

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 531**

51 Int. Cl.:

**C07C 13/04** (2006.01)

**C07C 215/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.12.2011 E 11802354 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015 EP 2651861**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de una N,N-dialquil-etanolamina con elevada estabilidad de color**

30 Prioridad:

**17.12.2010 EP 10195662**

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

**26.05.2015**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**PAPE, FRANK-FRIEDRICH;  
MELDER, JOHANN-PETER;  
KRAUSE, ALFRED;  
BOU CHEDID, ROLAND y  
RUDLOFF, MARTIN**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 536 531 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 la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina con elevada estabilidad de color

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina con elevada estabilidad de color.

5 Las *N,N*-dialquil-etanolaminas son productos intermedios importantes para la industria química y farmacéutica. La dimetiletanolamina se aplica, por ejemplo, en forma de sales, jabones, éteres y ésteres como emulsionante y sustancia con actividad superficial y como catalizador en la química de poliuretanos en los más diversos campos. En la industria farmacéutica se emplea para la síntesis de principios activos (tranquilizantes, antihistamínicos y analgésicos). En la mayoría de las aplicaciones no se desean decoloraciones en las *N,N*-dialquil-etanolaminas, tales como dimetiletanolamina.

10 La adición de casi todas las aminas a óxido de etileno (OE) se acelera considerablemente, al igual que la del amoniaco, mediante adición de agua. De este modo, para la reacción de OE con dimetilamina (DMA) es necesario un calentamiento durante varias horas a 150 °C, por el contrario, la reacción se produce ya en frío cuando se usa una solución acuosa de DMA. Un efecto similar al del agua también lo tienen los alcoholes tales como metanol o etanol (Houben Weyl, Methoden der organischen Chemie, tomo 11/1, 1957, página 311 y siguientes).

15 Es sabido que las alcanolaminas continúan reaccionando mediante etoxilación del grupo hidroxilo hasta dar productos de mayor etoxilación. Esta reacción posterior se puede reprimir sustancialmente mediante el empleo de un exceso de amina (de 1,1 : 1 a 4 : 1) (documentos DE 23 57 076 A, DD 203 534 A (VEB Synthesewerk Schwarzheide), US 2.337.004 A, US 2.373.199 A).

20 Además, es sabido que las aminas terciarias, tales como, por ejemplo, dimetiletanolamina (DMEOA), tanto en ausencia como en presencia de agua por debajo de 80 °C reaccionan con oxiranos hasta dar compuestos de amonio cuaternario térmicamente lábiles que se descomponen más o menos rápidamente por encima de 90 °C (E. Tobler y col., Helv. Chim Acta 52, 1969, página 408-418). La formación de estas bases es desventajosa desde varios puntos de vista:

25 1) La fijación de OE en las bases cuaternarias conduce a mermas de la selectividad.  
2) A causa de su elevada basicidad, las bases cuaternarias catalizan la formación de compuestos de mayor etoxilación. La dodecilamina añade por ejemplo por encima de 200 °C (→ ninguna base cuaternaria existente) 2 moles de OE y por encima de 90 °C (→ existentes bases cuaternarias) 10 moles de OE hasta dar compuestos de mayor etoxilación (H. L. Sanders y col., J. Am. Oil Chemists' Soc. 46, página 167 - 170). En total, la consecuencia son mermas de la selectividad.  
30 3) Se supone que la formación indeseada de decoloraciones en DMEOA se basa en mecanismos complicados de descomposición (E. Tobler y col., Helv. Chim. Acta 52, 1969, página 408 - 418) de estos compuestos de amonio cuaternario hasta dar compuestos insaturados volátiles que entonces polimerizan (documento DD 203 534 A).

35 Lo siguiente es estado de la técnica en relación con la preparación de dialquiletanolaminas con estabilidad de color. Procedimientos catalizados con agua con tratamiento especial:

Documento EP 70 978 A (Pennwalt Corp.): reacción continua de exceso de DMA (2,2 equiv.) con OE en presencia de agua (0,2-0,5 equiv.) a 150 °C; tratamiento destilativo mediante adición de cantidades definidas de borhidruro sódico.

40 Documento US 3.131.132 A (Jefferson Chem. Comp., Inc.): reacción discontinua de exceso de DMA (1-2 equiv.) con OE en presencia de agua (3-15 equiv.) a 50 - 100 °C; tratamiento destilativo (19 kPa (190 mbar)) después de ajustar el valor de pH a 11,5 mediante adición de ácido.

45 Documento JP 01160947 A (Mitsubishi Gas Chem. Co., Inc.): síntesis catalizada con agua de DMEOA; tratamiento mediante separación destilativa de compuestos de elevado punto de ebullición (10 kPa (100 mbar)); hidrogenación del destilado en Ru/C; destilación pura a 10 kPa (100 mbar).

En estos procedimientos son desventajosos los costes adicionales de sustancias y energía debido al tratamiento posterior.

50 El documento US 2004/0068143 desvela un procedimiento para la preparación de *N,N*-dietiletanolamina mediante reacción continua de dietilamina y óxido de etileno en presencia de agua (véase el Ejemplo 36). La temperatura de la reacción se encuentra en el intervalo de 86-95 °C (359-368 K) y el tiempo de permanencia (TP) promedio asciende a aproximadamente a 7 min. La temperatura del fondo se encuentra en 102 °C (375 K).

Variantes especiales de tratamiento o tratamiento posterior:

Documento JP 61186349 A (Daicel Chem. Ind., Ltd.): tratamiento destilativo (20 kPa (200 mbar)) de DMEOA en bruto con adición de urea.

Documento JP 57021351 A (Mitsubishi Gas Chem. Co., Inc.): hidrogenación de DMEOA en bruto en Ru/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Documento EP 28 555 A1 (PCUK Produits Chim. Ugine Kuhlmann): hidrogenación de DMEOA en bruto en níquel Raney.

5 Documento DE 30 40 732 A1 (PCUK Produits Chim. Ugine Kuhlmann): purificación de DMEOA mediante el tratamiento posterior con sales de amonio.

Documento US 6.774.264 B2 (Air Prod. and Chem., Inc.): hidrogenación de DMEOA en bruto en Pd/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

En estos procedimientos son desventajosos también aquí los costes adicionales de sustancias y energía debido al tratamiento posterior.

Procedimientos sin agua (T < 200 °C):

10 Documento JP 01157938 A (Mitsubishi Gas Chem. Co., Inc.): procedimiento continuo a 150 °C/2,1 MPa (21 bar); devolución de cantidades definidas de la descarga de la reacción al reactor (autocatálisis).

Documento DE 23 57 076 A1 (BASF AG): procedimiento continuo; devolución de cantidades definidas (cantidad de 0,01-0,5 veces en relación con OE más DMA) de la descarga del reactor (autocatálisis). Productos con estabilidad de color con reacciones < 160 °C.

15 Procedimientos con aditivos estabilizantes:

Documento US 3.567.779 A (Jefferson Chem. Comp., Inc.): inhibición de la decoloración mediante adición de mono- o dietanolamina a DMEOA.

Es desventajoso que los aditivos estabilizantes son indeseados para muchas aplicaciones de *N,N*-dialquiletanolaminas, tales como DMEOA.

20 Procedimientos catalizados con agua sin tratamiento posterior:

Documento DD 203 534 A: reacción de exceso de DMA (1,1-3,5 : 1) con OE en presencia de cantidades catalíticas de agua (0,02-0,15 equiv.) en condiciones de reacción muy poco rigurosas (50-90 °C); tratamiento destilativo con temperatura de burbuja máxima de 90 °C.

25 Es desventajoso que la reducción de la temperatura de reacción por debajo de 90 °C según la bibliografía (Helv. Chim. Acta 52, 1969, página 408 - 418) conduce a la formación de bases cuaternarias (→ pérdidas de rendimiento). Las bases cuaternarias en el tratamiento posterior mediante descomposición térmica pueden liberar acetaldehído y conducir a una peor estabilidad del color en el producto final.

30 Documento EP 752 412 A1 (BASF AG) (equivalente documento DE 44 14 879 A): reacción de exceso de DMA con OE en presencia de agua (el 2,5-50 % en peso, preferentemente el 8-25 % en peso) a temperaturas de reacción ≥ 90 °C y tratamiento destilativo a temperaturas de como máximo 90 °C.

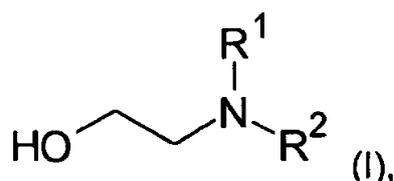
Es desventajoso que la temperatura del fondo se tiene que mantener a ≤ 90 °C durante el tratamiento destilativo.

35 Las reacciones catalizadas con agua de óxido de etileno con dimetilamina a temperaturas de reacción > 90 °C son estado de la técnica (por ejemplo documentos EP 70 978 A; DE 44 14 879 A, véase anteriormente). La estabilidad del color de DMEOA producida de este modo, sin embargo, se tiene que asegurar mediante tratamiento posterior de la descarga en bruto (por ejemplo, con un reductor/hidrogenación posterior (documento US 6.774.264, véase anteriormente) o con ácidos) o manteniendo temperaturas máximas de fondo (< 90 °C, documento DE 44 14 897 A) en la destilación pura.

40 La presente invención se basaba en el objetivo de encontrar, superando las desventajas del estado de la técnica, un procedimiento económico mejorado para la preparación de *N,N*-dialquil-etanolaminas, en particular DMEOA. El procedimiento debía proporcionar en condiciones de trabajo con seguridad de funcionamiento con alta selectividad y con elevado rendimiento espacio-tiempo (RET) las *N,N*-dialquil-etanolaminas con elevada estabilidad de color. A este respecto, el procedimiento no debía necesitar el empleo de aditivos adicionales (aditivos estabilizantes que inhiben la decoloración).

45 [Los rendimientos espacio-tiempo se indican en 'cantidad de producto / (volumen de catalizador ● tiempo)' (kg/(l<sub>cat.</sub> ● h)) y/o 'cantidad de producto / (volumen de reactor ● tiempo)' (kg/(l<sub>reactor</sub> ● h)].

Por consiguiente, se halló un procedimiento para la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con elevada estabilidad de color



representando  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$ , independientemente entre sí, un grupo alquilo  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_8$  mediante reacción de óxido de etileno (OE) con una dialquilamina ( $\text{R}^1\text{R}^2\text{NH}$ ) correspondiente en presencia de agua, que está caracterizado por que la reacción se realiza de forma continua en un reactor, la temperatura de reacción se encuentra en el intervalo de 90 a 180 °C y el tiempo de permanencia (TP) en el reactor se encuentra en el intervalo de 1 a 7 min, la descarga del reactor a una temperatura en el intervalo de 80 a 160 °C durante un tiempo en el intervalo de 20 a 1000 min se trata térmicamente y, después, se separa mediante destilación la *N,N*-dialquil-etanolamina.

$\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  representan, independientemente entre sí, un grupo alquilo  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_8$  lineal o ramificado, preferentemente un grupo alquilo  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_4$ . Son ejemplos de tales grupos alquilo metilo, etilo, *n*-propilo, *iso*-propilo, *n*-butilo, *iso*-butilo, *sec*-butilo, *terc*-butilo, *n*-pentilo, *iso*-pentilo, *sec*-pentilo, *neo*-pentilo, 1,2-dimetilpropilo, *n*-hexilo, *iso*-hexilo, *sec*-hexilo, ciclopentilmetilo, *n*-heptilo, *iso*-heptilo, ciclohexilmetilo, *n*-octilo, *iso*-octilo, 2-etilhexilo. Se prefieren en particular metilo y etilo.

Es particularmente preferente la preparación de *N,N*-dimetil-etanolamina (DMEOA) mediante reacción de OE con dimetilamina (DMA).

La reacción se realiza, preferentemente, en presencia del 2,5 al 50 % en peso, de forma particularmente preferente del 5 al 35 % en peso, más preferentemente del 10 al 30 % en peso de agua (en relación con la mezcla de reacción).

Por ello, a diferencia de procedimientos con empleo de cantidades catalíticas de agua (el 0,2 – 2,0 % en peso en los documentos DD 203 534 A; DE-PS 1 004 620 (Oxirane Ltd.), US 2.823.236 (A. J. Lowe y col.)) se consiguen mayores velocidades de reacción así como mayores rendimientos espacio-tiempo.

Preferentemente, los reactantes se emplean en una proporción molar de dialquilamina: OE en el intervalo de 1,1 a 10, de forma particularmente preferente de 1,5 a 9, más preferentemente de 3 a 8.

Por ello se contiene sustancialmente la formación de bases cuaternarias y productos de mayor etoxilación y se consigue, por consiguiente, una mayor selectividad.

Preferentemente se realiza la reacción en un reactor tubular refrigerado con líquido.

Se prefiere en particular un reactor de doble camisa. El reactor se puede enfriar en flujo continuo o a contracorriente. En relación con la calidad del producto (índice cromático, estabilidad de color) ha resultado ventajosa la refrigeración con flujo continuo. Por ello además preferentemente el líquido refrigerante fluye en flujo continuo a través del reactor de doble camisa.

La reacción se realiza preferentemente a una presión absoluta en el intervalo de 1 a 4 MPa (de 10 a 40 bar), de forma particularmente preferente 1,5 a 3 MPa (de 15 a 30 bar).

La temperatura de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 110 a 170 °C, de forma particularmente preferente en el intervalo de 125 a 160 °C.

El TP en el reactor se encuentra preferentemente en el intervalo de 2 a 5 min, más preferentemente en el intervalo de 2 a 4 min.

De acuerdo con la invención, la descarga del reactor se trata térmicamente a una temperatura en el intervalo de 80 a 160 °C, preferentemente de 125 a 155 °C a lo largo de un tiempo en el intervalo de 20 a 1000 min, preferentemente de 30 a 700 min.

Preferentemente, antes del tratamiento térmico de la descarga del reactor se separa mediante destilación la dialquilamina que no ha reaccionado.

El tratamiento térmico se puede realizar en un recipiente independiente (recipiente de tiempo de permanencia) o, preferentemente, en el recipiente de fondo de la columna de destilación de dialquilamina.

Después del tratamiento térmico se realiza un tratamiento destilativo para la separación de la *N,N*-dialquil-etanolamina.

Después de la separación destilativa y devolución del exceso de dialquilamina se separa el agua y, preferentemente, se devuelve al procedimiento. La destilación pura de la *N,N*-dialquil-etanolamina es posible de forma discontinua, pero preferentemente se lleva a cabo de forma continua. En la destilación pura se excluyen compuestos de alto punto de ebullición (por ejemplo, productos de mayor etoxilación y viniloxietanol) como producto de suelo (producto de fondo), la *N,N*-dialquil-etanolamina, por ejemplo, la DMEOA se elimina mediante destilación a través de la cabeza o, preferentemente, a través de una descarga lateral. En este caso, los compuestos de bajo punto de ebullición tales como alcoxi-etanol se pueden separar a través de la cabeza. Por tanto, de forma particularmente preferente se realiza la separación destilativa de *N,N*-dialquil-etanolamina de forma continua en una columna con descarga lateral en la que se obtiene la *N,N*-dialquil-etanolamina en la descarga lateral.

De acuerdo con la invención, la *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I, por ejemplo DMEOA, se produce con una pureza del 99,00 – 99,99 %, en particular del 99,50 al 99,99 %.

En particular, el procedimiento de acuerdo con la invención proporciona la *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con un índice cromático APHA  $\leq 15$ , en particular  $\leq 13$ , más particularmente  $\leq 11$ , por ejemplo, en el intervalo de 1 a 10.

Además, el procedimiento de acuerdo con la invención proporciona en particular la *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con una estabilidad de color de tal manera que un calentamiento a 60 °C durante 24 h con N<sub>2</sub> causa un aumento del índice cromático APHA de solo del 0 al 20 %, en particular del 0 al 15 %.

El establecimiento del índice cromático APHA se realiza de acuerdo con DIN-ISO 6271.

La especificación del OE empleado en el procedimiento de acuerdo con la invención es preferentemente: > 99,9 % de OE, < 60 ppm de H<sub>2</sub>O, < 50 ppm de acetaldehído, < 20 ppm de CO<sub>2</sub>, < 20 ppm de ácido acético.

La especificación de la DMA empleada preferentemente en el procedimiento de acuerdo con la invención es en particular: > 99,5 % de DMA, < 0,1 % de monometilamina (MMA), < 0,1 % de NH<sub>3</sub>, < 0,1 % de MeOH, < 0,05 % de TMA (trimetilamina), < 0,2 % de H<sub>2</sub>O.

Las indicaciones en ppm se refieren a la masa (ppm en masa). Todas las indicaciones de la presión se refieren a la presión absoluta.

## 25 Ejemplos

### Ejemplo 1

En un reactor tubular de 500 ml con indicación de presión y temperatura se hizo reaccionar una mezcla precalentada a 90 °C de dimetilamina (3350 g/h; 74,5 mol/h) y agua (840 g/h; 46,7 mol/h; el 21,3 % en peso en relación con la mezcla de reacción) de forma continua con 600 g/h (13,6 mol/h) de óxido de etileno. Como consecuencia de la exotermia de la reacción se formó en el reactor un punto caliente. Mediante refrigeración externa se refrigeró el contenido del reactor a 140 °C y se mantuvo a esta temperatura, eventualmente mediante aporte externo de calor, durante 2,4-2,9 min.

Después de la separación destilativa y devolución del exceso de dimetilamina (0,3 MPa (3 bar)/temperatura de fondo 140 °C / TP 35 min) y agua (de forma azeótropa con dimetiletanolamina; 40 kPa (400 mbar)/temperatura de fondo 110 °C) se obtuvo 1275 g/h de producto en bruto sin óxido de etileno con la siguiente composición:

Dimetiletanolamina:	97,0 %
Dimetilaminodiglicol:	1,2 %
Otros productos	1,8 %

(Las indicaciones en % se basan en análisis de CG. Condiciones: columna DB1 de 30 m con el siguiente programa de temperatura: 75 °C - 8 °C/min a 280 °C - 12 min a 280 °C) (TP = tiempo de permanencia).

Mediante tratamiento destilativo continua a 5-6 kPa (50-60 mbar) (temperatura de fondo 70-100 °C) se obtuvo dimetiletanolamina con una pureza del 99,8-99,9 % con un índice cromático de 5 APHA. Índice cromático después de 24 h / 60 °C: 5 APHA.

Índice cromático después de 3 meses a temperatura ambiente con nitrógeno: 10 APHA.

Se descargaron los componentes secundarios de bajo punto de ebullición (agua residual, metoxietanol, etc.) a través de la cabeza, los componentes de alto punto de ebullición (dimetilaminodiglicol, viniloxietanol, etc.) a través del fondo y la dimetiletanolamina a través de una descarga lateral.

La determinación de la estabilidad del color se realiza a través del siguiente ensayo:

Determinación del índice cromático (APHA) después de calentamiento de la DMEA durante 24 h a 60 °C con nitrógeno.

**Ejemplo 2**

5 La conducción de la reacción se realizó tal como se describe en el Ejemplo 1. De la descarga del reactor se separó en primer lugar el exceso de dietilamina. En comparación con el Ejemplo 1, el TP en el fondo de la columna se encontraba en 14 min y la temperatura del fondo a 140 °C. Después se condujo el fondo de la columna a un recipiente a 90 °C. El TP en el recipiente ascendió a 660 min. A continuación se separó agua y se obtuvieron 1275 g/h de producto en bruto sin óxido de etileno con un contenido > 97 % de dimetiletanolamina.

Mediante tratamiento destilativo continuo a 5-6 kPa (50-60 mbar) (temperatura de fondo 70-100 °C) se obtuvo dimetiletanolamina con una pureza del 99,8-99,9 % con un índice cromático de 5 APHA.

10 Índice cromático después de 24 h / 60 °C: 5 APHA,

Índice cromático después de 3 meses a temperatura ambiente con nitrógeno: 10 APHA.

A este respecto, los componentes secundarios de bajo punto de ebullición (agua residual, metoxietanol, etc.) se descargaron a través de la cabeza, los componentes de alto punto de ebullición (dimetilaminodiglicol, viniloxietanol, etc.) a través del fondo y la dimetiletanolamina a través de una descarga lateral.

(Determinación de la estabilidad del color véase el Ejemplo 1)

**15 Ejemplo comparativo:**

La conducción de la reacción se realizó tal como se ha descrito en el Ejemplo 1.

20 En primer lugar, de la descarga del reactor se separó el exceso de dimetilamina. En comparación con el Ejemplo 1, el TP en el fondo de la columna se encontraba en 14 min y la temperatura del fondo en 140 °C. A continuación se separó agua y se obtuvieron 1275 g/h de producto en bruto sin óxido de etileno con un contenido > 97 % de dimetiletanolamina.

Mediante destilación pura continua a 5-6 kPa (50-60 mbar) (temperatura de fondo 70-100 °C) se obtuvo dimetiletanolamina con una pureza del 99,8-99,9 % con un índice cromático de 5 APHA.

Índice cromático después de 24 h / 60 °C: 50 APHA,

Índice cromático después de 3 meses a temperatura ambiente con nitrógeno: 55 APHA.

25 El producto valioso dimetiletanolamina a este respecto se separó, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, a través de una descarga lateral. Los componentes secundarios de bajo punto de ebullición (agua residual, metoxietanol, etc.) se descargaron a través de la cabeza, los compuestos de alto punto de ebullición (dimetilaminodiglicol, viniloxietanol, etc.) a través del fondo.

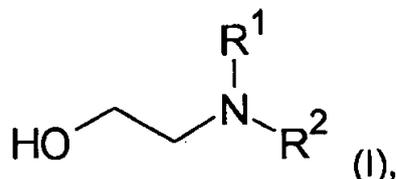
(Determinación de la estabilidad del color, véase el Ejemplo 1).

30 Los ejemplos muestran en particular:

35 Las ventajas del procedimiento con respecto al estado de la técnica radican en particular, por un lado, en la elevada velocidad de reacción, es decir, el procedimiento se puede llevar a cabo de forma rentable también a gran escala. La formación de compuestos de amonio cuaternario y compuestos de mayor etoxilación es mínima en las condiciones de reacción halladas, es decir, frente a reacciones en presencia de cantidades catalíticas de agua se consiguen mayores selectividades. Si el producto en bruto se trata en las condiciones halladas, entonces se obtiene *N,N*-dialquil-etanolamina, en este caso *N,N*-dimetiletanolamina con elevada estabilidad de color sin adición de reactivos auxiliares (coadyuvantes), sin hidrogenación posterior y sin limitación de la temperatura del fondo a < 90 °C en la destilación pura.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con elevada estabilidad de color



significando  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$ , independientemente entre sí, un grupo alquilo  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_8$ ,

- 5 mediante reacción de óxido de etileno (OE) con una dialquilamina ( $\text{R}^1\text{R}^2\text{NH}$ ) correspondiente en presencia de agua, **caracterizado por que** la reacción se realiza de forma continua en un reactor, la temperatura de reacción se encuentra en el intervalo de 90 a 180 °C y el tiempo de permanencia (TP) en el reactor se encuentra en el intervalo de 1 a 7 min, la descarga del reactor a una temperatura en el intervalo de 80 a 160 °C durante un tiempo en el intervalo de 20 a 1000 min se trata térmicamente y, después, se separa mediante destilación la *N,N*-dialquil-etanolamina.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** antes del tratamiento térmico de la descarga del reactor se separa mediante destilación la dialquilamina que no ha reaccionado.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** el tratamiento térmico se realiza en el recipiente de fondo de la columna de destilación de dialquilamina.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la temperatura de reacción se encuentra en el intervalo de 110 a 170 °C.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el TP en el reactor se encuentra en el intervalo de 2 a 5 min.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la descarga del reactor se trata térmicamente a una temperatura en el intervalo de 125 a 155 °C.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la descarga del reactor se trata térmicamente a lo largo de un tiempo en el intervalo de 30 a 700 min.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la reacción se realiza en un reactor tubular refrigerado con líquido.
- 25 9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizado por que** la reacción se realiza en un reactor de doble camisa.
10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizado por que** el líquido refrigerante fluye en flujo continuo a través del reactor de doble camisa.
- 30 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la reacción se realiza en presencia del 2,5 al 50 % en peso de agua (en relación con la mezcla de reacción).
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** los reactantes se emplean en una proporción molar de dialquilamina: OE en el intervalo de 1,1 a 10.
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la reacción se realiza a una presión absoluta en el intervalo de 1 a 4 MPa (de 10 a 40 bar).
- 35 14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la separación mediante destilación de *N,N*-dialquil-etanolamina se realiza de forma continua en una columna de descarga lateral en la que se obtiene la *N,N*-dialquil-etanolamina en la descarga lateral.
15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con un índice cromático APHA  $\leq 15$ .
- 40 16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la preparación de una *N,N*-dialquil-etanolamina de Fórmula I con una estabilidad de color de tal manera que un calentamiento a 60 °C durante 24 h bajo  $\text{N}_2$  causa un aumento del índice cromático APHA de solo del 0 al 20 %.
17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la preparación de una *N,N*-dialquil-

etanolamina de Fórmula I, significando R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup>, independientemente entre sí, un grupo alquilo C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>.

18. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la preparación de *N,N*-dimetiletanolamina (DMEA) mediante reacción de OE con dimetilamina (DMA).