



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 365 833**

51 Int. Cl.:

**C11D 1/62** (2006.01)

**C11D 3/00** (2006.01)

**C11D 3/20** (2006.01)

**C11D 3/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08774367 .0**

96 Fecha de presentación : **26.06.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2173843**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.04.2010**

54 Título: **Composición de suavizado de materiales textiles.**

30 Prioridad: **27.07.2007 GB 0714589**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**11.10.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**11.10.2011**

73 Titular/es: **UNILEVER N.V.**  
**Weena 455**  
**3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es: **Grainger, David, Stephen;**  
**Roberts, Christopher, John;**  
**Thornthwaite, David, William y**  
**Walsh, Shaun, Charles**

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 365 833 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

Composición de suavizado de materiales textiles.

5 Campo técnico

Esta invención se refiere a composiciones suavizantes de materiales textiles que comprenden un compuesto suavizante de materiales textiles que es un compuesto de amonio cuaternario unido a éster (esterquat).

10 Antecedentes de la invención

Se conocen composiciones de acondicionamiento de materiales textiles líquidas que suavizan materiales textiles en el ciclo de aclarado.

15 Tales composiciones comprenden menos del 7,5% en peso de agente activo de suavizado, en cuyo caso la composición se define como "diluida", desde el 7,5% hasta aproximadamente el 30% en peso de agente activo en cuyo caso las composiciones se definen como "concentradas" o más de aproximadamente el 30% en peso de agente activo, en cuyo caso la composición se define como "superconcentrada".

20 Las composiciones concentradas y superconcentradas son deseables dado que requieren menos envasado y por tanto son más compatibles con el medio ambiente que las composiciones diluidas o semidiluidas.

25 Un problema asociado frecuentemente con composiciones de acondicionamiento de materiales textiles, tal como se definió anteriormente, es que el producto no es estable tras el almacenamiento, especialmente cuando se almacena a altas temperaturas. La inestabilidad puede manifestarse por sí misma como un espesamiento del producto tras el almacenamiento, incluso hasta el punto de que el producto ya no puede verterse.

30 El problema del espesamiento tras el almacenamiento es particularmente evidente en composiciones de suavizado de materiales textiles concentradas y superconcentradas que comprenden un material de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario unido a éster que tiene uno o más cadenas de alquilo completamente saturadas.

35 Sin embargo, es deseable usar compuestos unidos a éster debido a su biodegradabilidad inherente y usar sustancialmente compuestos de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario completamente saturados debido a sus excelentes capacidades de suavizado y porque son más estables a la degradación oxidativa (que puede conducir a la generación de mal olor) que los compuestos de suavizado de amonio cuaternario parcialmente saturados o completamente insaturados.

40 De los tipos de materiales de amonio cuaternario unido a éster conocidos, es deseable usar los que se basan en trietanolamina (TEAQ) que comprenden al menos algún componente unido a monoéster y al menos algún componente unido a triéster así como el componente de diéster.

45 Los esterquats biodegradables son propensos a la hidrólisis a lo largo de cualquier duración apreciable a altas temperaturas. El enlace éster entre el grupo de cabeza cuaternario y la cadena alquilo se escinde mediante hidrólisis catalizada o bien por ácido o bien por base liberando ácido graso libre (AGL) en el sistema. A medida que continúa produciéndose la hidrólisis, continúa elevándose el nivel de AGL hasta tal punto que el sistema se vuelve coloidalmente inestable. En este punto, los productos se vuelven normalmente inaceptables para el consumidor debido a espesamiento, separación, gelificación o combinaciones de los mismos. Por tanto, existe la necesidad de retardar la hidrólisis tanto como sea posible.

50 El documento EP302567 ha identificado que la amina residual cataliza la hidrólisis en esterquats y que esto puede aliviarse en algún grado convirtiendo la amina residual en su forma protonada mediante la adición de determinados ácidos (tales como HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Mientras que esto puede funcionar con esterquats insaturados, este enfoque está mucho más limitado en sistemas completamente endurecidos que forman normalmente estructuras de bicapa de fase L (Beta) semicristalina. Se cree que esto se debe en gran medida a las propiedades físicas de los sistemas completamente endurecidos mediante lo cual la amina residual insoluble y en gran medida sólida es incompatible con los ácidos solubles en agua. Esto es especialmente cierto para el caso de esterquats a base de trietanolamina ya que la amina residual en este caso es predominantemente tri-éster-amina (esto se debe al impedimento estérico alrededor del nitrógeno durante el fase de cuaternización de la fabricación de esterquat).

60 Es ventajoso usar agentes activos completamente endurecidos sin componentes insaturados en la formulación para evitar el riesgo de mal olor. Los agentes activos insaturados pueden oxidarse o bien durante el almacenamiento antes de su uso por el consumidor (dando un producto con olor oleoso o graso) o bien durante su uso (dando olores grasos u oleosos en las prendas de vestir de los consumidores). Pueden añadirse secuestrantes de iones metálicos a las formulaciones para impedir el inicio de la oxidación en la botella en almacenamiento tal como se da a conocer en el documento EP856045. Sin embargo, una vez que el agente activo está presente en el material textil, la combinación de una gran área superficial, exposición a luz UV y oxígeno ilimitado significa que la oxidación es

inevitable. Esto finalmente conducirá a malos olores que puede percibir el consumidor en telas y prendas de vestir.

5 Existe una necesidad de poder preparar formulaciones robustas a lo largo de todos los intervalos de concentración y que pueden suministrar una amplia gama de tipos y niveles de perfume. Normalmente, los productos diluidos son productos relativamente sencillos de preparar debido al nivel relativamente bajo del agente activo que contienen. Los productos concentrados son habitualmente mucho más problemáticos y como tales requieren adyuvantes de formulación adicionales para hacer que sean estables y aceptables para el consumidor. Normalmente son o bien electrolitos o bien tensioactivos (por ejemplo, agentes no iónicos etoxilados). También es el caso de que productos concentrados preparados a partir de agentes activos insaturados son más fáciles de preparar que productos análogos basados en agentes activos completamente endurecidos. Sin embargo, aunque son más fáciles de preparar, son indeseables por los motivos de mal olor. De manera similar, aunque es posible preparar productos concentrados basados en agentes activos completamente endurecidos usando adyuvantes de formulación tensioactivos tales como agentes no iónicos de etoxilato de alcohol; estos productos están limitados en cuanto a su capacidad para tolerar niveles muy altos de perfume. Sin querer restringirse a la teoría, se cree que determinados componentes interaccionan con los adyuvantes de formulación no iónicos, convirtiéndolos en inactivos (véase por ejemplo Tokuoka *et al.*, J. Coll. y Int. Sci, vol. 152 (n.º 2) págs. 402-409 (1992)). Cuando esto se produce, los productos tienden a espesarse o gelificarse (incluso en ausencia de hidrólisis) convirtiéndolos en inaceptables para el consumidor.

10 Por tanto, existe una necesidad de poder preparar productos hidrolíticamente estables, a lo largo de tanto los intervalos de agente activo concentrado como diluido que se basan en agentes activos o bien completamente endurecidos o bien sustancialmente endurecidos y que son robustos para la gama completa de niveles y tipos de perfume.

25 Se conocen composiciones de suavizado de materiales textiles que comprenden esterquats endurecidos basados en trietanolamina y se dan a conocer, por ejemplo en los documentos WO2003/22967, WO2003/22969, WO2003/22970, WO2003/22971, WO2003/22972 y WO2003/22973. Las composiciones contienen a menudo un agente complejante graso tal como alcoholes grasos y ácidos grasos, por ejemplo un alcohol C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> lineal, que forma complejos con el monoesterquat.

30 El documento EP980352 da a conocer el uso de ácidos para ajustar el pH a entre 1,5 y 7 (preferiblemente 2-4,5) en combinación con esterquats preparados con ácidos dicarboxílicos (es decir, que forman esterquats oligoméricos). No se da a conocer porqué es deseable esto. Hay algunos ejemplos basados en materiales de sebo endurecido.

35 El documento US5476597 da a conocer composiciones suavizantes acuosas que comprenden al menos una sal de amonio cuaternario que tiene un enlace éster y un enlace amina ácida. Da a conocer que es preferible ajustar el pH a entre 2 y 6 y que para mejorar la estabilidad en almacenamiento o el suavizado, puede ser aconsejable incluir ácidos grasos ramificados, saturados o insaturados. Además menciona que los tensioactivos no iónicos o hidrótopos pueden mejorar adicionalmente la estabilidad. Sin embargo, todas estas recomendaciones se hacen en el contexto de que el agente activo de suavizado primario es el agente activo de suavizado que contiene tanto un enlace éster como uno amida de ácido. Esto está refrendado adicionalmente por los ejemplos que muestran que sólo los ejemplos que contienen este componente de éster/amida de ácido (componente A) son estables a 50°C. Enseña claramente que quats basados en éster/amidas de ácida son más estables que materiales de diéster equivalentes.

45 El documento EP850291 da a conocer composiciones en ausencia de perfumes oleosos basados en mezclas de una amido-amina y un éster cuaternario. Enseña que la estabilidad puede potenciarse mediante la inclusión de al menos un éster graso de un alcohol graso o ácido graso. También da a conocer la necesidad de añadir un ácido fuerte (tal como HCl). Sin embargo, en los ejemplos no se incluye TEAQ dura en sus ejemplos (sólo Tetranyl AT-75 que es una TEAQ "suave" insaturada). Da a conocer que el éster graso funciona como estabilizador de la emulsión o dispersión y que tiene una función similar a un perfume oleoso. Menciona específicamente que ayuda a la estabilidad coloidal permitiendo la preparación de dispersiones no perfumadas estables que tienen viscosidades que pueden verse (es decir, su impacto es a partir de tiempo cero y no contrarresta el impacto de la hidrólisis a lo largo del tiempo). Además, mientras que la adición del ácido convertirá cualquier amina de éster en su forma protonada, su función primaria es llevar la amina ácida neutra a su forma protonada para facilitar la dispersión de los agentes activos en agua (es decir, haciéndolos más solubles en agua).

50 El documento WO94/04643 da a conocer TEA-quats (1-20%) en combinación con ácidos minerales u orgánicos (1-25%). Enseña que los motivos para incluir el ácido son dos. En primer lugar, actúan como adyuvante retirando las sales de calcio insolubles, y en segundo lugar retirando cualquier incrustación mineral formada previamente en el material textil. En cuanto a los ejemplos, la única TEAQ mostrada a modo de ejemplo es Stepantex VHR90 que es una TEAQ suave.

60 El documento US4844823 da a conocer el uso de composiciones basadas en compuestos cuaternarios de dialquilo y alcoholes grasos. También menciona el uso de ácidos como medio para convertir cualquier amina etoxilada (un componente opcional enumerado como emulsionante) en su forma protonada.

65

El documento US4789491 da a conocer análogos ramificados de TEAQ y DEEDMAC reivindicando que ambos proporcionan un agente activo suavizante biodegradable pero también uno que tiene una estabilidad hidrolítica superior. Se da a conocer que i) las aminas catalizan la hidrólisis y por tanto es importante minimizar su nivel en el material de partida y ii) incluso si están presentes niveles minoritarios, es importante convertirlos en su forma protonada mediante ácidos fuertes tales como HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>.

El documento WO9325648 da a conocer composiciones a base de diéster cuaternario pero en las que uno de los enlaces éster debe ser un éster inverso. También se da a conocer la misma información que el documento US4789491 referente al impacto de las aminas y la adición de ácido para neutralizarlas.

El documento EP309052 también da a conocer la misma información referente a las aminas y su impacto sobre la degradación química del esterquat. También se reivindica que el uso de un tensioactivo no iónico de alcohol graso C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub> con funciones 1-10EO en el mismo también mejora la estabilidad hidrolítica.

El documento WO9323510 da a conocer formulaciones de DEEDMAC concentradas con modificadores de la dispersabilidad (o bien cationes de cadena sencilla o bien determinados etoxilatos de alcohol). Se da a conocer que es ventajoso ajustar el pH a entre 2 y 4.

El documento US5066414 enseña un enfoque muy similar al documento EP309052, es decir que el control del pH es esencial para convertir las aminas en sus sales protonadas y que etoxilatos de alcohol lineales con funciones 1-10EO también ayudan a la hidrólisis.

El documento WO2002/0782745 da a conocer composiciones que contienen i) tensioactivos catiónicos a base de di y triéster ii) un eliminador de tensioactivos y iii) un sistema de supresión de espuma mediante lo cual el valor de supresión de espuma necesita ser >90%. El tensioactivo de di y triésteres puede ser o bien TEAQ o bien DEEDMAC y también se prefiere si el eliminador de tensioactivos es la versión de monoalquilo de la catiónica.

Los documentos EP352948 y WO97/03172 dan a conocer composiciones que comprenden DEQA altamente insaturado, perfume y alcoholes.

La presente invención proporciona composiciones suavizantes de materiales textiles que comprenden esterquats endurecidos o sustancialmente endurecidos con buena estabilidad en almacenamiento.

### Sumario de la invención

Según la presente invención, se proporciona una composición de suavizado de materiales textiles que tiene un pH de desde 2 hasta 3 y que comprende

- a) desde el 1,5 hasta el 50% en peso de un compuesto de suavizado de materiales textiles catiónico que tiene dos o más cadenas de alquilo o alqueno teniendo cada una una longitud de cadena promedio igual a, o superior a C<sub>8</sub> conectadas cada una con un átomo de nitrógeno por medio de al menos un enlace éster, siendo el índice de yodo del ácido o compuesto de acilo graso original del que se derivan las cadenas alquilo o alqueno de desde 0 hasta 20, preferiblemente de 0 a 5, más preferiblemente de 0 a 2, lo más preferiblemente 0, estando el compuesto de suavizado libre de enlaces amida de ácido,
- b) al menos el 0,15% en peso de perfume, y
- c) un plastificante que es líquido a temperatura ambiente, en una cantidad eficaz de manera que la composición de acondicionamiento de materiales textiles tiene un pico de transición de fase principal de no más de 52°C medido mediante calorimetría diferencial de barrido (CDB), en la que el plastificante se selecciona de (i) alcoholes insaturados y/o ramificados que contienen desde 12 hasta 18 átomos de carbono y ácidos grasos insaturados y/o ramificados, (ii) ésteres grasos de cadena larga y (iii) copolímeros de bloque de D(polioxipropileno)(polioxetileno)(polioxipropileno)

Las composiciones pueden contener otros componentes opcionales, por ejemplo agentes complejantes grasos, polímeros espesantes, colorantes, conservantes, antiespumantes, electrolitos, etc.

Incluyendo el plastificante en las composiciones de suavizado de materiales textiles y ajustando el pH en el intervalo de 2 a 3, el pico de transición de fase principal de la composición puede suprimirse por debajo de 52°C. En ausencia del plastificante, el pico de transición sería significativamente superior. Las composiciones resultantes tienen propiedades ventajosas.

En primer lugar, las composiciones de la invención están libres o sustancialmente libres de agente activo insaturado y por tanto no padecen oxidación ni mal olor.

En segundo lugar, el estado físico de la bicapa se cambia de fases L (beta) predominantemente semicristalinas a fases L (alfa) predominantemente móviles. Se cree que esto facilita la protonación de la amina residual suavizando o

solubilizando la amina insoluble. Una vez protonada, la amina residual ya no actúa como catalizador para la hidrólisis y por tanto se mejora mucho la estabilidad a largo plazo de las composiciones.

- 5 En tercer lugar, creando una microestructura basada en L (alfa) más móvil es posible usar electrolitos para controlar la viscosidad de productos concentrados (en contraposición a los tensioactivos no iónicos etoxilados). Esto elimina muchas de las restricciones en los componentes de perfume y niveles de perfume que han estado presentes anteriormente con composiciones que contienen agentes activos duros.

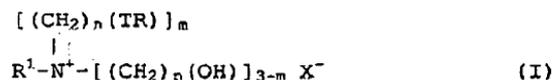
10 Compuestos de suavizado de materiales textiles

- 10 El/los compuesto(s) de suavizado de materiales textiles catiónico(s) preferido(s) es/son el/los que tiene(n) dos o más cadenas de alquilo o alqueno teniendo cada una una longitud de cadena promedio igual a, o superior a C<sub>8</sub>, especialmente cadenas de alqueno o alquilo C<sub>12-28</sub> conectadas con un átomo de nitrógeno, a través de dos o más enlaces éster. Los compuestos de suavizado de materiales textiles catiónicos son compuestos de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario unido a éster. Los compuestos están libres de enlaces amina ácida.

15 Compuestos especialmente adecuados tienen dos o más cadenas de alquilo o alqueno teniendo cada una una longitud de cadena promedio igual a, o superior a C<sub>14</sub>, más preferiblemente, igual a o superior a C<sub>16</sub>.

- 20 Es ventajoso por motivos medioambientales que el compuesto de suavizado de éster sea biológicamente degradable. Se prefiere si las cadenas de alquilo o alqueno del compuesto de suavizado de éster son predominantemente lineales.

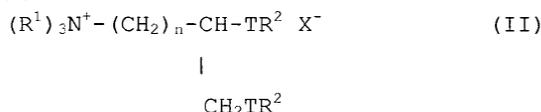
- 25 Un primer grupo de compuestos de suavizado de materiales textiles adecuados para su uso en la presente invención se representa mediante la fórmula (I):



- 30 en la que cada R se selecciona independientemente de un grupo alqueno o alquilo C<sub>5-35</sub>; R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo C<sub>1-4</sub>, alqueno C<sub>2-4</sub> o hidroxialquilo C<sub>1-4</sub>; T es generalmente O-CO (es decir, un grupo éster unido a R mediante su átomo de carbono), pero puede ser alternativamente CO-O (es decir, un grupo éster unido a R mediante su átomo de oxígeno); n es un número seleccionado de desde 1 hasta 4; m es un número seleccionado de 1, 2 ó 3; y X<sup>-</sup> es un contraión aniónico, tal como un haluro o sulfato de alquilo, por ejemplo cloruro o sulfato de metilo. Se prefieren las variantes de diéster de fórmula I (es decir, m = 2) y normalmente tienen análogos de mono y triéster asociados con las mismas. Tales materiales son particularmente adecuados para su uso en la presente invención.

- 35 Agentes especialmente preferidos son diésteres de metilsulfato de trietanolamónio, denominados de otro modo como "TEA-esterquats". Los ejemplos comerciales incluyen Tetranyl AHT-I, de Kao, (di-[éster de sebo endurecido] de metilsulfato de trietanolamónio).

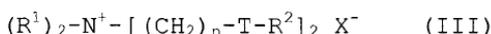
- 40 Un segundo grupo de compuestos de suavizado de materiales textiles adecuados para su uso en la invención se representa mediante la fórmula (II):



- 45 en la que cada grupo R<sup>1</sup> se selecciona independientemente de grupos alquilo C<sub>1-4</sub>, hidroxialquilo o alqueno C<sub>2-4</sub>; y en la que cada grupo R<sup>2</sup> se selecciona independientemente de grupos alqueno o alquilo C<sub>8-28</sub>; y en la que n, T y X<sup>-</sup> son tal como se definieron anteriormente.

- 50 Los materiales preferidos de este segundo grupo incluyen cloruro de 1,2-bis[sebooiloxi]-3-trimetilamónio-propano, cloruro de 1,2-bis[sebooiloxi endurecido]-3-trimetilamónio-propano, cloruro de 1,2-bis[oleoiloxi]-3-trimetilamónio-propano y cloruro de 1,2 bis[estearoiloxi]-3-trimetilamónio-propano. Tales materiales se describen en el documento US 4.137.180 (Lever Brothers). Preferiblemente, estos materiales también comprenden una cantidad del monéster correspondiente.

Un tercer grupo de QAC adecuados para su uso en la invención se representa mediante la fórmula (III):



- 55 en la que cada grupo R<sup>1</sup> se selecciona independientemente de grupos alquilo C<sub>1-4</sub> o alqueno C<sub>2-4</sub>; y en la que cada grupo R<sup>2</sup> se selecciona independientemente de grupos alqueno o alquilo C<sub>8-28</sub>; y n, T y X<sup>-</sup> son tal como se definieron anteriormente. Los materiales preferidos de este tercer grupo incluyen cloruro de bis(2-sebooiloxietil)dimetilamónio y versiones endurecidas del mismo.

Índice de yodo del ácido o grupo acilo graso original

5 El índice de yodo del ácido o compuesto de acilo graso original a partir del cual se forma el material de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario es de desde 0 hasta 20, preferiblemente desde 0 hasta 5, más preferiblemente desde 0 hasta 2. Lo más preferiblemente, el índice de yodo del grupo acilo o ácido graso original a partir del cual se forma el material de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario es de desde 0 hasta 1, especialmente 0. Es decir, se prefiere que las cadenas de alquilo o alqueno estén completamente saturadas de manera sustancial.

10 Si está presente cualquier material de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario insaturado en la composición, el índice de yodo, al que se hizo referencia anteriormente, representa el índice de yodo medio de los compuestos de acilo graso originales o ácidos grasos de todos los materiales de amonio cuaternario presentes.

15 En el contexto de la presente invención, el índice de yodo del ácido o compuesto de acilo graso original a partir del cual se forma el material de suavizado de materiales textiles, se define como el número de gramos de yodo que reaccionan con 100 gramos del compuesto.

20 En el contexto de la presente invención, el método para calcular el índice de yodo de un compuesto de acilo graso/ácido graso original comprende disolver una cantidad prescrita (de 0,1-3 g) en aproximadamente 15 ml de cloroformo. Entonces se hace reaccionar el compuesto de acilo graso/ácido graso original con 25 ml de monocloruro de yodo en disolución de ácido acético (0,1 M). A esto, se le añaden 20 ml de disolución de yoduro de potasio al 10% y aproximadamente 150 ml de agua desionizada. Tras haber tenido lugar la adición del halógeno, el exceso de monocloruro de yodo se determina mediante titulación con disolución de tiosulfato de sodio (0,1 M) en presencia de un polvo indicador de almidón azul. Al mismo tiempo, se determina un blanco con la misma cantidad de reactivos y en las mismas condiciones. La diferencia entre el volumen de tiosulfato de sodio usado en el blanco y el usado en la reacción con el compuesto de acilo graso o ácido graso original permite que se calcule el índice de yodo.

30 El material de suavizado de materiales textiles de amonio cuaternario está presente en una cantidad de desde el 1,5 hasta el 50% en peso de material de amonio cuaternario (compuesto activo) basándose en el peso total de la composición, generalmente del 2 al 40% en peso, por ejemplo del 5 al 25% en peso.

35 En términos generales, las composiciones activas de acondicionamiento de la presente invención, también conocidas como esterquats, se preparan combinando una fuente de ácido graso y una alcanolamina, normalmente a una temperatura de partida a la que la fuente de ácido graso se funde, añadiendo opcionalmente un catalizador, calentando entonces la mezcla de reacción mientras que se produce vacío hasta que se alcanza(n) el/los punto(s) final(es) deseado(s), tal como índice de acidez e índice de alcalinidad final. Entonces se somete a cuaternización el producto intermedio de esteramina resultante usando un agente alquilante, produciendo un producto de esterquat. El producto de esterquat puede ser una mezcla de componentes de monoéster, diéster y triéster cuaternizados y opcionalmente alguna cantidad de uno o más reactivos, productos intermedios y subproductos, incluyendo pero sin limitarse a amina libre y ácido graso libre o compuestos de acilo graso originales.

Plastificantes

45 El plastificante es líquido a temperatura ambiente y se selecciona para suprimir el pico de transición de fase principal de la composición hasta una temperatura inferior a 52°C. Los plastificantes adecuados incluyen ácidos grasos y alcoholes insaturados y/o ramificados. Los compuestos insaturados pueden provocar problemas de olor y no se prefieren, particularmente ácidos y alcoholes ramificados adecuados que contienen desde 12 hasta 18 átomos de carbono.

50 Otros plastificantes adecuados incluyen ésteres grasos de cadena larga, por ejemplo  $R^{10}COOR^{12}$  en el que  $R^{10}$  es  $C_{12}-C_{24}$  y  $R^{12}$  es  $C_1-C_6$ , preferiblemente con ramificación en  $R^{10}$  y/o  $R^{12}$ .

55 Otros plastificantes adecuados incluyen disolventes principales, tal como se da a conocer en el documento EP0842250. Los disolventes principales tienen un ClogP de desde 0,15 hasta 0,64, preferiblemente de 0,40 a 0,60 y preferiblemente tienen una estructura asimétrica. Se prefieren disolventes principales de diol incluyendo dioles cíclicos, por ejemplo compuestos que contienen estructuras de ciclobutanodiol, ciclopentanodiol y ciclohexanodiol.

60 Otros plastificantes adecuados incluyen hidrótrofos, tales como copolímeros de bloque de D(polioxipropileno)(polioxietileno)(polioxipropileno). Tales materiales están disponibles comercialmente con el nombre comercial Pluronic.

65 El plastificante está presente en una cantidad eficaz de manera que la composición resultante tiene un pico de transición de fase principal inferior a 52°C. Generalmente, la composición comprenderá al menos el 0,25%, preferiblemente al menos el 0,5% en peso de plastificante. La razón en peso de compuestos de suavizado de materiales textiles con respecto a plastificante está generalmente en el intervalo de 3:1 a 50:1 preferiblemente de 5:1

a 25:1.

Preferiblemente la composición tiene una temperatura de transición de fase principal inferior a 50°C, más preferiblemente inferior a 45°C.

#### 5 pH

El pH de las composiciones se ajusta a un intervalo de pH de 2,0 a 3,0. Puede usarse cualquier ácido adecuado. por ejemplo HCl.

#### 10 Perfume

Las composiciones comprenden al menos el 0,15% en peso, generalmente desde el 0,15 hasta el 3% en peso de perfume.

La invención se describirá con referencia a los siguientes ejemplos en los que los ejemplos identificados mediante números de referencia son ejemplos comparativos y los ejemplos identificados mediante letras son según la invención.

#### 20 Ejemplos 1 a 4

Los siguiente cuatro ejemplos ilustran los beneficios y las limitaciones de simplemente reducir el nivel de amina en los materiales de partida de TEAQ (esto está fuera del alcance de la invención y demuestra las limitaciones de la técnica anterior).

Se prepararon los compuestos suavizantes de materiales textiles (HT-TEAQ) mediante un procedimiento convencional. Se hicieron reaccionar aproximadamente 2 moles de ácido graso de sebo completamente endurecido con 1 mol de trietanolamina durante la fase de esterificación. Entonces se convirtieron las muestras en la TEA cuaternaria mediante reacción con sulfato de dimetilo. Se redujo secuencialmente el nivel de amina residual en cada ejemplo aumentando la cantidad de DMS usada en la fase de cuaternización de cada material de partida. Esto se indica mediante la reducción en el nivel de amina (expresado como mmoles de amina por gramo material de partida). La fase final era añadir disolvente IPA a cada material de partida (al 15%) para permitir que se manipule el material a temperaturas de operación razonables (es decir, inferiores a 70°C).

Los niveles de amina residual de los cuatro materiales de partida fueron de 0,096, 0,065, 0,035 y 0,003 mmoles de amina por gramo de material de partida. Esto se logró aumentando la adición de DMS durante la fase de cuaternización final. Un nivel de amina de 0,003 mmoles representa una cuaternización prácticamente completa (es decir, razón molar 1:1 entre el número de moles de TEA y el número de moles de DMS).

Entonces se usaron estos cuatro materiales de partida para preparar composiciones acondicionadoras de materiales textiles diluidas según una composición convencional y un procedimiento convencional (todo a escala de 3,5 kg).

5,54% de HT-TEAQ (seleccionado de lo anterior)

45 0,39% de alcohol graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> endurecido (nombre comercial Stenol 16-181)

0,34% de perfume

Componentes minoritarios: colorante, conservante, antiespumante

50 Agua desmineralizada hasta el 100%

Se prepararon las formulaciones tal como sigue. Se calentó previamente el agua hasta 70°C y se añadieron con agitación los componentes minoritarios. Entonces se fundieron de manera conjunta HT-TEAQ y el alcohol graso antes de añadirse lentamente a la mezcla de agua con agitación. Se mezcló la mezcla a esta temperatura durante otros 10 minutos antes de enfriarse (por medio de un recipiente con camisa). Se añadió el perfume al recipiente una vez que la temperatura había alcanzado 40°C. Después de esto, se enfrió la mezcla hasta 30°C, momento en el que se descargó la composición. Entonces se pusieron las cuatro formulaciones en almacenamiento a 45°C para monitorizar tanto la estabilidad de la viscosidad como la estabilidad hidrolítica.

Se midió la estabilidad hidrolítica evaluando el nivel de ácido graso libre de los sólidos totales tras 8 semanas a 45°C usando HPLC. Niveles de ácido graso superiores indican grados de hidrólisis superiores ya que el ácido graso es el producto directo de la escisión del enlace éster. Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| Ejemplo | Nivel de amina del material de partida de TEAQ (mmol/g) (PAT) | Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE) |
|---------|---|---|
| 1       | 0,096   | 35,75%  |
| 2       | 0,065   | 34,33%  |
| 3       | 0,035   | 27,78%  |
| 4       | 0,003   | 23,48%  |

#### Estabilidad de la viscosidad

5 Ejemplo 1 espesamiento inaceptable a las 6 semanas a 45°C

Ejemplo 2 espesamiento inaceptable a las 8 semanas a 45°C

10 Ejemplo 3 espesamiento inaceptable a las 8 semanas a 45°C

Ejemplo 4 espesamiento inaceptable a las 10 semanas a las 45°C

15 Estos resultados demuestran tres puntos. En primer lugar, la reducción de amina sola tiene un impacto sobre la hidrólisis porque se reduce el grado de hidrólisis. En segundo lugar, mientras que la reducción del nivel de amina es casi hasta el punto de amina residual cero, la reducción en el grado de hidrólisis no está relacionada de manera lineal. De hecho, esto sugiere que incluso una pequeña cantidad de amina todavía puede catalizar la hidrólisis. Por último, mientras que una reducción de AGL desde ~36% de AGL hasta ~23% representa una reducción significativa, sólo conduce a una extensión de aproximadamente 2 semanas a 45°C en cuanto a la estabilidad de la viscosidad.

20 Además, vale la pena indicar que la reducción de amina residual hasta menos de aproximadamente 0,035 mmol/g es extremadamente difícil. Cuando se usan razones molares 1:1 de DMS (razón de n.º de moles de TEA con respecto a DMS), comienzan a producirse reacciones secundarias distintas de la cuaternización pretendida, lo que conduce a impurezas en el material de partida. Por tanto, el límite práctico de esta ruta en cuanto a la estabilidad del producto y la hidrólisis es de aproximadamente el 28% de AGL y 6-8 semanas de almacenamiento a 45°C.

#### Ejemplos 5 a 8

30 Los siguientes ejemplos indican el beneficio adicional que puede conseguirse si se combinan ácidos minerales fuertes (por ejemplo HCl) con materiales de HTTEAQ con niveles de amina residual intermedios (es decir, materiales que son viables desde una perspectiva de fabricación). Esto también se encuentra dentro del alcance de lo que se conoce en la técnica anterior y demuestra las limitaciones del enfoque.

35 En este caso, sólo se usa un material de partida de HTEAQ. Difiere del primer grupo de muestras porque la razón de trietanolamina:ácido graso inicial era de aproximadamente 1:1,85. El motivo de esto es que cuando se usan niveles aumentados de DMS (dando niveles de amina inferiores), se producen niveles superiores de triéster cuaternario como consecuencia. [Esto es porque el triéster es la amina más difícil de convertir y como tal es la especie predominante en la mezcla de amina residual. Por tanto, cuando se usa DMS extra, sólo hay triesteramina para reaccionar con el mismo, por tanto la proporción de triéster cuaternario aumenta]. Por tanto, con el fin de mantener el equilibrio de la razón de mono, di y triéster de las muestras en el primer grupo de experimentos, fue necesario alterar las razones de partida de TEA:FA para compensar esto (hasta la 1:1,85 inferior). El nivel de amina residual del compuesto cuaternario resultante es de 0,041 mmol/g.

45 La formulación general y el procedimiento de fabricación era el mismo que para los ejemplos 1 a 4 excepto porque se añade HCl 1 molar a la mezcla final a temperatura ambiente hasta que se consiguió el pH deseado.

Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| Ejemplo | pH del producto | Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE) |
|---------|-----------------|---|
| 5       | 2,5             | 22,79   |
| 6       | 2,6             | 23,63   |
| 7       | 2,7             | 27,87   |
| 8       | 2,8             | 29,24   |

#### Estabilidad de la viscosidad

50 Todos los ejemplos tenían una viscosidad aceptable a las 6 semanas pero espesamiento inaceptable a las 8 semanas, produciéndose espesamiento en los ejemplos 7 y 8 antes que en los ejemplos 5 y 6.

Los datos de CDB para la formulación se muestran en la siguiente tabla.

| Ejemplo | Plastificante (P) | Razón de HT-TEAQ:P | pH  | Temperatura del pico de transición de CDB principal (°C) |
|---------|-------------------|--------------------|-----|--|
| 5       | Stenol 16-18L     | 12:1               | 2,5 | 60   |
| 6       | Stenol 16-18L     | 12:1               | 2,6 | 59,3   |
| 7       | Stenol 16-18L     | 12:1               | 2,7 | 58,7   |

5 De nuevo, esto demuestra los beneficios y las limitaciones del uso de menos cantidad de amina y reducción del pH en combinación con TEAQ dura y agentes coactivos convencionales y agentes coactivos grasos lineales. La reducción de la hidrólisis es posible pero en general las muestras todavía siguen siendo estables durante sólo 8 semanas a 45°C antes de gelificarse.

10 Ejemplos 9 y A a E

Los siguientes ejemplos de la invención pretenden demostrar la ventaja obtenida cuando se combina la reducción del pH con los agentes coactivos plastificantes. En estos ejemplos el material de partida de HTTEAQ básico de la invención es el mismo que para los ejemplos 5 a 8 (es decir, basándose en una razón de partida de TEA:ácido graso de 1:1,85 y con el nivel de amina de 0,041 mmol/g). Las formulaciones básicas se detallan en la siguiente tabla, en este caso el agente coactivo plastificante es alcohol oleílico.

|                                     | Ejemplo 9                             | Ejemplo A                             | Ejemplo B                             | Ejemplo C                             | Ejemplo D                             | Ejemplo E                             |
|-------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| <b>HTTEAQ</b>                       | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  |
| <b>Alcohol oleílico<sup>1</sup></b> | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  |
| <b>Perfume</b>                      | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  |
| <b>Componentes minoritarios</b>     | Colorante, antiespumante, conservante |
| <b>Agua</b>                         | Hasta el 100%                         |
| <b>HCl 1 M</b>                      | pH no ajustado = 3,25                 | Para dar un pH = 2,7                  | Para dar un pH = 2,6                  | Para dar un pH = 2,5                  | Para dar un pH = 2,4                  | Para dar un pH = 2,2                  |

<sup>1</sup> obtenido de Sigma-Aldrich (calidad técnica del 85%)

20 Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| Ejemplo | pH del producto | Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE) |
|---------|-----------------|---|
| 9       | 3,25            | 29,94   |
| A       | 2,7             | 18,13   |
| B       | 2,6             | 15,63   |
| C       | 2,5             | 14,84   |
| D       | 2,4             | 13,82   |
| E       | 2,2             | 12,00   |

Estabilidad de la viscosidad

25 El ejemplo 9 tenía una viscosidad aceptable a las 8 semanas pero se había espesado de manera inaceptable a las 10 semanas

Los ejemplos A y B tenían una viscosidad aceptable a las 12 semanas pero se habían espesado de manera inaceptable a las 14 semanas

30 Los ejemplos C y D tenían una viscosidad aceptable a las 14 semanas pero se habían espesado de manera inaceptable a las 16 semanas

El ejemplo E tenía una viscosidad aceptable tras 16 semanas

35 Los datos de CDB para la formulación se muestran en la siguiente tabla.

| <b>Ejemplo</b> | <b>Plastificante (P)</b> | <b>Razón de HT-TEAQ:P</b> | <b>pH</b> | <b>Temperatura del pico de transición de CDB principal (°C)</b> | <b>Temperatura de transiciones de CDB minoritarias</b> |
|----------------|--------------------------|---------------------------|-----------|---|--|
| <b>9</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 3,25      | 50,7 y 37,6   | -  |
| <b>A</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 2,7       | 51,0  | 37,1   |
| <b>B</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 2,6       | 50,8  | 36,9   |
| <b>C</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 2,5       | 50,8  | 36,8   |
| <b>D</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 2,4       | 51,4  | 37,1   |
| <b>E</b>       | Alcohol oleílico         | 12:1                      | 2,2       | 51,5  | 36,8   |

Ejemplos 10 y F a J

- 5 Ejemplos adicionales de la invención que usan una razón diferente de HTTEAQ con respecto a alcohol oleílico. Se prepararon las formulaciones tal como se describió anteriormente.

|                                 |                                       |                                       |                                       |                                       |                                       |                                       |
|---------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
|                                 | <b>Ejemplo 10</b>                     | <b>Ejemplo F</b>                      | <b>Ejemplo G</b>                      | <b>Ejemplo H</b>                      | <b>Ejemplo I</b>                      | <b>Ejemplo J</b>                      |
| <b>HTTEAQ</b>                   | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  |
| <b>Alcohol oleflico</b>         | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  |
| <b>Perfume</b>                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  |
| <b>Componentes minoritarios</b> | Colorante, antiespumante, conservante |
| <b>Agua</b>                     | Hasta el 100%                         |
| <b>HCl 1 M</b>                  | pH no ajustado = 3,42                 | Para dar un pH = 2,7                  | Para dar un pH = 2,6                  | Para dar un pH = 2,5                  | Para dar un pH = 2,4                  | Para dar un pH = 2,2                  |

Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| <b>Ejemplo</b> | <b>pH del producto</b> | <b>Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE)</b> |
|----------------|------------------------|--|
| 10             | 3,42                   | 25,41  |
| F              | 2,7                    | 11,92  |
| G              | 2,6                    | 11,03  |
| H              | 2,5                    | 11,06  |
| I              | 2,4                    | 11,68  |
| J              | 2,2                    | 12,36  |

Estabilidad de la viscosidad

5 Todos los ejemplos tenían una viscosidad aceptable tras 16 semanas, siendo la viscosidad del ejemplo 10 superior a la de los ejemplos F a J

Los datos de CDB para las formulaciones se muestran en la siguiente tabla.

| Ejemplo | Plastificante (P) | Razón de HT-TEAQ:P | pH   | Temperatura del pico de transición de CDB principal (°C) |
|---------|-------------------|--------------------|------|--|
| 10      | Alcohol oleílico  | 6:1                | 3,42 | 45,0 y 49,7  |
| F       | Alcohol oleílico  | 6:1                | 2,7  | 43,4 y 49,3  |
| B       | Alcohol oleílico  | 6:1                | 2,6  | 43,2 y 48,9  |
| H       | Alcohol oleílico  | 6:1                | 2,5  | 44,9 y 49,9  |
| I       | Alcohol oleílico  | 6:1                | 2,4  | 45,8   |
| J       | Alcohol oleílico  | 6:1                | 2,2  | 48,5   |

10 La comparación de las cifras de hidrólisis para los ejemplos 5, 6 y 7 y los ejemplos A, B y C y también frente a los ejemplos F, G y H muestra claramente la hidrólisis reducida obtenida cuando se combina la reducción del pH con los agentes coactivos plastificantes. Además, se mantiene el beneficio a pH de tan sólo 2,2. Esta estabilidad química adicional también se refleja en la estabilidad de la viscosidad superior con la muestra que sobrevive >16 semanas a 45°C que es significativamente superior a los ejemplos 1 a 8 (que tienen el agente coactivo de alcohol graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> completamente endurecido) y los ejemplos 9 y 10 que no tienen la reducción del pH.

Ejemplos 11 y K a M

20 Ejemplos adicionales con un agente coactivo de alcohol ramificado que actúa como plastificante (Isofol 18E de Sasol) que es una mezcla de alcoholes de cadena ramificada que comprende 2-hexil y 2-octil-dodecanol.

|                          | Ejemplo 11                            | Ejemplo K                             | Ejemplo L                             | Ejemplo M                             |
|--------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| HTTEAQ                   | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  | 5,53                                  |
| Isofol 18E               | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  | 0,39                                  |
| Perfume                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  |
| Componentes minoritarios | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante |
| Agua                     | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         |
| HCl 1 M                  | pH no ajustado = 3,24                 | Para dar un pH = 2,7                  | Para dar un pH = 2,5                  | Para dar un pH = 2,2                  |

Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| Ejemplo | pH del producto | Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE) |
|---------|-----------------|---|
| 11      | 3,24            | 24,68   |
| K       | 2,7             | 11,75   |
| L       | 2,5             | 10,72   |
| M       | 2,2             | 12,40   |

25

Estabilidad de la viscosidad

El ejemplo 11 tenía una viscosidad inaceptable a las 10 semanas

30 Los ejemplos K a M tenían una viscosidad aceptable tras 12 semanas, comenzando a espesarse el ejemplo K

Los datos de CDB para la formulación se muestran en la siguiente tabla.

| Ejemplo | Plastificante | Razón de HT-TEAQ:P | pH   | Temperatura del pico de transición de CDB principal (°C) | Temperatura de transiciones de CDB minoritarias |
|---------|---------------|--------------------|------|--|---|
| 11      | Isofol 18E    | 12:1               | 3,24 | 41,8   | 51,5  |
| M       | Isofol 18E    | 12:1               | 2,7  | 40,7   | 51,0  |
| L       | Isofol 18E    | 12:1               | 2,5  | 40,7   | 51,3  |

|          |            |      |     |      |      |
|----------|------------|------|-----|------|------|
| <b>K</b> | Isofol 18E | 12:1 | 2,2 | 39,7 | 51,3 |
|----------|------------|------|-----|------|------|

Ejemplos 12 y N a P

Ejemplos adicionales de la invención que usan una razón diferente de HTTEAQ con respecto a Isofol 18E.

5

|                                 | <b>Ejemplo 12</b>                     | <b>Ejemplo N</b>                      | <b>Ejemplo O</b>                      | <b>Ejemplo P</b>                      |
|---------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| <b>HTTEAQ</b>                   | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  | 5,14                                  |
| <b>Isofol 18E</b>               | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  | 0,72                                  |
| <b>Perfume</b>                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  | 0,34                                  |
| <b>Componentes minoritarios</b> | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante |
| <b>Agua</b>                     | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         |
| <b>HCl 1 M</b>                  | pH no ajustado = 3,37                 | Para dar un pH = 2,7                  | Para dar un pH = 2,5                  | Para dar un pH = 2,2                  |

Los niveles de ácido graso tras 8 semanas de almacenamiento a 45°C se muestran en la tabla a continuación.

| <b>Ejemplo</b> | <b>pH del producto</b> | <b>Nivel de AGL tras 8 semanas a 45°C (% en peso de AGE)</b> |
|----------------|------------------------|--|
| 12             | 3,37                   | 21,04  |
| N              | 2,7                    | 9,20   |
| O              | 2,5                    | 7,90   |
| P              | 2,2                    | 10,47  |

10 **Estabilidad de viscosidad**

El ejemplo 12 se espesó de manera inaceptable a las 8 semanas

15

El ejemplo N se espesó ligeramente menos que el ejemplo 12

El ejemplo O tenía una viscosidad aceptable tras 12 semanas

El ejemplo P se espesó a las 10 semanas y hasta un nivel inaceptable a las 12 semanas

20

Los resultados demostraron que la formulación con el grado más bajo de hidrólisis era la más estable tras almacenamiento a 45°C.

Los datos de CDB de las formulaciones se muestran en la siguiente tabla.

| <b>Ejemplo</b> | <b>Plastificante</b> | <b>Razón de HT-TEAQ:P</b> | <b>pH</b> | <b>Temperatura del pico de transición de CDB principal (°C)</b> | <b>Temperatura de transiciones de CDB minoritarias</b> |
|----------------|----------------------|---------------------------|-----------|---|--|
| <b>12</b>      | Isofol 18E           | 6:1                       | 3,37      | 41,6  | -  |
| <b>P</b>       | Isofol 18E           | 6:1                       | 2,7       | 40,5  | -  |
| <b>O</b>       | Isofol 18E           | 6:1                       | 2,5       | 38,4  | -  |
| <b>N</b>       | Isofol 18E           | 6:1                       | 2,2       | 40,5  | 49,3   |

25

Ejemplo Q

El siguiente ejemplo demuestra que los beneficios también pueden obtenerse en formulaciones concentradas. Este material de partida de HTTEAQ para este ejemplo es el mismo que para los ejemplos 5 a 8.

30

HTTEAQ 13,45%

Isofol 20 0,57%

35

Perfume 0,95%

HCl 1 M 0,69%

40

Componentes minoritarios (colorante, perfume, conservante)

Disol. de CaCl<sub>2</sub> al 5% 0,3%

Agua hasta el 100%

El procedimiento de preparación de esta composición fue

- 5
- calentar el agua hasta 65°C
  - añadir el HCl
- 10
- añadir los componentes minoritarios y mezclar
  - fundir previamente el HTTEAQ y el Isofol, entonces añadirlos al agua con agitación
- 15
- mezclar con nuevo cálculo
  - añadir la mitad del CaCl<sub>2</sub>
  - mezclar con alto cizallamiento para un volumen de lote de 1 con recirculación
- 20
- comenzar a enfriar
  - mezclar con alto cizallamiento para un volumen de lote de 1 con recirculación mientras que se enfría
- 25
- añadir perfume a 50°C
  - enfriar hasta 30°C
  - añadir el CaCl<sub>2</sub> restante

30 Tras almacenamiento a 45°C durante 8 semanas, se midió el ácido graso libre (como un porcentaje de los sólidos totales en la composición) al 9,8%. Claramente, mientras que hay una diferencia en los niveles de agente activo totales en la composición (en comparación con el ejemplo 3 que es un ejemplo diluido preparado usando HTTEAQ con un nivel de amina residual comparable del HTTEAQ), los beneficios de esta invención son obvios porque el AGL tras 8 semanas a 45°C es significativamente inferior (el 9,8% frente al 27,78%).

35 Esto también se refleja en el hecho de que el producto tiene buena estabilidad en almacenamiento a 45°C de más de 12 semanas. De nuevo, comparándolo frente a los diluidos de los ejemplos 5-8, estos productos son estables durante >12 semanas a 45°C (en contraposición a las ~8 semanas para estos diluidos basados en agentes coactivos lineales completamente endurecidos). Dado que los diluidos son habitualmente más sencillos de preparar y más robustos que los concentrados, esto demuestra la ventaja de la invención en cuanto a preparar concentrados estables con excelente estabilidad hidrolítica.

Ejemplos R y S

45 Ejemplos adicionales de la invención que usan el agente activo de suavizado de materiales textiles, HT DEEDMAC se facilitan en la tabla a continuación.

|                                 | <b>Ejemplo R</b>                      | <b>Ejemplo S</b>                      |
|---------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| <b>HT DEEDMAC</b>               | 5,14                                  |                                       |
| <b>Isofol 18E</b>               | 0,77                                  | -                                     |
| <b>Alcohol oleílico</b>         | -                                     | 0,77                                  |
| <b>Perfume</b>                  | 0,34                                  | 0,34                                  |
| <b>Componentes minoritarios</b> | Colorante, antiespumante, conservante | Colorante, antiespumante, conservante |
| <b>Agua</b>                     | Hasta el 100%                         | Hasta el 100%                         |
| <b>HCl 1 M</b>                  | Ajustado a pH 2,5                     | Ajustado a pH 2,5                     |

50 Puede prepararse HT DEEDMAC haciendo reaccionar 1 mol de metildietanolamina (MDEA) con aproximadamente 2 mol de ácido graso de sebo duro. Entonces se somete a cuaternización la amina resultante usando cloruro de metilo. El resultado es un material de partida con un 90% de sólidos (siendo el 10% restante IPA).

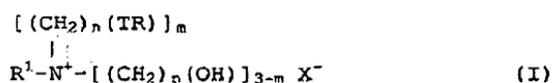
**REIVINDICACIONES**

1. Composición de suavizado de materiales textiles que tiene un pH de desde 2 hasta 3 y que comprende
- 5 a) de desde el 1,5 hasta el 50% en peso de un compuesto de suavizado de materiales textiles catiónico que tiene dos o más cadenas de alquilo o alquenilo teniendo cada una una longitud de cadena promedio igual a, o superior a C<sub>8</sub> conectadas cada una con un átomo de nitrógeno por medio de al menos un enlace éster, siendo el índice de yodo del ácido o compuesto de acilo graso original del que se derivan las cadenas de alquilo o alquenilo de desde 0 hasta 20, preferiblemente de 0 a 5, más preferiblemente de 0 a 2, lo más preferiblemente 0, estando el compuesto de suavizado libre de enlaces amida de ácido,
- 10 b) al menos el 0,15% en peso de perfume, y
- 15 c) un plastificante que es líquido a temperatura ambiente, en una cantidad eficaz de manera que la composición de acondicionamiento de materiales textiles tiene un pico de transición de fase principal de no más de 52°C medido mediante calorimetría diferencial de barrido (CDB).

en la que el plastificante se selecciona de

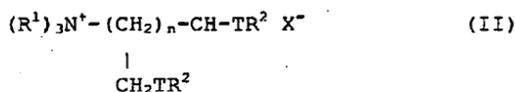
- 20 (i) alcoholes insaturados y/o ramificados que contienen desde 12 hasta 18 átomos de carbono y ácidos grasos insaturados y/o ramificados,
- 25 (ii) ésteres grasos de cadena larga, y
- (iii) copolímeros de bloque de D(polioxipropileno)(polioxetileno)(polioxipropileno).

2. Composición según la reivindicación 1, en la que la razón en peso de compuesto de suavizado de materiales textiles con respecto a plastificante está en el intervalo de 3:1 a 50:1.
- 30 3. Composición según la reivindicación 2, en la que la razón en peso de compuesto de suavizado de materiales textiles con respecto a plastificante está en el intervalo de 5:1 a 25:1.
- 35 4. Composición según cualquier reivindicación anterior, en la que el compuesto de suavizado de materiales textiles se selecciona de compuestos de fórmula:



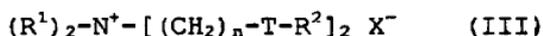
en la que cada R se selecciona independientemente de un grupo alquenilo o alquilo C<sub>5-35</sub>; R<sup>1</sup> representa un grupo alquilo C<sub>1-4</sub>, alquenilo C<sub>2-4</sub> o hidroxialquilo C<sub>1-4</sub>; T es generalmente O-CO (es decir, un grupo éster unido a R mediante su átomo de carbono), pero puede ser alternativamente CO-O (es decir, un grupo éster unido a R mediante su átomo de oxígeno); n es un número seleccionado de desde 1 hasta 4; m es un número seleccionado de 1, 2 ó 3; y X<sup>-</sup> es un contraión aniónico, tal como un haluro o sulfato de alquilo, por ejemplo cloruro o sulfato de metilo.

- 45 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el compuesto de suavizado de materiales textiles se selecciona de compuestos de fórmula:



en la que cada grupo R<sup>1</sup> se selecciona independientemente de grupos alquilo C<sub>1-4</sub>, hidroxialquilo o alquenilo C<sub>2-4</sub>; y en la que cada grupo R<sup>2</sup> se selecciona independientemente de grupos alquenilo o alquilo C<sub>8-28</sub>; y en la que n, T y X<sup>-</sup> son tal como se definen en la reivindicación 4.

6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el compuesto de suavizado de materiales textiles se selecciona de compuestos de fórmula:



en la que cada grupo R<sup>1</sup> se selecciona independientemente de grupos alquilo C<sub>1-4</sub> o alqueno C<sub>2-4</sub>; y en la que cada grupo R<sup>2</sup> se selecciona independientemente de grupos alqueno o alquilo C<sub>8-28</sub>; y n, T y X<sup>-</sup> son tal como se definen en la reivindicación 4.

- 5 7. Composición según cualquier reivindicación anterior, en la que el plastificante se selecciona de alcoholes insaturados y/o ramificados que contienen desde 12 hasta 18 átomos de carbono y ácidos grasos insaturados y/o ramificados.
- 10 8. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el plastificante se selecciona de ésteres grasos de cadena larga.
9. Composición según la reivindicación 7, en la que el plastificante es un alcohol ramificado que tiene de 12 a 18 átomos de carbono.
- 15 10. Composición según cualquier reivindicación anterior, teniendo la composición una temperatura de transición de fase principal inferior a 50°C, preferiblemente inferior a 45°C.