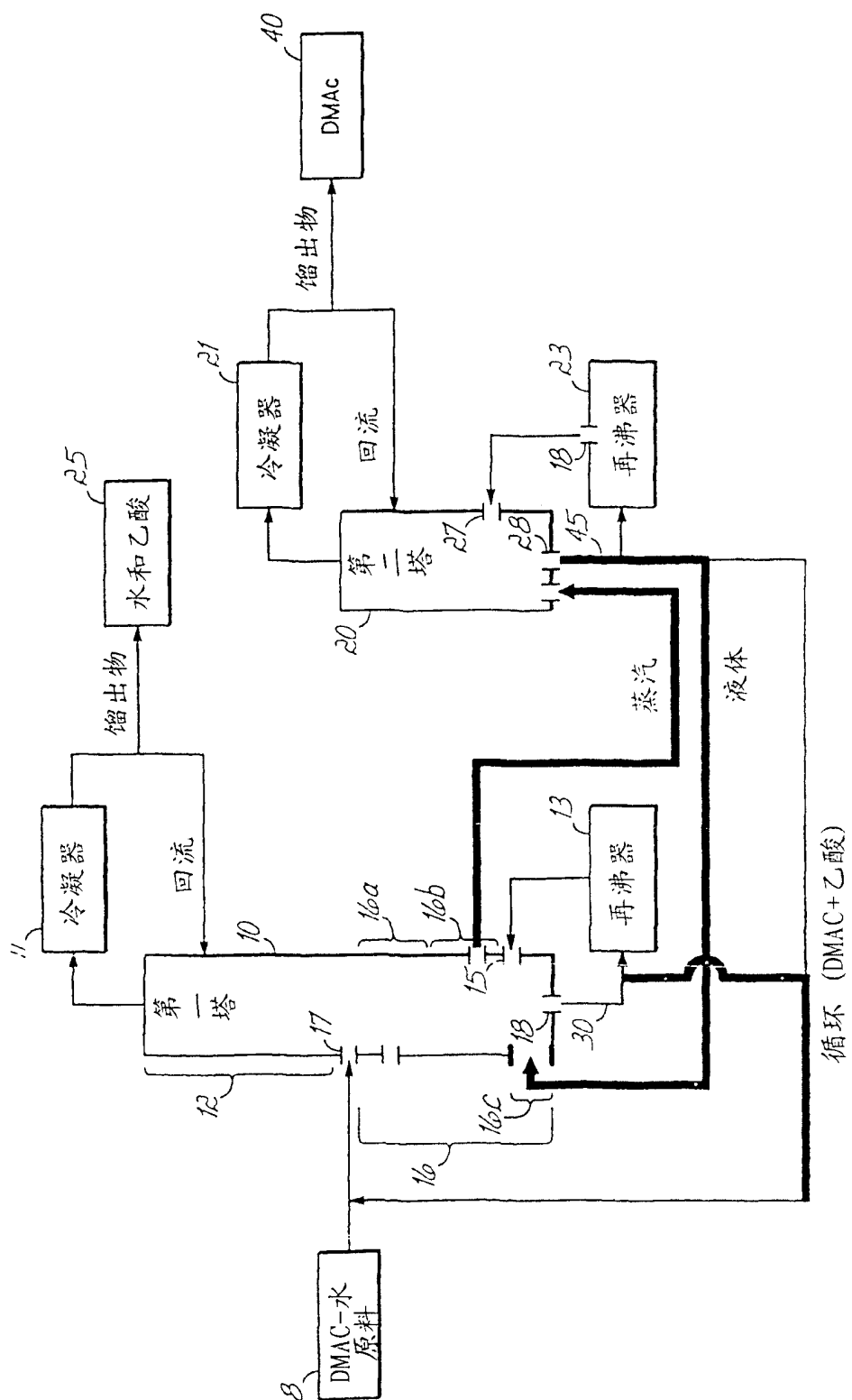


图 10

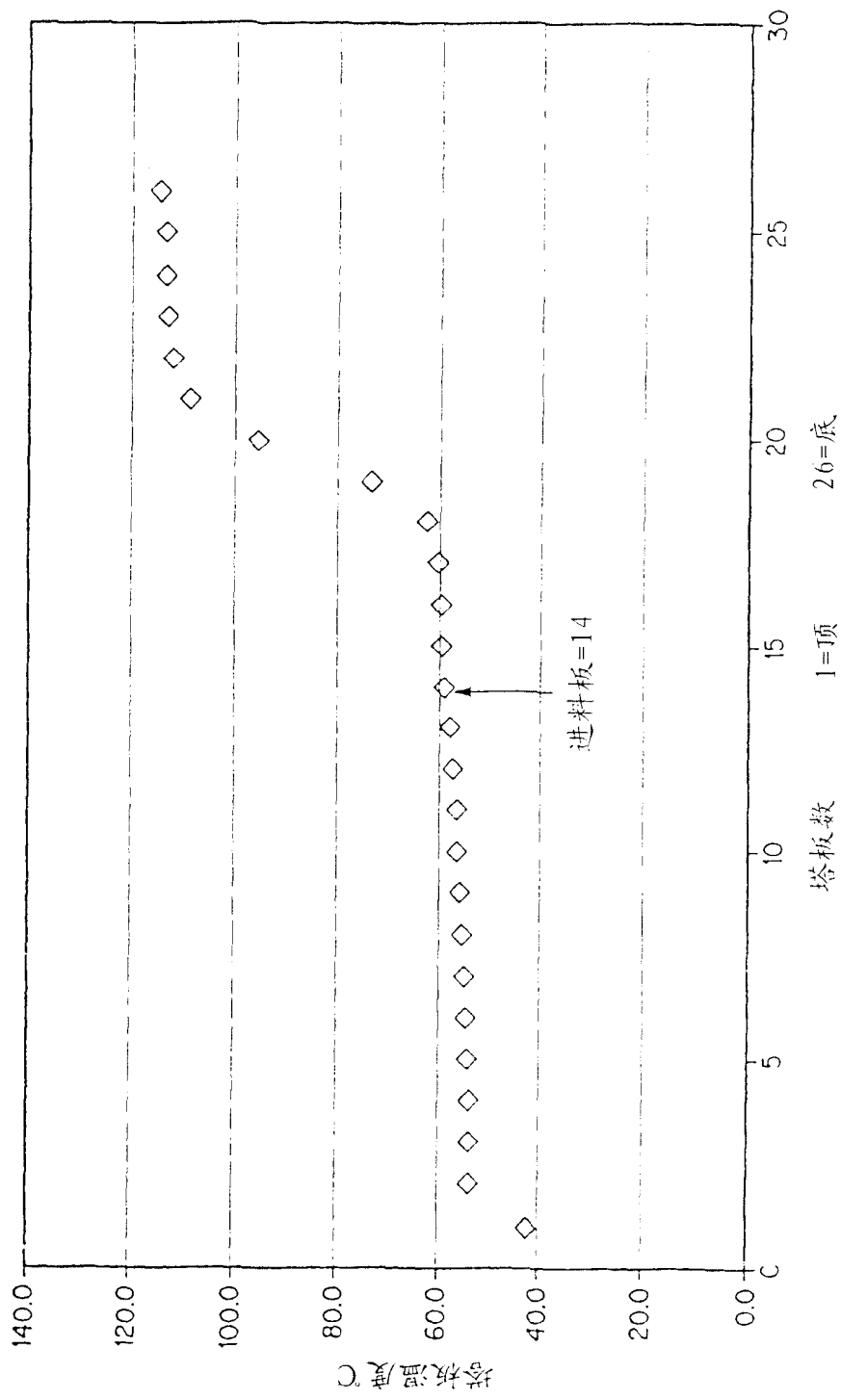


图 2