

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 484 719**

51 Int. Cl.:

**C11D 1/62** (2006.01)

**C11D 3/00** (2006.01)

**C11D 3/20** (2006.01)

**C07C 213/06** (2006.01)

**C07C 213/08** (2006.01)

**C07C 219/06** (2006.01)

**C07C 219/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2011 E 11709123 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.04.2014 EP 2553066**

54 Título: **Composición activa suavizante de telas**

30 Prioridad:

**01.04.2010 US 319950 P**

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

**12.08.2014**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**KÖHLE, HANS-JÜRGEN;  
KOTTKE, ULRIKE;  
JAKOB, HARALD y  
HILDEBRAND, JENS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 484 719 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 activa suavizante de telas.

La presente invención se refiere a composiciones activas suavizantes de telas que tienen alta eficiencia de suavizado y estabilidad satisfactoria al almacenamiento en formulaciones acuosas, que pueden procesarse a formulaciones acuosas sin el uso de disolventes volátiles.

Sales de amonio cuaternario que llevan dos restos hidrocarbonados hidrófobos de cadena larga han encontrado uso extendido como agentes activos suavizadores de telas. Las sales de amonio cuaternario de alcanolaminas esterificadas con, por término medio, dos restos ácido graso por molécula, a las que se hace referencia comúnmente como éster-quats, han reemplazado en gran parte a los compuestos anteriores de alquilamonio cuaternarios debido a su biodegradabilidad.

Para uso en productos suavizadores del ciclo de aclarado, una composición activa suavizadora tiene que cumplir varios requisitos, que son algunas veces conflictivos:

- alta eficiencia de suavizado en términos de tacto suave y rehumectabilidad de la tela,
- estabilidad satisfactoria al almacenamiento en dispersión acuosa con poco cambio en la viscosidad de la dispersión, y
- manipulación y procesamiento cómodos en estado líquido.

Los éster-quats que han encontrado el uso técnico más extenso y que establecen hoy en día el estándar para eficiencia de suavizado, son diésteres de ácidos grasos de metilsulfato de metiltrietanolamonio, y diésteres de ácidos grasos de cloruro de dimetildietanol-amonio. Sin embargo, las dispersiones acuosas de estos agentes suavizadores de telas tienen estabilidad limitada y el almacenamiento prolongado de tales dispersiones acuosas a temperaturas que exceden de 40°C conducirá usualmente a un aumento inaceptable en la viscosidad de la dispersión o a la sedimentación del principio activo suavizador. Adicionalmente, estos principios activos suavizadores de telas no pueden manipularse y procesarse a dispersiones acuosas sin la adición de disolvente, debido a sus elevados puntos de fusión y viscosidades en fusión y a la estabilidad térmica e hidrolítica limitada de los principios activos suavizadores de telas. Por tanto, aquéllos se suministran y procesan usualmente con un contenido de 5 a 15% en peso de etanol o isopropanol, lo cual requiere precauciones adicionales debidas a la volatilidad e inflamabilidad del disolvente.

EP 0 293 955 A2 y EP 0 302 567 A2 dan a conocer dispersiones acuosas suavizantes de telas que tienen alta estabilidad al almacenamiento y poco cambio en viscosidad durante el almacenamiento y un método para preparación de tales dispersiones. Estas composiciones contienen un diéster de ácido graso de una sal de bis-(2-hidroxiopropil)-dialquilamonio como el principio activo suavizador de telas en la forma de partículas submicrométricas. Sin embargo, la preparación de estas dispersiones requiere procesamiento del principio activo suavizador de telas mezclado con 5 a 50% en peso de un alcohol monovalente C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. En los ejemplos, se utiliza diéster del ácido palmítico de cloruro de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio como el principio activo suavizador de telas, utilizándose isopropanol como el disolvente.

DE 24 30 140 C3 da a conocer diésteres de ácido graso de sales de bis-(2-hidroxiopropil)-dialquilamonio para proporcionar principios activos líquidos suavizadores de telas. El Ejemplo 2 da a conocer la preparación de un diéster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio por reacción de un diéster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina de un ácido graso que tiene una longitud media de cadena de 19 a 20 átomos de carbono y que comprende 90% en peso de restos ácido graso insaturado con sulfato de dimetilo en una ratio molar de 1:1.

EP 1.018.541 A1 da a conocer composiciones claras suavizantes de telas que comprenden un éster-quat y un fenol alcoxilado con disolvente de alcohol C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> ramificado. El Ejemplo 6 da a conocer una composición que contiene un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio que tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina de 1,8 derivada de un ácido graso que tiene una longitud media de cadena de 18 átomos de carbono y un índice de yodo de aproximadamente 150. El éster-quat activo se procesa con adición de 10% en peso de isopropanol cuando se fabrica esta composición, como se expone en el párrafo [0026].

WO 00/06678 da a conocer éster-quats incompletamente esterificados de alcanolaminas de cadena ramificada, que según se reivindica tienen puntos de fusión bajos y alta estabilidad a la hidrólisis, y propone dejar por término medio un grupo hidroxilo de la alcanolamina sin esterificar. El Ejemplo 50 da a conocer un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio producido por cuaternización de un éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina de 1,26 derivada de un ácido graso que tiene una longitud de cadena de 12 a 14 átomos de carbono.

DE 36 08 093 A1 da a conocer composiciones acuosas concentradas suavizantes de telas que comprenden un éster-quat con dos grupos acilo, un ácido graso o una sal alcalina del mismo en una cantidad de 1/70 a 1/3 de la

cantidad del éster-quat y una composición disolvente de agua, glicerol y un disolvente orgánico adicional en una cantidad total de 1/6 a dos veces la cantidad del éster-quat. El Ejemplo 4 da a conocer una composición que contiene 45% en peso de diéster de ácido oleico metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio, 1% en peso de sal de sodio de ácido graso de sebo, 11,5% en peso de agua, 11,5% en peso de glicerol, 17,5% en peso de 2-propanol, 6% en peso de propilenglicol y 3% en peso de dipropilenglicol.

Los principios activos de éster-quats dados a conocer en DE 24 30 140 C3, EP 1.018.541 A1 y WO 00/06678 tienen puntos de fusión bajos, pero proporcionan una eficiencia de suavizado insuficiente debido al alto grado de insaturación de los restos ácido graso o al elevado contenido de componente monoéster-quat. Por otra parte, éster-quats similares derivados de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con un contenido bajo de monoéster-quat, hechos de ácidos grasos con un grado de insaturación bajo, como el descrito en EP 302 567 A2, proporcionan la eficiencia de suavizado requerida, pero exhiben puntos de fusión y viscosidades en fusión altos y por consiguiente requieren adición de un disolvente para manipulación y procesamiento.

Por tanto, existe todavía necesidad de principios activos suavizantes de telas que puedan manipularse y procesarse sin un disolvente sin poner en compromiso la estabilidad al almacenamiento en dispersión acuosa con escaso cambio en la viscosidad de la dispersión.

Se ha encontrado ahora que composiciones activas suavizantes de telas basada en un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio producido a partir de ácidos grasos con una longitud específica de cadena y un grado específico de insaturación y que tienen una ratio molar particular de restos ácido graso a restos amina, que comprenden una cantidad específica de ácido graso libre, proporcionan alta eficiencia de suavizado y estabilidad satisfactoria al almacenamiento en dispersión acuosa, y al mismo tiempo pueden manipularse y procesarse en estado líquido sin adición de un disolvente inflamable.

La presente invención está dirigida por tanto a una composición activa suavizante de telas, que comprende al menos 50% en peso de un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio que tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina de 1,5 a 1,99, una longitud media de cadena de los restos ácido graso de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de los restos ácido graso, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50, y de 0,5 a 5% en peso de ácido graso.

La invención está dirigida también a un método para fabricación de tales composiciones, que comprende los pasos de hacer reaccionar bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con un ácido graso que tiene una longitud media de cadena de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una ratio molar de ácido graso a amina de 1,51 a 2,1 con eliminación de agua hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 10 mg KOH/g, seguido por reacción con sulfato de dimetilo a una ratio molar de sulfato de dimetilo a amina de 0,90 a 0,97 y preferiblemente de 0,92 a 0,95 hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 8 mg KOH/g.

La composición activa suavizante de telas de la invención comprende al menos 50% en peso de un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio. La composición comprende preferiblemente desde 85 a 99% en peso de dicho éster. El uso de una sal metilsulfato proporciona sorprendentemente a la vez un punto de fusión más bajo de la composición y una mejor estabilidad a la hidrólisis de una dispersión acuosa de la composición comparada con una sal cloruro como se utiliza en EP 0 293 955 A2 y EP 0 302 567 A2.

El éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio es una mezcla de al menos un diéster de fórmula  $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2 \text{CH}_3\text{OSO}_3^-$  y al menos un monoéster de fórmula  $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R}) \text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ , donde R es el grupo hidrocarbonado de un resto ácido graso RCOO. El éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina de 1,5 a 1,99, y preferiblemente de 1,85 a 1,99. La ratio molar especificada es esencial para alcanzar simultáneamente temperatura de reblandecimiento alta y punto de fusión bajo de la composición. Una ratio molar en el intervalo de 1,85 a 1,99 proporciona alta eficiencia de suavizado en ausencia de surfactantes aniónicos o a concentraciones bajas de tales surfactantes. Composiciones activas suavizantes de telas que tienen una ratio molar de este tipo son útiles por tanto para fabricación de suavizadores del ciclo de aclarado destinados a ser utilizados en una aplicación de lavandería donde la ropa lavada se aclara varias veces después del lavado antes de añadir el suavizador del ciclo de aclarado. Una ratio molar comprendida en el intervalo de 1,5 a menos de 1,85 proporciona eficiencia de suavizado satisfactoria en presencia de surfactantes aniónicos. Las composiciones activas suavizantes de telas que tienen una ratio molar de este tipo son útiles por tanto para fabricación de suavizadores del ciclo de aclarado destinados a ser utilizados en una aplicación de lavandería donde el suavizador del ciclo de aclarado se añade al aclarado inmediatamente después del lavado.

El resto ácido graso del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio se deriva de una mezcla de ácidos grasos de fórmula  $\text{RCOOH}$ , donde R es un grupo hidrocarbonado. El grupo hidrocarbonado puede ser ramificado o no ramificado, y preferiblemente es no ramificado.

El resto ácido graso tiene una longitud media de cadena de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50. La longitud media de cadena está comprendida preferiblemente

entre 16,5 y 17,8 átomos de carbono. Preferiblemente, el resto ácido graso tiene un índice de yodo de 1,0 a 50, más preferiblemente de 2 a 50, aún más preferiblemente de 5 a 40 y muy preferiblemente de 15 a 35. La longitud de cadena se calcula sobre la base de la fracción en peso de ácidos grasos individuales en la mezcla de ácidos grasos. Para ácidos grasos de cadena ramificada, la longitud de cadena se refiere a la cadena consecutiva más larga de átomos de carbono. El índice de yodo es la cantidad de yodo en g consumida sobre la reacción de los enlaces dobles de 100 g de ácido graso, determinada por el método de ISO 3961. Con objeto de proporcionar la longitud de cadena media requerida y el índice de yodo, el resto ácido graso se deriva de una mezcla de ácidos grasos que comprenden a la vez ácidos grasos saturados e insaturados. Los ácidos grasos insaturados son preferiblemente ácidos grasos monoinsaturados. El éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio comprende preferiblemente menos de 6% en peso de restos ácido graso multi-insaturados. Ejemplos de ácidos grasos saturados adecuados son ácido palmítico y ácido esteárico. Ejemplos de ácidos grasos monoinsaturados adecuados son ácido oleico y ácido eláidico. La ratio cis-trans de enlaces dobles de restos de ácidos grasos insaturados es preferiblemente mayor que 55:45, y más preferiblemente mayor que 65:35. La fracción de restos ácido graso multi-insaturados puede reducirse por hidrogenación selectiva de toque, que es una hidrogenación que hidrogena selectivamente un enlace doble en una subestructura  $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$ , pero no los enlaces dobles de grupos hidrocarbonados monoinsaturados. La longitud media de cadena especificada y los índices de yodo son esenciales para alcanzar simultáneamente alta temperatura de reblandecimiento y bajo punto de fusión de la composición. Si la longitud media de cadena es menor que 16 átomos de carbono o el índice de yodo es mayor que 50, la eficiencia de suavizado será insatisfactoria, mientras que el punto de fusión de la composición puede llegar a ser demasiado alto si la longitud media de cadena es mayor de 18 átomos de carbono.

El resto ácido graso puede derivarse de ácidos grasos de origen natural o sintético y se deriva preferiblemente de ácidos grasos de origen natural, muy preferiblemente de ácidos grasos de origen vegetal. El índice de yodo requerido puede proporcionarse por utilización de una mezcla de ácidos grasos de origen natural que tiene ya dicho índice de yodo, por ejemplo un ácido graso de sebo. Alternativamente, el índice de yodo requerido puede proporcionarse por hidrogenación parcial de una mezcla de ácidos grasos o una mezcla de triglicéridos que tiene un índice de yodo mayor. En una realización adicional y preferida, el índice de yodo requerido se proporciona mezclando una mezcla de ácidos grasos que tiene un índice de yodo mayor con una mezcla de ácidos grasos saturados. La mezcla de ácidos grasos saturados puede obtenerse sea por hidrogenación de una mezcla de ácidos grasos que contiene ácidos grasos insaturados o de una mezcla de triglicéridos hidrogenados, tal como un aceite vegetal hidrogenado.

La composición activa suavizante de telas de la presente invención comprende adicionalmente desde 0,5 a 5% en peso de ácido graso además del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio. La composición comprende preferiblemente desde 1 a 5% y más preferiblemente desde 2 a 5% en peso de ácido graso. El ácido graso puede estar presente como ácido graso libre o en la forma de una sal del ácido graso con ésteres de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina no cuaternizados. La composición activa suavizante de telas comprende preferiblemente una mezcla de ácidos grasos, que es preferiblemente de origen natural y muy preferiblemente de origen vegetal. En la realización más preferida, los restos ácido graso del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio se derivan de la misma mezcla de ácidos grasos que está presente en la composición en una cantidad de 0,5 a 5% en peso. La cantidad especificada de ácido graso es esencial para alcanzar un punto de fusión bajo de la composición sin poner en compromiso la estabilidad al almacenamiento en dispersión acuosa. Si la composición comprende menos de 0,5% en peso de ácido graso, el punto de fusión de la composición puede ser demasiado alto, mientras que un contenido mayor que 5% en peso de ácido graso en la composición tendrá el efecto de que las dispersiones acuosas preparadas a partir de la composición tienen viscosidades anormalmente altas y baja estabilidad de la dispersión. Por ajuste de la cantidad de ácido graso dentro del intervalo reivindicado, pueden prepararse composiciones de la presente invención que tienen viscosidades en fusión bajas sin utilizar disolvente o diluyente alguno. Tales composiciones hacen posible la fabricación de dispersiones acuosas suavizantes del ciclo de aclarado que no contienen disolvente alguno o una cantidad mínima de disolvente.

La composición activa suavizante de telas de la presente invención comprende preferiblemente menos de 2% en peso y más preferiblemente menos de 0,5% en peso de agua. Composiciones que tienen dicho bajo contenido de agua exhiben una estabilidad mejorada al almacenamiento en estado fundido y por consiguiente pueden guardarse y suministrarse en forma líquida sin poner en compromiso la calidad del producto. Las composiciones que comprenden más agua exhiben una viscosidad en fusión mucho mayor y son por tanto difíciles de procesar en una dispersión acuosa.

La composición activa suavizante de telas de la presente invención comprende preferiblemente menos de 10% en peso y más preferiblemente menos de 1% en peso de disolventes que tienen un punto de inflamación menor que 20°C.

En una realización preferida, la composición activa suavizante de telas de la presente invención comprende hasta 9,9% en peso y preferiblemente hasta 5% en peso de al menos un disolvente seleccionado de glicerol, etilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y alquil-monoéteres C1-C4 de etilenglicol, propilenglicol y dipropilenglicol. Ejemplos de alquil-monoéteres C1-C4 de glicol adecuados son 2-metoxietanol, 2-etoxietanol, 2-butoxietanol, 1-metoxi-2-propanol, monometil-éter de dipropilenglicol y monobutil-éter de dipropilenglicol. Las composiciones de acuerdo con esta

realización tienen las ventajas de una baja viscosidad en fusión y una velocidad en fusión próxima a la Newtoniana, es decir que la viscosidad exhibe poco cambio con la fuerza de cizalladura.

En otra realización preferida, la composición activa suavizante de telas de la presente invención comprende desde 2 a 8% en peso de un triglicérido de ácido graso que tiene una longitud media de cadena de los restos ácido graso que va desde 10 a 14 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0 a 15. Las composiciones de acuerdo con esta realización tienen también las ventajas de una viscosidad en fusión baja y una reología en fusión próxima a la Newtoniana, es decir que la viscosidad exhibe poco cambio con la intensidad de cizalladura.

En una realización alternativa preferida, la cantidad de disolventes presente en la composición activa suavizante de telas es menor que 5% en peso y más preferiblemente menor que 1% en peso. Las composiciones de acuerdo con esta realización pueden procesarse ulteriormente en estado fundido para proporcionar dispersiones acuosas exentas de disolvente.

Además de un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio, un ácido graso y opcionalmente un disolvente, la composición activa suavizante de telas de la presente invención puede comprender ulteriormente de modo preferible desde 1,5 a 9% en peso de un éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que contiene los mismos restos ácido graso que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio. El éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina es preferiblemente una mezcla de al menos un diéster de fórmula  $(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2$  y al menos un monoéster de fórmula  $(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})$ . Al menos parte del éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina estará presente en la forma de una sal con el ácido graso de la composición activa presente de telas. Dichas sales son de la estructura  $\text{HN}^+(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2\text{RCOO}^-$  o  $\text{HN}^+(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{RCOO}^-$ . La presencia del éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en la cantidad especificada reduce adicionalmente el punto de fusión de la composición, sin poner en compromiso la eficiencia suavizante ni la estabilidad al almacenamiento en dispersión acuosa.

La composición activa suavizante de telas de la presente invención puede comprender adicionalmente cantidades menores de ésteres de ácido graso metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietyl)-dimetilamonio, ésteres de ácido graso metilsulfato de bis-(1-metil-2-hidroxietyl)-dimetilamonio, ésteres de ácido graso de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietyl)-metilamina y ésteres de ácido graso de bis-(1-metil-2-hidroxietyl)-metilamina.

La composición activa suavizante de telas de la presente invención puede prepararse por mezcla del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio, el ácido graso y los componentes opcionales, tales como disolvente o éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina.

Preferiblemente, la composición activa suavizante de telas de la presente invención se prepara por el método de la invención, que comprende los pasos de hacer reaccionar bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con un ácido graso que tiene una longitud media de cadena de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una ratio molar de ácido graso a amina de 1,51 a 2,1 con adición de agua hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 10 mg KOH/g y hacer reaccionar ulteriormente con sulfato de dimetilo a una ratio molar de sulfato de dimetilo a amina de 0,90 a 0,97 y preferiblemente de 0,92 a 0,95, hasta que el índice total de amina de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 8 mg KOH/g.

En el primer paso del método de la invención, se hace reaccionar bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con el ácido graso en una ratio molar de ácido graso a amina de 1,51 a 2,1, preferiblemente de 1,86 a 2,1, con eliminación de agua. La reacción se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 160 a 220°C. El agua se elimina preferiblemente por destilación de la mezcla de reacción. Durante el curso de la reacción, la presión se reduce preferiblemente desde la presión ambiente a una presión en el intervalo de 100 a 5 milibares para aumentar la eliminación de agua. El primer paso puede llevarse a cabo en presencia de un catalizador ácido, que se utiliza preferiblemente en una cantidad de 0,05 a 0,2% en peso. Catalizadores ácidos adecuados son ácido metanosulfónico, ácido p-toluenosulfónico y ácido hipofosforoso. La reacción se lleva a cabo hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 10 mg KOH/g. El índice de acidez se determina por titulación con una solución alcalina estandarizada de acuerdo con ISO 660, y se calcula como mg KOH por g de muestra. La reacción puede pararse luego por enfriamiento a una temperatura inferior a 80°C a fin de evitar la reacción ulterior del ácido graso y mantener ácido graso sin reaccionar para conseguir la cantidad requerida de ácido graso en el producto final.

En el segundo paso del método de la invención, la mezcla de reacción obtenida en el primer paso se hace reaccionar con sulfato de dimetilo a una ratio molar de sulfato de dimetilo a amina de 0,90 a 0,97 y preferiblemente de 0,92 a 0,95. La reacción se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 60 a 100°C. La reacción se lleva a cabo hasta que el índice total de amina de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 8 mg KOH/g. El índice total de amina se determina por titulación no acuosa con ácido perclórico de acuerdo con el método Tf 2a-64 de la American Oil Chemists Society, y se calcula como mg KOH por g de muestra.

El método de la invención tiene la ventaja de proporcionar una composición activa suavizante de telas de acuerdo con la invención sin requerir paso alguno además de los pasos necesarios para fabricación del éster de ácido graso

metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio. Esta ventaja se consigue por la elección apropiada de la ratio molar de ácido graso a amina y por realización de la reacción de ácido graso y amina al intervalo especificado de índice de acidez, manteniendo una fracción de ácido graso sin reaccionar.

La invención se ilustra por los ejemplos siguientes.

## 5 Ejemplos

General:

La Tabla 1 enumera las fuentes, distribuciones de longitud de cadena de ácido graso e índices de yodo de los ácidos grasos A a G que se utilizaron en los ejemplos. Las distribuciones de longitud de cadena de ácido graso se determinaron por GC después de derivatización del ácido graso como éster metílico.

10 Se prepararon composiciones activas suavizantes de telas por el procedimiento general siguiente, a no ser que se especifique otra cosa en los ejemplos individuales. El ácido graso se dispuso con 0,2% en peso de ácido hipofosforoso al 50% en peso en un reactor calentado eléctricamente, equipado con termómetro, agitador magnético y una columna de rectificación, y se añadió la bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con agitación. La mezcla resultante se calentó con agitación a 200°C y se mantuvo a esta temperatura durante 4 horas a la presión ambiente, destilando el

15 agua a través de la columna de rectificación. La presión se redujo luego a 10 milibares y la mezcla se agitó ulteriormente a 200°C, eliminándose agua con una bomba de vacío, durante el tiempo especificado en el ejemplo individual hasta que se alcanzó el índice de acidez deseado de la mezcla de reacción. La mezcla resultante se enfrió luego a 75°C, se añadió sulfato de dimetilo y la mezcla resultante se agitó durante 2 horas a 70 hasta 90°C.

20 Los contenidos de amina libre, sal de amina y ácido graso en la composición activa suavizante de telas se determinaron por titulación potenciométrica no acuosa con hidróxido de tetrabutilamonio después de la adición de un exceso de una solución de HCl en 2-propanol.

Tabla 1

Fuentes, distribuciones de longitud de cadena de ácido graso e índices de yodo de los ácidos grasos

Ácido graso	A	B	C
Fuente	Taloil*	Sebo, parcialmente hidrogenado	Aceite de colza
C12(0)			
C14(0)		2,1	
C15(0)		0,4	
C16(0)	0,7	27,9	3,2
C16(1)		0,7	
C17(0)	0,2	1,1	
C18(0)	1,8	48,1	1,0
C18 (1)	29,3	15,1	17,1
C18(2)	46,3	0,9	12,7
C18(3)	0,9		7,3
C20(0)	0,2	0,9	0,7
C20(1)	0,4		7,9
C22(0)			0,7
C22 (1)			45,9
C22(2)			0,7
C24(0)			0,2
C24(1)			0,8
Longitud media de cadena	18,0	17,3	20,1
Índice de yodo	150	20	102

Cx(y) denota un ácido graso lineal con x átomos de carbono e y enlaces dobles.

5 \* 20% de ácidos grasos no pudieron saponificarse y analizarse.

Tabla 1 (continuación)

Ácido graso	D	E	F	G
Fuente	Mezcla de origen vegetal	Coco, hidrogenado	Mezcla de origen vegetal, parcialmente hidrogenada	Mezcla de origen vegetal, hidrogenada
C12(0)		46,4		
C14(0)	0,2	53,6	0,8	2,6
C16(0)	19,2		45,3	46,4
C16(1)	0,5			
C18(0)	21,2		13,4	49,3
C18(1)	47,6		37,2	
C18(2)	7,9		1,9	
C18(3)				
C20(0)	0,3		0,2	1,9
C20(1)	0,2			
C22(0)				
C22(1)				
C22(2)				
C24(0)				
C24 (1)				
Longitud media de cadena	17,6	13,1	17,1	17,0
Índice de yodo	61	0,1	37	0,7

5 Las fracciones de monoéster y diéster en el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxipropil)-dimetilamonio se determinaron por HPLC (columna Waters Spherisorb® SCX, eluyente metanol con un tampón de trietilamina de ácido fórmico, detección por RI).

10 Los puntos de fusión se determinaron por el método del capilar como la temperatura máxima del intervalo de fusión utilizando una velocidad de calentamiento de 1°C/min. Las muestras se acondicionaron por fusión de la composición, homogeneización de la masa fundida, solidificación de choque de la masa fundida por vertido de la misma sobre una plancha metálica fría y enfriamiento de la masa fundida solidificada por choque a -16°C durante al menos 4 horas antes de transferirla misma a un capilar de punto de fusión.

Las viscosidades en fusión se midieron a 70°C con un reómetro StressTech de REOLOGICA® Instruments utilizando placas paralelas de 40 mm, una distancia de placa de 0,5 mm y velocidades de cizalladura de 1, 10 y 100 s<sup>-1</sup>.

5 La estabilidad al almacenamiento se determinó para dispersiones acuosas al 10% en peso de las composiciones activas suavizantes de telas que se guardaron durante 6 semanas a 50°C en botellas de vidrio cerradas. Las dispersiones se prepararon dispersando primeramente una masa fundida de la composición activa suavizante de telas calentada a 5 hasta 10°C por encima del punto de fusión en una solución acuosa de HCl al 0,05% en peso precalentada a 5°C por debajo del punto de fusión de la composición utilizando un Super-Dispax-Reactor® IKA SD 41 que operaba a 8000 min<sup>-1</sup>. Después de ello, se añadió una solución acuosa de CaCl<sub>2</sub> al 25% en peso con agitación para proporcionar una concentración de CaCl<sub>2</sub> de 0,025% en peso. Se determinaron los índices de acidez de las dispersiones antes y después del almacenamiento por titulación ácido-base con KOH y NaOH, y se dan como mg KOH/g de dispersión. La viscosidad de las dispersiones antes y después del almacenamiento se determinó a 10 20°C con un viscosímetro Brookfield utilizando el husillo número 1 para viscosidades hasta 100 mPa\*s y el husillo número 2 para viscosidades mayores que 100 mPa\*s.

15 La eficiencia suavizante de una composición activa suavizante de telas se determinó en un test táctil realizado por un panel de personas de test sobre piezas de toalla de algodón tratadas con una dispersión acuosa de la composición. Se lavaron piezas de toalla de algodón de 80 cm x 50 cm de tela de felpa dos veces con un detergente en polvo de acción enérgica, se aclararon dos veces con centrifugado intermedio y final y se secaron al aire colgadas en un tendedero. Muestras de las dispersiones acuosas al 10% en peso de las composiciones activas suavizantes de telas preparadas como se ha descrito arriba se diluyeron con agua fría del grifo para dar 2 l de una solución de aclarado que contenía 0,025% en peso de composición activa suavizante de telas. Las piezas de toalla de algodón lavadas se sumergieron en esta solución de aclarado durante 10 min, se centrifugaron y se secaron al 20 aire a la temperatura ambiente colgando en un tendedero. Después de ello, las piezas de toalla de algodón tratadas se cortaron en 10 piezas iguales de 16 cm x 25 cm, que se distribuyeron a un panel de 9 personas de test que evaluaron la suavidad en una escala que iba desde 0 para una sensación dura y desagradable hasta 5 para 25 sensación suave y satisfactoria. La evaluación de suavidad dada en los ejemplos es la suma de las nueve evaluaciones individuales y puede por consiguiente variar desde 0 a 45. Diferencias en la evaluación de suavidad mayores que 4 son estadísticamente significativas, como se determina por experimentos de repetición comparativos.

Ejemplo 1 (ejemplo comparativo, que corresponde al componente A5 de EP 1.018.541 A1)

30 Se esterificaron 644 g (2,25 moles) de ácido graso A con 182,5 g (1,25 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina a 190°C con 8 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 0,6 mg KOH/g). La mezcla resultante se hizo reaccionar con 151 g (1,20 moles) de sulfato de dimetilo a 60°C. La composición activa suavizante de telas resultante era un líquido viscoso pardusco, que contenía 0,015 milimoles/g (0,5% en peso) de ácido graso y 0,070 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,041 milimoles/g de amina libre y 0,029 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba comprendido entre 8,2% de monoéster y 91,8% de diéster (porcentajes de 35 área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 685 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 488 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 431 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

40 La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,6 mg KOH/g y una viscosidad de 34 mPa\*s antes de almacenamiento, y un índice de acidez de 1,2 mg KOH/g y una viscosidad de 265 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 12.

Ejemplo 2

45 Se repitió el Ejemplo 1 utilizando 954 g (3,49 moles) de ácido graso B, 283 g (1,94 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina y 235 (1,86 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 42°C, que contenía 0,025 milimoles/g (0,7% en peso) de ácido graso y 0,059 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,033 milimoles/g de amina libre y 0,026 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 8,8% de monoéster y 91,2% de diéster (porcentajes de área relativos).

50 La composición tenía una viscosidad en fusión de 47200 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 9880 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 2960 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,5 mg KOH/g y una viscosidad de 18 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 1,1 KOH/g y una viscosidad de 18 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

55 La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 32.

## ES 2 484 719 T3

Ejemplo 3 (ejemplo comparativo, que corresponde al Ejemplo 2 de DE 24 30 140 C3)

Se esterificaron 744,5 g (2,38 moles) de ácido graso C con 174,1 g (1,19 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 15 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción era 1,5 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 142,5 g (1,13 moles) de sulfato de dimetilo durante 4 horas. La composición activa suavizadora de tela resultante era un gel amarillento, que contenía 0,032 milimoles/g (1,0% en peso) de ácido graso y 0,113 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,042 milimoles/g de amina libre y 0,071 milimoles/g de amina protonizada). Las cantidades de monoéster y diéster en el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio no pudieron determinarse por análisis HPLC.

La composición tenía una viscosidad en fusión de 561 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 535 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 469 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

Una dispersión acuosa al 10% en peso preparada con 0,025% en peso de CaCl<sub>2</sub> era muy viscosa. Por tanto, la dispersión para el test de estabilidad se preparó con una cantidad cuatro veces mayor de CaCl<sub>2</sub>, es decir 0,1% en peso de CaCl<sub>2</sub>. La dispersión tenía un índice de acidez de 0,7 mg KOH/g y una viscosidad de 160 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 1,4 mg KOH/g y una viscosidad de 270 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 24.

Ejemplo 4

Se repitió el ejemplo 3 utilizando 948 g (3,47 moles) de ácido graso B, 253,4 g (1,735 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina y 208 g (1,65 moles) de sulfato de dimetilo con 15 horas de tiempo de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción era 1,4 mg KOH/g. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 43°C, que contenía 0,032 milimoles/g (0,9% en peso) de ácido graso y 0,073 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,043 milimoles/g de amina libre y 0,030 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 3,1% de monoéster y 96,9% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 36200 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 7440 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 2160 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,6 mg KOH/g y una viscosidad de 16 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 1,3 mg KOH/g y una viscosidad de 18 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 31.

Los ejemplos 2 y 4 y ejemplos comparativos 1 y 3 demuestran claramente que las composiciones activas suavizantes de telas de la invención proporcionan una eficiencia de suavizado notablemente mejor en términos de tacto suave y mejor estabilidad al almacenamiento de una dispersión acuosa al 10% comparadas con las composiciones activas suavizantes de telas conocidas por EP 1.018.541 A1 y DE 24 30 140 C3.

Ejemplo 5

Se esterificaron 2780 g (10,18 moles) de ácido graso B con 783 g (5,36 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 3 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 5,2 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 642 g (5,10 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 41°C, que contenía 0,075 milimoles/g (2,2% en peso) de ácido graso y 0,123 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,068 milimoles/g de amina libre y 0,055 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 5,5% de monoéster y 94,5% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 2360 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 1090 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup>, y 619 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,8 mg KOH/g y una viscosidad de 28 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 2,8 mg KOH/g y una viscosidad de 12 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 35.

Ejemplo 6

Se esterificaron 1365 g (5,0 moles) de ácido graso B con 384,2 g (2,63 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 14 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción era 1,3 mg

5 KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 315 g (2,5 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 43°C, que contenía 0,025 milimoles/g (0,7% en peso) de ácido graso y 0,113 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,081 milimoles/g de amina libre y 0,032 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 5,7% de monoéster y 94,3% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 16.200 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 4970 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup>, y 1530 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

10 La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,5 mg KOH/g y una viscosidad de 19 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 1,9 mg KOH/g y una viscosidad de 13 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 32.

#### Ejemplo 7

15 Se repitió el paso de esterificación del ejemplo 6 y se mezclaron 1021 g de la mezcla de reacción obtenida con 45 g de ácido graso B. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 193 g (1,53 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 41°C, que contenía 0,151 milimoles/g (4,15% en peso) de ácido graso y 0,162 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,070 milimoles/g de amina libre y 0,092 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 5,7% de monoéster y 94,3% de diéster (porcentajes de área relativos).

20 La composición tenía una viscosidad en fusión de 842 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 663 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup>, y 619 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

25 La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 1,3 mg KOH/g y una viscosidad de 23 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 3,9 mg KOH/g y una viscosidad de 8 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 31.

30 Los Ejemplos 5 a 7 demuestran que la presencia de ácido graso en las composiciones activas suavizantes de telas de la invención contribuye a una viscosidad baja en fusión de la composición, proporciona una reología de la masa fundida próxima a la Newtoniana y no afecta desfavorablemente a la viscosidad de una dispersión acuosa de la composición durante el almacenamiento.

#### Ejemplo 8 (comparativo, índice de yodo más alto)

35 Se esterificaron 970 g (3,5 moles) de ácido graso D con 287 g (1,84 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 3 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 5,6 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 221 g (1,75 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un líquido viscoso amarillo, que contenía 0,054 milimoles/g (1,6% en peso) de ácido graso y 0,129 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,068 milimoles/g de amina libre y 0,061 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 6,6% de monoéster y 93,4% de diéster (porcentajes de área relativos).

40 La composición tenía una viscosidad en fusión de 581 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 538 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 480 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,9 mg KOH/g y una viscosidad de 40 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 2,6 mg KOH/g y una viscosidad de 36 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 23.

45 El Ejemplo 8 demuestra que una composición activa suavizante de telas, que tiene restos ácido graso de la sal de amonio cuaternario con un índice de yodo mayor que el reivindicado, no alcanza una eficiencia suavizante tan alta como la de la composición activa suavizante de telas de la invención.

#### Ejemplo 9 (comparativo, longitud media de cadena más corta)

50 Se esterificaron 1125 g (5,25 moles) de ácido graso E con 403 g (2,76 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 2 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 4,1 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 330 g (2,62 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un gel blanco, que contenía 0,049 milimoles/g (1,1% en peso) de ácido graso y 0,122

milimoles/g de amina no cuaternizada (0,079 milimoles/g de amina libre y 0,043 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 3,2% de monoéster y 96,8% de diéster (porcentajes de área relativos).

5 La composición tenía una viscosidad en fusión de 552 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 550 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 497 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,8 mg KOH/g y una viscosidad de 30 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 2,5 mg KOH/g y una viscosidad de 79 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 16.

10 El Ejemplo 9 demuestra que una composición activa suavizante de telas, que tiene restos ácido graso de la sal de amonio cuaternario con una longitud media de cadena menor que la reivindicada, no alcanza una eficiencia de suavizado tan alta como la de la composición activa suavizante de telas de la invención.

#### Ejemplo 10

15 Se esterificaron 1032 g (3,78 moles) de ácido graso B con 313,3 g (2,16 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 2 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 4,6 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 258,8 g (2,05 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 41°C, que contenía 0,047 milimoles/g (1,3% en peso) de ácido graso y 0,134 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,076 milimoles/g de amina libre y 0,058 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 16,6% de monoéster y 83,4% de diéster (porcentajes de área relativos).

20

La composición tenía una viscosidad en fusión de 27100 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 6040 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 1870 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

25 La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,9 mg KOH/g y una viscosidad de 19 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 2,5 mg KOH/g y una viscosidad de 13 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 27.

30 El Ejemplo 10 demuestra que una composición activa suavizante de telas, que tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina menor que la reivindicada, no alcanza una eficiencia suavizante tan alta como la de la composición activa suavizante de telas de la invención.

#### Ejemplo 11

35 Se esterificaron 919 g (3,37 moles) de ácido graso B con 245,7 g (1,68 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 7 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 5,5 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 201,3 g (1,60 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 43°C, que contenía 0,076 milimoles/g (2,2% en peso) de ácido graso y 0,141 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,084 milimoles/g de amina libre y 0,057 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 0,9% de monoéster y 99,1% de diéster (porcentajes de área relativos).

40 La composición tenía una viscosidad en fusión de 1510 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 687 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 553 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 0,9 mg KOH/g y una viscosidad de 31 mPa\*s antes de almacenamiento y un índice de acidez de 3,3 mg KOH/g y una viscosidad de 12 mPa\*s después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

45 La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 31.

#### Ejemplo 12

50 Se esterificaron 4823 g (17,68 moles) de ácido graso F con 1337,4 g (9,16 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 5 horas de reacción a la presión ambiente y 5 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción era 4,6 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 1096,5 g (8,70 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 38°C, que contenía 0,069 milimoles/g (2,0% en peso) de ácido graso y 0,130 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,071 milimoles/g de amina libre y 0,059 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC

demonstró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 5,9% de monoéster y 94,1% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 592 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 610 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 552 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

5 La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 38.

#### Ejemplo 13

10 Se esterificaron 4088 g (14,9 moles) de ácido graso G con 1129,5 g (7,74 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 4 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción era 3,7 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 926,5 g (7,4 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 52°C, que contenía 0,066 milimoles/g (1,9% en peso) de ácido graso y 0,128 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,073 milimoles/g de amina libre y 0,055 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 6,8% de monoéster y 93,2% de diéster (porcentajes de área relativos).

15 La composición tenía una viscosidad en fusión de 34700 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 8100 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 2630 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 38.

#### Ejemplo 14

20 Se esterificaron 2520,4 g (9,23 moles) de ácido graso B con 692,5 g (4,75 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 5 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 6,1 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 568,6 g (4,51 moles) de sulfato de dimetilo durante 1 hora. Se añadieron luego 180,8 g de dipropilenglicol y la mezcla se homogeneizó por agitación. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 40°C, que contenía 0,083 milimoles/g (2,4% en peso) de ácido graso y 0,119 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,048 milimoles/g de amina libre y 0,071 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 6,8% de monoéster y 93,2% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición tenía una viscosidad en fusión de 368 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 340 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 318 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

30 Ejemplo 15

35 Se esterificaron 3214 g (11,77 moles) de ácido graso B con 883,5 g (6,05 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con 4 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción alcanzó 3,3 mg KOH/g. Se añadieron luego 157 g de aceite de coco refinado y la mezcla resultante se hizo reaccionar con 724,2 g (5,75 moles) de sulfato de dimetilo durante 1 hora. Después de ello, se añadieron 472 g de 2-propanol y la mezcla se homogeneizó por agitación. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 36°C, que contenía 0,049 milimoles/g (1,4% en peso) de ácido graso y 0,125 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,067 milimoles/g de amina libre y 0,058 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 6,3% de monoéster y 93,7% de diéster (porcentajes de área relativos).

40 La composición tenía una viscosidad en fusión de 144 mPa\*s a 1 s<sup>-1</sup>, 107 mPa\*s a 10 s<sup>-1</sup> y 94 mPa\*s a 100 s<sup>-1</sup> de intensidad de cizalladura.

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 34.

#### Ejemplo 16 (ejemplo comparativo, corresponde al ejemplo 50 de WO 00/06678)

45 Se esterificaron 250 g (1,15 moles) de ácido graso Radiacid® 600 con 176,3 g (1,21 moles) de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina durante 14 horas a la presión ambiente hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción fue 2,6 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 137,0 g (1,09 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era una cera amarilla con un punto de fusión de 35°C, que contenía 1,1% en peso de ácido graso. El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio estaba constituido por 84,7% de monoéster y 15,3% de diéster (porcentajes de área relativos).

50 La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 13.

#### Ejemplo 17 (comparativo, ratio molar más baja de restos ácido graso a restos amina)

5 Se esterificaron 378,6 g (1,38 moles) de ácido graso B con 211,5 g (1,45 moles) de bis-(2-hidroxipropil)-metilamina durante 12 horas a la presión ambiente hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción alcanzó 3,8 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 164,5 g (1,60 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era una cera amarilla con un punto de fusión de 40°C, que contenía 1,7% en peso de ácido graso. El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxipropil)-dimetilamonio estaba constituido por 80,7% de monoéster y 19,3% de diéster (porcentajes de área relativos).

La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 13.

#### Ejemplo 18

10 Se esterificaron 411,0 g (1,50 moles) de ácido graso B con 146,0 g (1,0 moles) de bis-(2-hidroxipropil)-metilamina durante 16 horas a la presión ambiente hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción alcanzó 5,0 mg KOH/g. La mezcla resultante se hizo reaccionar con 113,5 g (0,9 moles) de sulfato de dimetilo. La composición activa suavizante de telas resultante era una cera amarilla con un punto de fusión de 38°C, que contenía 2,2% en peso de ácido graso. El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxipropil)-dimetilamonio estaba constituido por 39,0% de monoéster y 61,0% de diéster (porcentajes de área relativos).

15 La composición alcanzó una evaluación de suavidad de 25.

Los ejemplos comparativos 16 y 17 y el Ejemplo 18 demuestran que es necesaria una ratio molar mínima de restos ácido graso a restos amina de 1,5 para alcanzar una eficiencia de suavizado útil.

#### Ejemplo 19 (comparativo, sal cloruro de amonio cuaternario)

20 Se esterificaron 2780 g (10,18 moles) de ácido graso B con 783 g (5,36 moles) de bis-(2-hidroxipropil)-metilamina con 3 horas de reacción a presión reducida hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción alcanzó 5,2 mg KOH/g. se cargaron 469,2 g de la mezcla resultante a un autoclave agitado, se añadieron 195 g de acetonitrilo y el autoclave se cerró y se calentó a 75°C. Se alimentaron 41,75 (0,827 moles) de cloruro de metilo al autoclave mientras se agitaba a 75°C a un régimen tal que se mantuviera la presión en el reactor por debajo de 4 bares, y la mezcla se agitó durante un total de 90 horas a 75 hasta 80°C. Después de ello, se redujo la presión y se separaron por destilación el cloruro de metilo sin reaccionar y el disolvente acetonitrilo. La composición activa suavizante de telas resultante era un sólido blanco con un punto de fusión de 69°C, que contenía 0,085 milimoles/g (2,3% en peso) de ácido graso y 0,152 milimoles/g de amina no cuaternizada (0,103 milimoles/g de amina libre y 0,049 milimoles/g de amina protonizada). El análisis HPLC demostró que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxipropil)-dimetilamonio estaba constituido por 1,0% de monoéster y 99,0% en peso de diéster (porcentajes de área relativos).

30 La dispersión acuosa al 10% tenía un índice de acidez de 1,2 mg KOH/g y una viscosidad de 66 mPa\*s antes de almacenamiento, pero se separó en dos fases después de almacenamiento durante 6 semanas a 50°C.

35 El ejemplo comparativo 19 demuestra que la composición tiene que comprender una sal metilsulfato de amonio cuaternario a fin de tener un punto de fusión bajo y proporcionar dispersiones acuosas estables, en tanto que una sal cuaternaria de cloruro de amonio conduce a un punto de fusión elevado y estabilidad insuficiente de las dispersiones acuosas.

40 La Tabla 2 resume las propiedades de las composiciones activas suavizantes de telas preparadas en los ejemplos 1 a 15. La ratio molar de ácido graso a amina en la Tabla 2 se refiere a la ratio molar en el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxipropil)-dimetilamonio como se calcula a partir del análisis HPLC. Los datos para índice de acidez aumentan y el cambio de viscosidad después de almacenamiento se refiere a dispersiones acuosas al 10% en peso de las composiciones activas suavizantes de telas que se almacenaron durante 6 semanas a 50°C.

Tabla 2: Propiedades de las composiciones activas suavizantes de telas

Ejemplo	Ratio molar ácido graso/amina	Acido graso en % p	Punto de fusión en °C	Viscosidad de la masa fundida a 1 s <sup>-1</sup> en mPa*s	Viscosidad de la masa fundida a 100 s <sup>-1</sup> en mPa*s	Aumento del índice de acidez después de almacenamiento en mg KOH/g	Cambio de viscosidad después de almacenamiento en mPa*s	Evaluación de suavidad
1*	1,92	0,5	< 20	685	431	0,6	231	12
2	1,91	0,7	42	47200	2960	0,6	0	32
3*	n.d.	1,0	**	561	469	0,7	110	24
4	1,97	0,9	43	36200	2160	0,7	2	31
5	1,95	2,2	41	2360	619	2,0	-16	35
6	1,94	0,7	43	16200	1530	1,4	-6	32
7	1,94	4,15	41	842	619	2,6	-15	31
8*	1,93	1,6	< 20	581	480	1,7	-4	23
9*	1,97	1,1	**	552	497	1,7	49	16
10	1,83	1,3	41	27100	1870	1,6	-6	27
11	1,99	2,2	43	1510	553	2,4	-19	31
12	1,94	2,0	38	592	552	n.d.	n.d.	n.d.
13	1,93	1,9	52	34700	2630	n.d.	n.d.	n.d.
14	1,93	2,4	40	368	318	n.d.	n.d.	n.d.
15	1,94	1,4	36	144	94	n.d.	n.d.	n.d.

\* No de acuerdo con la invención; \*\* gel; n.d. = no determinado

## REIVINDICACIONES

1. Una composición activa suavizante de telas, que comprende
  - a) al menos 50% en peso de un éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio que tiene una ratio molar de restos ácido graso a restos amina de 1,5 a 1,99, una longitud media de cadena de los restos ácido graso de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de los restos ácido graso, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50, y
  - b) de 0,5 a 5% en peso de ácido graso.
2. La composición activa suavizante de telas de la reivindicación 1, caracterizada porque la ratio molar de restos ácido graso a restos amina es de 1,85 a 1,99.
3. La composición activa suavizante de telas de la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque el índice de yodo de los restos ácido graso, calculado para el ácido graso libre, es de 5 a 40.
4. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque comprende desde 1 a 5% en peso de ácido graso.
5. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque comprende desde 85 a 99% en peso de éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio.
6. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada porque el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio contiene menos de 6% en peso de restos ácido graso multi-insaturados.
7. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque la ratio cis-trans de los enlaces dobles de los restos ácido graso insaturados del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio es mayor que 55:45.
8. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque los restos ácido graso del éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio se derivan del ácido graso del componente b).
9. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende menos de 2% en peso de agua.
10. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende menos de 10% en peso de disolventes que tienen un punto de inflamación inferior a 20°C.
11. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende adicionalmente hasta 9,9% en peso de al menos un disolvente seleccionado de glicerol, etilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y alquil-monoéteres C1-C4 de etilenglicol, propilenglicol y dipropilenglicol.
12. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 ó 6 a 11, que comprende adicionalmente desde 2 a 8% en peso de un triglicérido de ácido graso que tiene una longitud media de cadena de los restos ácido graso de 10 a 14 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0 a 15.
13. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 ó 6 a 12, que comprende adicionalmente desde 1,5 a 9% en peso de un éster de ácido graso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que contiene los mismos restos ácido graso que el éster de ácido graso metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio.
14. Un método para fabricación de una composición suavizante de telas de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende los pasos
  - a) hacer reaccionar bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con un ácido graso que tiene una longitud media de cadena de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una ratio molar de ácido graso a amina que va desde 1,51 a 2,1 con eliminación de agua hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción esté comprendido en el intervalo de 1 a 10 mg KOH/g y
  - b) hacer reaccionar el producto del paso a) con sulfato de dimetilo a una ratio molar de sulfato de dimetilo a amina de 0,90 a 0,97 hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción está comprendido en el intervalo de 1 a 8 mg KOH/g.

15. El método de la reivindicación 14, caracterizado porque la ratio molar de ácido graso a amina es de 1,86 a 2,1.

16. El método de la reivindicación 14 ó 15, caracterizado porque la ratio molar de sulfato de dimetilo a amina es de 0,92 a 0,95.

5