

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 980 375**

51 Int. Cl.:

C07C 29/128 (2006.01)

C07C 29/80 (2006.01)

C07C 33/025 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.09.2019** **PCT/EP2019/074486**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.03.2020** **WO20058119**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.09.2019** **E 19765751 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2024** **EP 3853195**

54 Título: **Procedimiento para recuperar 3-metil-but-3-en-1-ol de alta calidad**

30 Prioridad:

18.09.2018 EP 18194973

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

01.10.2024

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

KELLER, ANDREAS;
MINGES, ROLAND;
KAMASZ, MARTIN;
GRALLA, GABRIELE y
BRUNNER, BERNHARD

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 980 375 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para recuperar 3-metil-but-3-en-1-ol de alta calidad

5 **Campo de la Invención**

La invención ahora reivindicada se refiere a un procedimiento para la recuperación de 3-metil-3-buten-1-ol a partir de una corriente obtenida en la producción de 3-metil-3-buten-1-ol, a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído, tratando la corriente con un catalizador de amina.

10

Antecedentes de la Invención

3-metil-3-buten-1-ol como tal es útil como iniciador para la síntesis de superplastificante para hormigón de ácido policarboxílico. Además, 3-metil-3-buten-1-ol se puede isomerizar a alcohol isopentenílico, que se utiliza como materia prima principal para sintetizar un plaguicida probiótico, el benzoato de metil etilo. El 3-metil-3-buten-1-ol es también un material inicial para la fabricación de colorantes, productos farmacéuticos, plásticos y aromas y especialmente para producir citral.

15

La síntesis de 3-metil-3-buten-1-ol a partir de la reacción de 2-metilprop-1-eno y formaldehído se conoce por la bibliografía.

20

El documento GB 1.205.397 describe la reacción de 2-metilprop-1-eno con formaldehído en presencia de cloruro de estaño. Una desventaja de este método es que el 3-metil-3-buten-1-ol solo se obtiene con una selectividad de no más del 22 %.

25

El documento WO 02/051776 describe un método para preparar cualquier alcohol y, δ -insaturado, haciendo reaccionar una α -olefina con un aldehído en presencia de un fosfato como compuesto básico.

30

El documento US 2.335.027 describe un método para la síntesis térmica de 3-metil-3-buten-1-ol a partir de formaldehído e isobutileno.

La desventaja ampliamente conocida asociada con esta reacción es que la cantidad de producción secundaria de ácido fórmico reacciona con el 3-metil-3-buten-1-ol durante la reacción para formar formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo no deseado. Además, la contaminación de 3-metil-3-buten-1-ol con formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo deteriora la pureza, el rendimiento y la calidad de 3-metil-3-buten-1-ol.

35

Como método para resolver el problema antes mencionado, el documento US 9.868.681 describe un procedimiento para la preparación de 3-metil-3-buten-1-ol, mediante el cual se obtiene un líquido de reacción haciendo reaccionar 2-metilprop-1-eno con formaldehído en presencia de *terc.*-butanol. El líquido de reacción se agita con una solución alcalina acuosa para obtener una solución acuosa de pH 12,8. Como resultado, los subproductos ácido fórmico y éster de ácido fórmico se convierten en formiato y se eliminan. Además, el 3-metil-3-buten-1-ol se forma a partir del resto éster del éster del ácido fórmico.

40

Sin embargo, la síntesis tiene algunos inconvenientes.

45

En la reacción a alta presión del 2-metilprop-1-eno con formaldehído se forma entre 1 y 3 % del aldehído 3-metil-but-2-enal, que también es un producto valioso para el procedimiento del citral. Sin embargo, 3-metil-but-2-enal se descompone en condiciones de reacción de carácter básico y, posteriormente, la descomposición da como resultado rendimientos globales más bajos para 3-metil-3-buten-1-ol y 3-metil-but-2-enal.

50

El 3-metil-2-buten-1-ol es hasta cierto punto soluble en soluciones acuosas (90 g/l a 20 °C en agua pura) y, por lo tanto, también es soluble en la fase acuosa de NaOH. Para reducir las pérdidas de 3-metil-2-buten-1-ol en la fase inorgánica de NaOH son necesarias etapas de procedimiento adicionales para la re-extracción o destilación de 3-metil-2-buten-1-ol.

55

El documento US 9.868.681 también señala que las temperaturas durante el contacto del líquido de reacción con la solución acuosa alcalina deben ser de 10 °C a 90 °C. Sin embargo, en el caso de una aplicación industrial, esto requeriría una etapa extensa y tediosa de enfriar el líquido de reacción desde una temperatura de 330 ° a una temperatura de 90 °C. Otro desafío del procedimiento descrito en el documento US 9.868.681 es la eliminación de impurezas y efluentes portadores de Na en la fase orgánica a escala industrial.

60

Por consiguiente, un objeto de la invención ahora reivindicada es contrarrestar las desventajas descritas en la técnica anterior y cumplir los requisitos que surgen de la técnica anterior y proporcionar un procedimiento para la producción de 3-metil-3-buten-1-ol que sea fácil para su realización industrial, no genere cantidades apreciables de sales como subproductos y conduzca a rendimientos globales elevados de 3-metil-butenol-ol.

65

Sumario de la Invención

Sorprendentemente, se descubrió que se puede recuperar 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, agua y metanol en presencia de un catalizador de amina, de modo que se incrementa el rendimiento global del procedimiento para producir 3-metil-but-3-en-1-ol. La corriente se genera en la síntesis de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído.

Por lo tanto, la invención ahora reivindicada está dirigida, en un aspecto, a un procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente,

que comprende al menos las etapas de:

1. A) poner en contacto al menos un catalizador de amina con la corriente para obtener una corriente tratada;
2. B) someter la corriente tratada a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol; y
3. C) eliminar 3-metil-but-3-en-1-ol de la corriente tratada.

En una realización del procedimiento de la invención antes mencionado, la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, se obtiene mediante un método que comprende al menos las etapas de:

- a) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;
- b) separar la mezcla obtenida en la etapa a) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una solución acuosa que comprende agua y ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- c) someter la fase orgánica obtenida en la etapa b) a una temperatura en el intervalo de ≥ 120 °C a ≤ 160 °C para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- d) combinar la fase acuosa de la etapa b) y la fracción de punto de ebullición bajo de la etapa c) y someter las fases combinadas a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 105 °C para eliminar al menos el 70 % de agua de la cantidad total de agua para obtener una corriente drenada; y
- e) someter la corriente drenada de la etapa d) a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 100 °C, para obtener la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

En aún otro aspecto, la invención ahora reivindicada también está dirigida a un procedimiento para la producción de 3-metil-but-3-en-1-ol que comprende al menos la etapa de las etapas A), B), C) antes mencionadas y al menos las etapas de

- aa) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;
- bb) separar la mezcla obtenida en la etapa a) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una fase acuosa que comprende agua y ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- cc) someter la fase orgánica obtenida en la etapa bb) a una temperatura en el intervalo de ≥ 120 °C a ≤ 160 °C para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol; y
- dd) combinar 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido en la etapa cc) con 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido mediante el procedimiento de recuperación de acuerdo con la invención actualmente reivindicada para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol combinado.

Descripción Detallada de la Invención

En la presente memoria descriptiva, la expresión restrictiva con "siendo preferido" se puede seleccionar arbitrariamente, y se puede decir que es más preferida una combinación de expresiones restrictivas con "siendo preferido".

- 5 Los materiales iniciales utilizados en el procedimiento están disponibles comercialmente o pueden prepararse mediante métodos conocidos en la bibliografía.

Aunque la invención que ahora se reivindica se describirá con respecto a realizaciones particulares, esta descripción no debe interpretarse en un sentido limitante.

- 10 Antes de describir en detalle realizaciones ejemplares de la invención ahora reivindicada, se dan definiciones importantes para comprender la invención ahora reivindicada. Tal como se utiliza en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular de "un" y "una" también incluyen los respectivos plurales, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. En el contexto de la invención ahora reivindicada, la expresión "alrededor de" y el término "aproximadamente" designan un intervalo de precisión que un experto en la técnica entenderá que garantiza aún el efecto técnico de la característica en cuestión. El término indica típicamente una desviación del valor numérico indicado de $\pm 20\%$, preferiblemente $\pm 15\%$, más preferiblemente $\pm 10\%$, e incluso más preferiblemente $\pm 5\%$. Debe entenderse que la expresión "que comprende" no es limitante. A los efectos de la presente invención reivindicada, la expresión "que consiste en" se considera una realización preferida de la expresión "que comprende". Si en lo sucesivo se define un grupo que comprende al menos un determinado número de realizaciones, esto pretende abarcar también un grupo que preferiblemente consiste únicamente en estas realizaciones.

- 25 En el caso de los términos "primero", "segundo", "tercero" o "A)", "B)", "C)", AA), BB), CC), "(a)", "(b)", "(c)", "(d)", "i", "ii", etc. se refieren a etapas de un método o uso o ensayo; no existe coherencia de tiempo o intervalo de tiempo entre las etapas, es decir, las etapas se pueden llevar a cabo simultáneamente o puede haber intervalos de tiempo de segundos, minutos, horas, días, semanas, meses o incluso años entre dichas etapas, a menos que se indique lo contrario en la solicitud como se establece arriba más adelante en esta memoria. Debe entenderse que esta invención no se limita a la metodología, protocolos, reactivos, etc. particulares descritos en esta memoria, ya que pueden variar. También debe entenderse que la terminología utilizada en esta memoria tiene el propósito de describir realizaciones particulares únicamente y no pretende limitar el alcance de la invención actualmente reivindicada, que estará limitada únicamente por las reivindicaciones adjuntas. A menos que se defina lo contrario, todas las expresiones y los términos técnicos y científicos utilizados en esta memoria tienen los mismos significados que entiende comúnmente un experto ordinario en la técnica.

- 35 La invención ahora reivindicada está dirigida a un procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01\%$ en peso a $\leq 10\%$ en peso de agua y $\geq 50\%$ en peso a $\leq 70\%$ en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, que comprende al menos las etapas de:

- 40 1. A) poner en contacto al menos un catalizador de amina con la corriente para obtener una corriente tratada;
- 45 2. B) someter la corriente tratada a una temperatura en el intervalo de $\geq 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol; y
3. C) eliminar 3-metil-but-3-en-1-ol de la corriente tratada.

- 50 En una realización, la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01\%$ en peso a $\leq 10\%$ en peso de agua y $\geq 50\%$ en peso a $\leq 70\%$ en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, se proporciona mediante un método que comprende al menos las etapas de:

- a) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;
- 55 b) separar la mezcla obtenida en la etapa a) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una fase acuosa que comprende al menos agua y $\leq 10\%$ en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- 60 c) someter la fase orgánica obtenida en la etapa b) a una temperatura en el intervalo de $\geq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- 65 d) combinar la fase acuosa de la etapa b) y la fracción de punto de ebullición bajo de la etapa c) y someter las fases combinadas a una temperatura en el intervalo de $\geq 85\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ para eliminar al menos el 70% de agua de la cantidad total de agua para obtener una corriente drenada; y

e) someter la corriente drenada de la etapa d) a una temperatura en el intervalo de $\geq 85\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, para obtener la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01\text{ }\%$ en peso a $\leq 10\text{ }\%$ en peso de agua y $\geq 50\text{ }\%$ en peso a $\leq 70\text{ }\%$ en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

5 El formaldehído utilizado en la etapa a) se puede utilizar en forma gaseosa, en forma polimérica o en forma de una solución acuosa. Aunque se puede utilizar formaldehído tal cual, también se puede utilizar uno disuelto en un disolvente. Aunque el disolvente que disuelve el formaldehído en el mismo no está particularmente limitado, es preferiblemente agua desde el punto de vista de su fácil disponibilidad, es decir, se prefiere utilizar una solución acuosa de formaldehído (formalina). Además, desde el punto de vista de la eficiencia volumétrica, se prefiere que la
10 concentración de formaldehído sea mayor. Sin embargo, cuando la concentración de formaldehído es demasiado alta, se produce un problema de deposición que dificulta su manipulación. Por lo tanto, la concentración de la solución de formaldehído es preferentemente del 10 al 70 % en peso, más preferentemente del 30 al 60 % en peso, aún más preferentemente se utiliza una solución que contiene del 35 % en peso al 55 % en peso.

15 Todavía en otra realización, se prefiere formaldehído acuoso.

En una realización, se utiliza preferiblemente de 1,0 a 60,0 mol, más preferiblemente de 2,0 a 30,0 mol, aún más preferiblemente de 3,0 a 30,0 mol, lo más preferiblemente de 2,0 a 15,0 mol y, en particular, de 3,0 a 15,0 mol de 2-metilprop-1-eno a 1,0 mol.

20 En otra realización, la etapa a) se puede llevar a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. Preferiblemente, la etapa a) se lleva a cabo en ausencia de cualquier disolvente.

En aún otra realización, la etapa a) se puede llevar a cabo en presencia o ausencia de una amina.

25 En aún otra realización, la etapa a) se lleva a cabo, preferiblemente, en presencia de una amina. En aún otra realización, la amina se selecciona del grupo que consiste en trimetilamina, dimetilamina, trietilamina, dietilamina, triisopropilamina, diisopropilamina, 1-propilamina, butan-2-amina, metilpropan-2-amina, etano-1,2-diamina, urotropina, piperidina y piperidina. En aún otra realización, la amina se selecciona, preferiblemente, del grupo que consiste en urotropina, trietilamina y trimetilamina. Preferiblemente, la amina es urotropina.
30

En aún otra realización, la temperatura de reacción en la etapa a) está preferiblemente en el intervalo de $\geq 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ o de $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, más preferiblemente en el intervalo de $\geq 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ o de $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, aún más preferiblemente en el intervalo de $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $280\text{ }^{\circ}\text{C}$.

35 En aún otra realización, la presión de reacción en la etapa a) está preferiblemente en el intervalo de 30 bares a 300 bares, de ≥ 50 a ≤ 300 mbar o de ≥ 150 bares a ≤ 350 bares, más preferiblemente en el intervalo de 50 bares a 280 bares, aún más preferiblemente en el intervalo de 100 bares a 280 bares, lo más preferiblemente en el intervalo de 150 bares a 250 bares o de ≥ 200 bares a ≤ 270 bares.

40 En aún otra realización, la reacción de la etapa a) se lleva a cabo preferiblemente en modo discontinuo, modo semi-discontinuo o modo continuo. La etapa a) se lleva a cabo más preferiblemente en modo continuo.

45 Preferiblemente, una solución mixta que contiene el 2-metilprop-1-eno y la solución acuosa de formaldehído en relaciones predeterminadas se alimenta a un recipiente de reacción que se calienta a una temperatura predeterminada. La presión de reacción se regula y se mantiene a una presión predeterminada. Se deja que la solución mixta antes mencionada permanezca dentro del recipiente de reacción durante un tiempo predeterminado de aproximadamente 0,025 horas a aproximadamente 5,0 horas, preferiblemente de 0,05 horas a aproximadamente 2,0 horas, más preferiblemente durante aproximadamente 0,05 horas a aproximadamente 1,5 horas para obtener la
50 mezcla de reacción. La mezcla de reacción se enfría.

En aún otra realización, la mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo se obtiene a partir de la etapa a). Los condensados de la mezcla obtenida en la etapa a) consiste en dos fases, a saber, la fase orgánica superior y la fase acuosa inferior.

55 En aún otra realización, la mezcla obtenida en la etapa a) se separa en la etapa b) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, y una fase acuosa que comprende al menos agua y $\leq 10\text{ }\%$ en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol, basado en el peso total de una fase acuosa.

60 En aún otra realización, la fase orgánica obtenida en la etapa b) se somete a una temperatura en el intervalo de $\geq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol. En aún otra realización, la fracción de bajo punto de ebullición que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo obtenida en la etapa b) se somete a una temperatura en el intervalo de $\geq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ en una columna de destilación a la presión en el
65 intervalo de ≥ 50 a ≤ 300 mbar.

En otra realización, la fase acuosa obtenida en la etapa b) comprende al menos agua y ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol, basado en el peso total de una fase acuosa. En aún otra realización, la fase acuosa de la etapa b) se combina con la fracción de bajo punto de ebullición que comprende agua, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo de la etapa c).

En aún otra realización, la fase combinada se somete a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 105 °C para eliminar al menos el 70 % de agua de la cantidad total de agua para obtener la corriente drenada.

En aún otra realización, la corriente drenada de la etapa d) se somete a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 100 °C, para obtener una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, preferiblemente de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua; preferiblemente de ≥ 3 % en peso a ≤ 8 % en peso de agua y de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, preferiblemente ≥ 55 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

En aún otra realización, la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, comprende, además, amina residual, es decir, la al menos una amina es una amina residual que se utiliza para la síntesis de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído.

En una realización, la invención ahora reivindicada proporciona un procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente,

que comprende al menos las etapas de:

1. A) poner en contacto al menos un catalizador de amina con la corriente para obtener una corriente tratada;
2. B) someter la corriente tratada a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol; y
3. C) eliminar 3-metil-but-3-en-1-ol de la corriente tratada.

En otra realización, la corriente comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ol en una cantidad en el intervalo de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso, basado en el peso total de la corriente.

En aún otra realización, la corriente comprende 3-metil-but-3-en-1-ol en una cantidad en el intervalo de $\geq 0,001$ % en peso a ≤ 10 % en peso, basado en el peso total de la corriente. En aún otra realización, la corriente comprende la al menos una amina residual que se utiliza para la síntesis de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído.

En aún otra realización, la corriente comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ol, preferiblemente de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua, preferiblemente ≥ 3 % en peso a ≤ 8 % en peso de agua; y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

En aún otra realización, la corriente comprende de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua, de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, de $\geq 0,001$ % en peso a ≤ 1 % en peso de ácido fórmico, de ≥ 0 % en peso a ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol y $< 0,5$ % en peso de 3-metil-but-2-enal, en donde la cantidad de % en peso se basa en el peso total de la corriente y suma 100 % en peso.

En aún otra realización, la corriente comprende de ≥ 5 % en peso a ≤ 25 % en peso de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua, de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, de $\geq 0,001$ % en peso a ≤ 1 % en peso de ácido fórmico, de $\geq 0,001$ % en peso a ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol y la al menos una amina residual que se utiliza para la síntesis de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído, en donde la cantidad de % en peso se basa en el peso total de la corriente y suma hasta 100 % en peso.

En una realización, el al menos un catalizador de amina se pone en contacto en la etapa A) con la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, para obtener una corriente tratada.

En otra realización, el al menos un catalizador de amina se pone en contacto en la etapa A) con la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, preferiblemente de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo; de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua, preferiblemente de ≥ 3 % en peso a ≤ 8 % en

peso de agua; y de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, preferiblemente de ≥ 55 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol; cada uno basado en el peso total de la corriente.

En otra realización, el al menos un catalizador de amina se pone en contacto en la etapa A) con la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, preferiblemente de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso de . formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo; de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua, preferiblemente de ≥ 3 % en peso a ≤ 8 % en peso de agua; y de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, preferiblemente de ≥ 55 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol; y la al menos una amina residual que se utiliza para la síntesis de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de 2-metilprop-1-eno y formaldehído, cada uno basado en el peso total de la corriente.

En una realización, el al menos un catalizador de amina se pone en contacto con la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, en una columna de destilación. En otra realización, no se añade metanol adicional a la corriente que comprende formiato de 3-metilbut-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, en una columna de destilación.

El al menos un catalizador de amina se añade a la corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, de modo que el pH de la corriente tratada esté en el intervalo de pH 7,0 a 9,5; preferiblemente en el intervalo de pH de 7,5 a 9,5; más preferiblemente en el intervalo de pH de 7,5 a 9,0, aún más preferiblemente en el intervalo de pH de 8,0 a 9,5; aún más preferiblemente, en el intervalo de pH de 8,0 a 9,0; lo más preferiblemente, en el intervalo de pH de 8,5 a 9,0, lo más preferiblemente en el intervalo de pH de 8,5 a 9,0; en particular en el intervalo de pH de 8,5 a 9,5.

En aún otra realización, el punto de ebullición del al menos un catalizador de amina está en el intervalo de ≥ 2 °C a ≤ 130 °C.

En otra realización, el al menos un catalizador de amina de la etapa A) se selecciona del grupo que consiste en trimetilamina, dimetilamina, trietilamina, dietilamina, triisopropilamina, diisopropilamina, 1-propilamina, butan-2-amina, metilpropan-2-amina, etano-1,2-diamina, piridina y piperidina. Preferiblemente, la al menos una amina es trimetilamina o trietilamina.

En otra realización, el al menos un catalizador de amina está presente en una cantidad en el intervalo de $\geq 0,001$ a $\leq 5,0$ % en peso, basado en el peso total de la corriente, preferiblemente de $\geq 0,01$ a $\leq 4,0$ % en peso, más preferiblemente de $\geq 0,05$ a $\leq 4,0$ % en peso, incluso más preferiblemente de $\geq 0,1$ a $\leq 4,0$ % en peso, aún más preferiblemente de $\geq 0,5$ a $\leq 4,0$ % en peso, lo más preferiblemente de $\geq 1,0$ a $\leq 4,0$ % en peso, basado en el peso total de la corriente.

En una realización, la corriente tratada de la etapa A) se somete a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C, preferiblemente en el intervalo de ≥ 60 °C a ≤ 110 °C. En otra realización, la corriente tratada de la etapa A) se somete a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C en una columna de destilación para obtener al menos el 3-metil-but-3-en-1-ol. El 3-metil-but-3-en-1-ol, así obtenido, se elimina mediante extracción lateral de una columna de destilación.

En otra realización, la corriente tratada de la etapa A) se somete a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C en una columna de destilación para obtener, además, al menos formiato de metilo, metanol y al menos una amina. El al menos formiato de metilo, metanol y la al menos una amina se eliminan con el destilado, es decir, con la corriente de cabeza de la columna de destilación.

En una realización, el procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, de $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y de ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, se realiza en una destilación reactiva.

En una realización, las etapas A) a C) del procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, se realiza en una destilación reactiva.

En aún otra realización, las etapas A) a C) se llevan a cabo preferiblemente en un modo discontinuo, modo semi-discontinuo y modo continuo. Las etapas A) a C) se llevan a cabo más preferiblemente en un modo continuo.

En aún otra realización, el procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, es un procedimiento continuo.

En aún otra realización, las etapas A) a C) se llevan a cabo simultáneamente.

En otra realización, las etapas A), B) y C) se realizan de forma continua en una destilación reactiva mediante la eliminación de 3-metil-but-3-en-1-ol a través de la extracción lateral de una columna de destilación y la eliminación de formiato de metilo, metanol y al menos una amina con el destilado, es decir, la corriente de cabeza de la columna de destilación.

En otra realización, la reacción del formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo con metanol en presencia de al menos un catalizador de amina se realiza a una temperatura en el intervalo de $\geq 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ en una destilación reactiva. El al menos un catalizador de amina actúa como un catalizador de transesterificación. En el procedimiento, el formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo se convierte en 3-metil-but-3-en-1-ol y, al mismo tiempo, el metanol se convierte en formiato de metilo.

En otra realización, el formiato de metilo se separa fácilmente de la mezcla de reacción con el destilado, es decir, de la corriente de cabeza de la columna de destilación.

En una realización, la invención ahora reivindicada también proporciona un procedimiento para la producción de 3-metil-but-3-en-1-ol que comprende al menos las etapas de:

aa) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, ácido fórmico, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;

bb) separar la mezcla obtenida en la etapa aa) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una fase acuosa que comprende agua y $\leq 10\%$ en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol;

cc) someter la fase orgánica obtenida en la etapa bb) a una temperatura en el intervalo de $\geq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol; y

dd) combinar 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido en la etapa cc) con 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido mediante el procedimiento de recuperación de acuerdo con la invención actualmente reivindicada para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol combinado.

El 3-metil-but-3-en-1-ol recuperado en la etapa C) se combina con el 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido en la etapa cc). El 3-metil-but-3-en-1-ol combinado se somete a un método de purificación para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol combinado purificado.

En otra realización, el método de purificación se selecciona de filtración, evaporación, destilación y cromatografía, preferiblemente el método de purificación es destilación.

En aún otra realización, la destilación para la purificación del 3-metil-but-3-en-1-ol combinado se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de $\geq 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $\leq 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol purificado.

En aún realización, el 3-metil-but-3-en-1-ol purificado tiene una pureza de $\geq 98,0\%$ en peso.

Habiendo descrito la invención, se puede obtener una mayor comprensión haciendo referencia a determinados ejemplos específicos que se proporcionan en esta memoria únicamente con fines ilustrativos. Los ejemplos no pretenden ser limitantes a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplos

El análisis por cromatografía de gases en cada uno de los Ejemplos se realizó en las siguientes condiciones.

Aparato: Agilent 7890B

Columna utilizada: DB Wax 30 m, diámetro interior 0,32 mm, espesor de película 0,25 μm

Condiciones de análisis: $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 minutos de isoterma - velocidad de calentamiento $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ a $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $230\text{ }^{\circ}\text{C}$, 30 minutos de isoterma

Ejemplo 1

Se colocaron en un autoclave 2-metilprop-1-eno (2053 g), formaldehído acuoso (200 g; 50% en peso) y 1,4 g de urotropina. El autoclave se cerró herméticamente, se agitó y se calentó a $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ y de este modo la presión interna aumentó a 100 bares. El autoclave se presurizó con nitrógeno a 250 bares. La mezcla de reacción se agitó a $270\text{ }^{\circ}\text{C}$

y 250 bares durante 1 h. La mezcla de reacción se enfrió a 25 °C y se liberó la presión. El 2-metilprop-1-eno se recogió y recicló. La mezcla de reacción líquida se pesó y analizó.

Fase superior orgánica: 370 g

69 % = 255 g	3-metil-but-3-en-1-ol
0,9 % = 3,3 g	formaldehído
20,8 % = 77 g	agua
2 % = 7,4 g	metanol
1,1 % = 4,1 g	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo
1,2 % = 4,4	3-metil-but-2-enal
5 % = 5,5 g	subproductos

Fase inferior acuosa: 29 g

8 % = 2,3 g	3-metil-but-3-en-1-ol
4 % = 1,16 g	metanol
2 % = 0,56 g	subproductos
86 % = 24,9 g	agua

Método general para la purificación de 3-metil-but-3-en-1-ol

Destilación 1: Se hizo uso de una columna de destilación continua y la fase superior orgánica de la reacción se destiló a una presión de 1013 mbar con una temperatura del sumidero de ≤ 135 °C y una temperatura de cabeza de ≤ 101 °C. La relación de reflujo para la corriente de destilado se ajustó a 5: 1.

Agua, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, metanol y otros productos de bajo punto de ebullición se eliminaron con la corriente de cabeza del destilado.

Destilación 2: La corriente del sumidero de la destilación 1 con 3-metil-but-3-en-1-ol, 3-metil-but-2-enal y productos secundarios se purificó en una columna de destilación 2 para obtener $\geq 98,0$ % de 3-metil-but-3-en-1-ol y $\leq 1,5$ % de 3-metil-but-2-enal.

Destilación 3: La corriente de cabeza de agua, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, metanol y otros productos de bajo punto de ebullición se combinaron con la fase inferior acuosa de la reacción y la mezcla de dos fases se alimentó a la columna de destilación 3.

La columna de destilación se hizo funcionar a una presión de 1023 mbar con una temperatura del sumidero de 100 °C y una relación de reflujo de 25:1. La temperatura en la sección de extracción de la columna se mantuvo entre 95 °C y 100 °C. Los componentes orgánicos (incluyendo metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, 3-metil-but-3-en-1-ol) se agotaron y las aguas residuales con un contenido de < 1 % de compuestos orgánicos se eliminaron del sumidero de la columna.

La temperatura en la sección de rectificación de la columna se mantuvo entre 80 °C y 95 °C y se agotó el agua para obtener una corriente de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

Una corriente de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, se transesterificó en presencia de un catalizador de amina como se ilustra en las Tablas 2-5. Las reacciones se realizaron en un matraz de 250 ml, equipado con un agitador, un tubo de inyección de gas para extracción de nitrógeno y una columna de destilación. La reacción se calentó con un baño de aceite externo. El progreso de la reacción se siguió mediante cromatografía de gases, el valor del pH se controló y monitorizó con un electrodo de pH.

El 3-metil-but-3-en-1-ol recuperado se envió a la columna de destilación 1.

Tabla 2: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol sin la eliminación de formiato de metilo

Temperatura: 50 °C							
Catalizador de amina: Trimetilamina, 1 % en peso							
Muestra inicial: 6,2 % en peso de agua, 69,47 % en peso de metanol, 12,1 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 3,62 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.							
Masa de reacción inicial: 90 g							
pH: 9,0							
tiempo de reacción (minutos)	de agua (%)	contenido de agua (%) en peso	masa de reacción (g)	de metanol en peso (%)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% de área)	3-Metil-but-3-en-1-ol (% en peso)	
10	6,2			69,71	10,03	4,8	
20	n. d.			68,59	8,61	5,51	
30	n. d.			71,07	7,36	6,33	
40	n. d.			70,14	6,56	6,78	
50	n. d.			66,74	5,69	7,12	
60	6,2		89	69,70	4,65	7,79	

Tabla 3: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol con la eliminación continua de formiato de metilo

Temperatura: 50 °C							
Catalizador de amina: Trimetilamina, 1 % en peso							
Operación: extracción de nitrógeno (1 l/h) Muestra inicial: 6,78 % en peso de agua, 68,93 % en peso de metanol, 6,14 % de área de formiato de metilo, 10,43 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 4,60 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.							
Masa de reacción inicial: 96 g							
pH: 9,5							
tiempo de reacción (minutos)	de agua (%)	contenido de agua (%) en peso	masa de reacción (g)	de formiato de metilo (% de área)	de metanol en peso (%)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% área)	3-Metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
10	6,78			3,54	70,64	8,03	6,92
20	n. d.			2,43	75,42	5,64	8,92
30	n. d.			1,95	73,40	4,69	9,60
40	n. d.			0,39	75,65	3,04	10,90
50	n. d.			0,68	76,50	2,15	11,83
60	n. d.			0,51	77,43	1,60	12,51
150	0,1		65	0,0	71,56	0,0	16,04

5

Tabla 4: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol con la eliminación continua de formiato de metilo

Temperatura: 60 °C							
Catalizador de amina: Trimetilamina, 3 % en peso							
Muestra inicial: 5,90 % en peso de agua, 66,89 % en peso de metanol, 6,28 % de área de formiato de metilo, 8,47 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 5,49 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.							
Masa de reacción inicial: 73 g							
pH: 8,7-9							
tiempo de reacción (minutos)	de agua (%)	contenido de agua (%) en peso	masa de reacción (g)	de formiato de metilo (% de área)	de metanol en peso (%)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% área)	3-Metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
15	n. d.			6,28	66,27	4,76	7,56
30	n. d.			5,99	78,69	3,71	9,71
45	n. d.			5,92	67,06	3,03	8,60

Temperatura: 60 °C							
Catalizador de amina: Trimetilamina, 3 % en peso							
Muestra inicial: 5,90 % en peso de agua, 66,89 % en peso de metanol, 6,28 % de área de formiato de metilo, 8,47 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 5,49 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.							
Masa de reacción inicial: 73 g							
pH: 8,7-9							
tiempo de reacción (minutos)	de	contenido de agua (% en peso)	masa de reacción (g)	de formiato de metilo (% de área)	de metanol (% en peso)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% área)	3-Metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
60		n. d.		5,74	66,54	2,21	9,10
120		5,80	59	5,6	67,08	0,84	9,96

Ejemplos fuera del alcance de la invención actualmente reivindicada

Tabla 5: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol con la eliminación continua de formiato de metilo en ausencia de catalizador de amina

5

Temperatura: 60 °C							
Muestra inicial: 4,80 % en peso de agua, 56,72 % en peso de metanol, 4,31 % de área de formiato de metilo, 14,33 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 5,49 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.							
Masa de reacción inicial: 209,0 g							
pH: 9,1							
tiempo de reacción minutos	de	contenido de agua (% en peso)	masa de reacción (g)	de formiato de metilo (% de área)	de metanol (% en peso)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% área)	3-metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
15		n. d.		3,26	57,23	10,44	8,68
30		n. d.		2,49	58,15	10,05	9,91
45		n. d.		1,94	58,40	9,35	11,31
60		n. d.		1,67	58,55	8,93	12,22
150		5,90	156,5	1,17	58,50	6,68	15,22
Durante la noche		5,90		1,59	58,19	4,14	17,58

Tabla 6: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol en ausencia de catalizador de amina

Temperatura: 20 °C						
Muestra inicial: 4,20 % en peso de agua, 57,00 % de área de metanol, 16,70 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 0,97 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.						
Masa de reacción inicial: 100 g						
pH: 8,5						
tiempo de reacción (h)	de	contenido de agua (% en peso)	de metanol (% de área)	de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% de área)	de 3-metil-but-3-en-1-ol (% en peso)	de 3-metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
3,0		n. d.	57,0	16,40		1,97
5,50		n. d.	59,0	15,10		2,71
26,50		4,2	57,0	11,20		6,5

10

Tabla 7: Procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol en presencia de ácido - No se observó transesterificación, es decir, no se observó formación de 3-metil-but-3-en-1-ol en medios ácidos.

Temperatura: 20 °C				
Ácido: Ácido fórmico				
Muestra inicial: 5,01 % en peso de agua, 69,90 % en peso de metanol, 6,40 % de área de formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y 10,65 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol.				
Masa de reacción inicial: 100 g				
pH inicial: 8,14, el valor del pH de varias muestras se ajustó mediante la adición de ácido fórmico.				
Las muestras se agitaron durante 72 h.				
	Valor del pH	metanol (% en peso)	formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo (% de área)	3-metil-but-3-en-1-ol (% en peso)
Muestra 1 adición de ácido fórmico: 0,09 g	6,82	71,9	6,6	5,57
Muestra 2 adición de ácido fórmico: 0,18 g	5,9	71,1	6,63	5,53
Muestra 3 adición de ácido fórmico: 0,65 g	5,0	70,6	6,64	5,5
Muestra 4 adición de ácido fórmico: 1,64 g	4,5	69,5	6,64	5,44
Muestra 5 adición de ácido fórmico: 2,91 g	4,1	70,6	6,61	5,65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la recuperación de 3-metil-but-3-en-1-ol a partir de una corriente que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente, que comprende al menos las etapas de:

- A) poner en contacto al menos un catalizador de amina con la corriente para obtener una corriente tratada;
- B) someter la corriente tratada a una temperatura en el intervalo de ≥ 40 °C a ≤ 120 °C para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol; y
- C) eliminar 3-metil-but-3-en-1-ol de la corriente tratada.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el procedimiento es un procedimiento continuo.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que las etapas A) a C) se llevan a cabo simultáneamente.

4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ol en una cantidad en el intervalo de ≥ 1 % en peso a ≤ 25 % en peso, basado en el peso total de la corriente.

5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el formiato de metilo se elimina continuamente de la corriente tratada de la etapa B).

6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente comprende 3-metil-but-3-en-1-ol en una cantidad en el intervalo de $\geq 0,001$ % en peso a ≤ 10 % en peso, basado en el peso total de la corriente.

7. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el punto de ebullición del al menos un catalizador de amina está en el intervalo de ≥ 2 °C a ≤ 130 °C.

8. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el al menos un catalizador de amina se selecciona del grupo que consiste en trimetilamina, dimetilamina, trietilamina, dietilamina, triisopropilamina, diisopropilamina, 1-propilamina, butan-2-amina, metilpropan-2-amina, etano-1,2-diamina, piridina y piperidina.

9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el al menos un catalizador de amina es trimetilamina o trietilamina.

10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el al menos un catalizador de amina está presente en una cantidad en el intervalo de $\geq 0,001$ a $\leq 5,0$ % en peso, basado en el peso total de la corriente.

11. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el pH de la corriente tratada está en el intervalo de pH 7,0 a 9,5.

12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la corriente de la reivindicación 1 se obtiene mediante un método que comprende al menos las etapas de:

- a) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol, agua y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;
- b) separar la mezcla obtenida en la etapa a) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una solución acuosa que comprende agua y ≤ 10 % en peso de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- c) someter la fase orgánica obtenida en la etapa b) a una temperatura en el intervalo de ≥ 120 °C a ≤ 160 °C para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol, formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol;
- d) combinar la fase acuosa de la etapa b) y la fracción de punto de ebullición bajo de la etapa c) y someter las fases combinadas a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 105 °C para eliminar al menos el 70 % de agua de la cantidad total de agua para obtener una corriente drenada; y
- e) someter la corriente drenada de la etapa d) a una temperatura en el intervalo de ≥ 85 °C a ≤ 100 °C, para obtener la corriente de la reivindicación 1 que comprende formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo, $\geq 0,01$ % en peso a ≤ 10 % en peso de agua y ≥ 50 % en peso a ≤ 70 % en peso de metanol, cada uno basado en el peso total de la corriente.

13. Un procedimiento para la producción de 3-metil-but-3-en-1-ol que comprende las etapas A), B) y C) de la reivindicación 1 y al menos las etapas de

aa) hacer reaccionar 2-metilprop-1-eno y formaldehído para obtener una mezcla que comprende 3-metil-but-3-en-1-ol, ácido fórmico, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo;
 bb) separar la mezcla obtenida en la etapa aa) en una fase orgánica que comprende al menos 3-metil-but-3-en-1-ol, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo y una fase acuosa;
 5 cc) someter la fase orgánica obtenida en la etapa bb) a una temperatura en el intervalo de ≥ 120 °C a ≤ 160 °C para separar una fracción de punto de ebullición bajo que comprende agua, metanol y formiato de 3-metil-but-3-en-1-ilo a partir de 3-metil-but-3-en-1-ol; y
 dd) combinar 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido en la etapa cc) con 3-metil-but-3-en-1-ol obtenido mediante el
 10 procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol combinado.

14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, que comprende, además, la etapa ee) de someter el 3-metil-but-3-en-1-ol combinado a un método de purificación para obtener 3-metil-but-3-en-1-ol combinado purificado.

15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el método de purificación es la destilación.

16. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14 o 15, en el que el 3-metil-but-3-en-1-ol combinado purificado tiene una pureza $\geq 98,0$ % en peso.