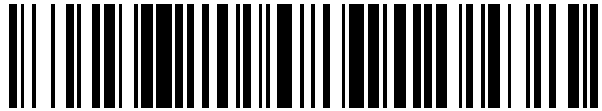


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 580 031**

51 Int. Cl.:

C11D 1/62 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.04.2013** **E 13719476 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016** **EP 2847307**

54 Título: **Composición activa suavizante de tela y método para su fabricación**

30 Prioridad:

07.05.2012 EP 12166976

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

18.08.2016

73 Titular/es:

**EVONIK INDUSTRIES AG (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**KÖHLE, HANS-JÜRGEN;
KOTTKE, ULRIKE;
KUPPERT, DIRK;
TRÄUMER, DIETMAR;
SEIDEL, KURT y
EULER, AXEL**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 580 031 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 tela y método para su fabricación

La presente invención se refiere a composiciones activas suavizantes de telas que comprenden ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y que tienen un contenido bajo de metanol, y a un método para fabricar tales composiciones.

Las sales de amonio cuaternarias que poseen dos restos de hidrocarburos de cadena larga hidrófobos han encontrado uso amplio como sustancias activas suavizantes de telas. Las sales de amonio cuaternario de alcanolaminas esterificadas con, de media, dos restos de ácido graso por molécula, referidas habitualmente como ésteres alquílicos de amonio cuaternario (éster quats), han sustituido ampliamente a compuestos previos de amonio cuaternario alquílico a causa de su biodegradabilidad.

Los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio obtenidos cuaternizando ésteres de ácido graso de trietanolamina con sulfato de dimetilo han encontrado uso amplio como sustancias activas suavizantes de telas. Puesto que el sulfato de dimetilo es un carcinógeno potencial, la cuaternización se lleva a cabo para lograr la conversión completa del sulfato de dimetilo y una conversión elevada de la amina. Se ha encontrado ahora que los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio obtenidos de esta manera contienen cantidades inesperadamente elevadas de metanol. Aunque las sustancias activas suavizantes de éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio han estado en uso durante más de 20 años, el contenido elevado de metanol en estas composiciones ha permanecido desapercibido hasta ahora.

Puesto que el metanol es tóxico y representa un riesgo en el lugar de trabajo, existe por lo tanto una necesidad de proveer composiciones activas suavizantes de telas que comprendan ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio, composiciones las cuales tienen un contenido bajo de metanol. También existe una necesidad de un método simple para fabricar tales composiciones.

El documento US2007179080 A1 se refiere a una composición de éster quat que se usa para la producción de suavizantes de telas a temperaturas más bajas.

El documento US6180594 B1 se refiere a suavizantes de telas acuosos de viscosidad elevada, de baja concentración, que están en forma de emulsiones o dispersiones acuosas.

El documento US2002032146 A1 se refiere al uso de polidiorganosiloxanos seleccionados en composiciones suavizantes de telas, y a composiciones suavizantes de telas que comprenden estos polidiorganosiloxanos.

El documento US2003139313 A1 se refiere a una composición suavizante de telas para prevenir y/o inhibir la expresión del mal olor en las telas.

El documento WO0142412 A1 se refiere al uso de una composición suavizante que tiene una temperatura de transición de menos de 30 C para proporcionar confort durante el uso.

El documento US2003220210 A1 se refiere a composiciones suavizantes líquidas, concentradas, acuosas, translúcidas o transparentes, que tienen niveles bajos de perfume y disolvente principal.

Ahora se ha encontrado que las composiciones activas del suavizante de telas que comprenden los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y que tienen un contenido bajo de metanol se pueden obtener haciendo reaccionar ésteres de ácido graso de trietanolamina con sulfato de dimetilo a las condiciones de reacción en las que se logra un valor de amina total más elevado que en métodos de la técnica anterior a una conversión completa de sulfato de dimetilo.

La presente invención por lo tanto se refiere a una composición activa suavizante de telas, que comprende:

a) de 65 a 98 % en peso de al menos un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio,

b) al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina en una cantidad que proporciona un número de amina total de la composición de 7 a 20 mg de KOH/g, y

c) de 1 a 1500 ppm de metanol.

La invención se refiere adicionalmente a un método para la fabricación de una composición activa suavizante de telas que comprende de 65 a 98 % en peso de ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y de 1 a 1500 ppm de metanol, en la que al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina se hace reaccionar con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo con respecto al nitrógeno de la amina de 0,79 a 0,94 hasta que la mezcla de la reacción tenga un número de amina total de 7 a 20 mg de KOH/g.

- La composición activa suavizante de telas de la invención comprende de 65 a 98 % en peso de al menos un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio. La composición comprende además al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina en una cantidad que proporciona un número de amina total de la composición de 7 a 20 mg de KOH/g, preferentemente de 8 a 13 mg de KOH/g y más preferentemente de 9 a 12 mg de KOH/g. El número de amina total se determina mediante 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 de KOH por g de muestra.
- El resto de ácido graso del éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio puede derivar de un ácido graso puro o una mezcla de ácidos grasos de fórmula RCOOH, en la que R es un grupo hidrocarbonado. El grupo hidrocarbonado puede estar ramificado o no ramificado, y preferentemente no está ramificado. El resto de ácido graso del éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina puede derivar del mismo ácido graso o de un ácido graso diferente o de una mezcla de ácidos grasos. Preferentemente, los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina tienen los mismos restos de ácido graso.
- El éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio puede comprender monoésteres de fórmula $\text{CH}_3\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_4^-$, diésteres de fórmula $\text{CH}_3\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2\text{CH}_3\text{OSO}_4^-$, y triésteres de fórmula $\text{CH}_3\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})_3\text{CH}_3\text{OSO}_4^-$, en las que R es el grupo hidrocarbonado de un resto de ácido graso RCOO. El éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tiene preferentemente una relación molar media de restos de ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0, y más preferentemente de 1,5 a 1,8. La relación molar especificada proporciona un comportamiento suavizante elevado en un suavizante de telas del ciclo de enjuague.
- Los ácidos grasos que corresponden a los restos de ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tienen preferentemente un índice de yodo de 0,5 a 120, más preferentemente de 1 a 50, y aún más preferentemente de 30 a 45. El índice de yodo es la cantidad de yodo en g consumida por la reacción de los dobles enlaces de 100 g de ácido graso, determinada por el método de ISO 3961.
- Los restos de ácido graso de los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tienen preferentemente una longitud media de cadena de 16 a 18, más preferentemente de 16,5 a 17,8 átomos de carbono. La longitud media de cadena se calcula en base a la fracción en peso de los 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.
- Los índices de yodo y longitudes medias de cadena preferidos proporcionan una combinación adecuada de buena procesabilidad de la composición suavizante de telas en términos del punto de fusión y la viscosidad y la eficiencia suavizante elevada de telas en un suavizante de telas del ciclo de enjuague.
- Para proporcionar la longitud media de cadena y el índice de yodo requeridos, el resto del ácido graso puede derivar de una mezcla de ácidos grasos que comprende ácidos grasos tanto saturados como insaturados. Los ácidos grasos insaturados son preferentemente ácidos grasos monoinsaturados. El éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio comprende preferentemente menos de 10 % en peso de restos de ácido graso insaturado múltiples, y más preferentemente menos de 6 % en peso. Los ejemplos de ácidos grasos insaturados adecuados son ácido palmítico y ácido esteárico. Los ejemplos de ácidos grasos monoinsaturados adecuados son ácido oleico y ácido eláidico. La relación cis-trans de dobles enlaces de los restos de ácido graso insaturado es preferentemente mayor que 55:45, y más preferentemente mayor que 65:35. La fracción de restos de ácido graso insaturado múltiples se puede reducir por hidrogenación por contacto selectiva, la cual es una hidrogenación que hidrogena selectivamente un doble enlace en una subestructura $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$ pero no los dobles enlaces de los grupos hidrocarbonados monoinsaturados.
- La composición activa suavizante de telas de la invención también comprende de 1 a 1500 ppm de metanol, y preferentemente de 10 a 800 ppm de metanol, basado en el peso de la composición. Este contenido de metanol es menor que en las composiciones suavizantes de telas de la técnica anterior que contienen una cantidad similar de ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio obtenidos haciendo reaccionar un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina con sulfato de dimetilo. El contenido de metanol de la composición se puede determinar mediante análisis de GLC del espacio superior con la calibración añadiendo cantidades conocidas de metanol. La composición suavizante de telas se diluye preferentemente con un disolvente adecuado, tal como dimetilformamida, para reducir la viscosidad para el análisis exacto por GLC del espacio superior. El menor contenido de metanol en la composición activa suavizante de telas de la invención reduce la necesidad de precauciones de seguridad en el trabajo y los requisitos para el etiquetado y la clasificación del producto, e incrementa el punto de inflamación de la composición comparado con las composiciones de la técnica anterior.
- La composición activa suavizante de telas de la invención puede comprender además uno o más disolventes orgánicos adicionales. La composición comprende preferentemente hasta 35 % en peso de un disolvente seleccionado de etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, monoéteres de alquilo de C₁-C₄ de etilenglicol y monoéteres de alquilo de C₁-C₄ de propilenglicol. La cantidad de disolvente

adicional es muy preferentemente de 5 a 20 % en peso. Los disolventes más preferidos son etanol, 1-propanol y 2-propanol, muy preferentemente etanol o 2-propanol, y en particular 2-propanol.

5 La composición activa suavizante de telas de la invención se puede preparar mediante el método de la invención, en el que al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina se hace reaccionar con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo a nitrógeno de la amina de 0,79 a 0,94 hasta que la mezcla de la reacción tenga un número de amina total de 7 a 20 mg de KOH/g. El número de amina total se puede determinar 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 de KOH por g de la muestra. La reacción se puede terminar reduciendo la temperatura una vez que se ha alcanzado el número de amina total deseado en este intervalo. Preferentemente, la reacción se continúa hasta que
10 substancialmente todo el sulfato de dimetilo ha reaccionado.

Elegir una relación molar de sulfato de dimetilo a nitrógeno de la amina en el intervalo especificado y llevar a cabo la reacción hasta que se ha alcanzado un número de amina total de 7 a 20 mg de KOH/g, proporcionan una conversión elevada de sulfato de dimetilo y al mismo tiempo evita la formación de metanol en cantidades que exceden 1500 ppm.

15 La relación molar de sulfato de dimetilo a nitrógeno de la amina se escoge preferentemente en el intervalo de 0,85 a 0,90. Los ésteres de ácidos grasos de tris-(2-hidroxietil)-amina se hacen reaccionar preferentemente con sulfato de dimetilo a una temperatura de 60 a 95 °C, más preferentemente de 70 a 90 °C. La reacción se lleva a cabo preferentemente hasta que la mezcla de la reacción tenga un número de amina total de 8 a 13 mg de KOH/g, muy preferentemente de 9 a 12 mg de KOH/g. El éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina se puede hacer
20 reaccionar con sulfato de dimetilo a cualquier presión, tal como a presión ambiental o a presión reducida. La reacción del éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina con sulfato de dimetilo se puede llevar a cabo en presencia de un disolvente adicional, pero preferentemente se lleva a cabo sin adición de un disolvente.

Los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina usados en el método de la invención tienen preferentemente una relación molar media de restos de ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0, y más preferentemente de 1,5 a 1,8. Los restos de ácido graso de los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina tienen preferentemente un índice de yodo de 0,5 a 120, y más preferentemente de 1 a 50. Los restos de ácido graso de los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina tienen preferentemente una longitud media de cadena de 16 a 18, y más preferentemente de 16,5 a 17,8 átomos de carbono.

30 La materia prima de los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina se prepara preferentemente esterificando trietanolamina con un ácido graso o mezclas de ácidos grasos, eliminando el agua formada durante la esterificación a presión reducida. Los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina obtenidos de esta manera pueden ser usados sin purificación adicional. El índice de yodo deseado, la longitud media de cadena y la relación molar de los restos de ácido graso a nitrógeno se pueden ajustar fácilmente por la elección del ácido graso o mezcla de ácidos grasos y la relación molar de trietanolamina a ácido graso usada en la reacción de esterificación. La esterificación se
35 lleva a cabo preferentemente a una temperatura de 160 - 210 °C a presión ambiental, separando por destilación el agua hasta que se haya eliminado 60 a 80 % de la cantidad teórica del agua. Luego, la presión se reduce por etapas hasta una presión final en el intervalo de 20 a 50 mbares, y la reacción se continúa hasta que se haya alcanzado un índice de acidez de 1 a 10 mg de KOH/g, más preferentemente 2 a 5 mg de KOH/g.

40 La invención se ilustra por los siguientes ejemplos, los cuales no están destinados, sin embargo, para limitar el alcance de la invención de ninguna manera.

Ejemplos

Ejemplo 1:

Contenido de metanol de ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio comerciales

45 La tabla 1 muestra los contenidos de metanol de los ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio comerciales determinados mediante GC del espacio superior.

Tabla 1

Contenido de metanol de los ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio		
Fabricante	Nombre del producto	Contenido de metanol en ppm
Clariant	Praepagen® TQ	7000
Stepan	Stepantex® VA. 90	3300

Stepan	Stepantex® VL 85 G	3800
Stepan	Stepantex® VK 90	3800
Cognis	Dehyquart® AU 46	6100
Cognis	Dehyquart® AU 57	5700
Kao	Tetranyl® AT 1	4600
Rewo	Rewoquat® V 3620	3000

Ejemplo 2:

Preparación de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina

5 Una mezcla de 3513 g (12,82 moles) de ácido graso de sebo que tiene un índice de yodo de 38 y 1115 g (7,47 moles) de trietanolamina se calienta hasta 190 °C con agitación, eliminando por destilación el agua de la mezcla de reacción. Después de 2 h a esta temperatura, la presión se redujo gradualmente hasta 20 mbares, y la mezcla se agitó otras 3 h a 190 °C y 20 mbares. Después, la mezcla de reacción se enfrió hasta 60 °C. El éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina resultante tuvo un índice de acidez de 3,6 mg de KOH/g y un número de amina total de 95,2 mg de KOH/g.

10 Preparación de éster de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio

Ejemplo 3:

15 Se añaden 167,7 g (1,33 moles) del sulfato de dimetilo en pequeñas porciones con agitación a 818 g (1,387 moles) de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2, enfriando la mezcla de reacción para mantener la temperatura en el intervalo de 70 a 90 °C. Después de que se ha añadido todo el sulfato de dimetilo, la mezcla de reacción se agita durante 1 h a 80 hasta 90 °C. Luego se añaden 109,5 g de 2-propanol, y la mezcla se agita hasta que se vuelve homogénea. La composición resultante tuvo un número de amina total de 3,4 mg de KOH/g y contuvo 4450 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 4:

20 El ejemplo 3 se repitió usando 160,44 g (1,272 moles) de sulfato de dimetilo, 808,8 g (1,369 moles) del éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 107,47 g de 2-propanol. La composición resultante tuvo un número de amina total de 6,0 mg de KOH/g y contuvo 3000 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 5:

25 El ejemplo 3 se repitió usando 144,55 g (1,146 moles) de sulfato de dimetilo, 755,4 g (1,282 moles) del éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 100,0 g de 2-propanol. La composición resultante tuvo un número de amina total de 8,9 mg de KOH/g y contuvo 14 00 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 6:

30 El ejemplo 3 se repitió usando 135,1 g (1,072 moles) de sulfato de dimetilo, 780,1 g (1,324 moles) del éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 102,0 g de 2-propanol. La composición resultante tuvo un número de amina total de 17,2 mg de KOH/g y contuvo 155 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

35 Los ejemplos 3 y 4 (no de acuerdo con la invención) y los ejemplos 5 y 6 (de acuerdo con la invención) demuestran cómo se puede controlar el contenido de metanol de la composición suavizante de telas eligiendo la relación molar correcta de éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina a sulfato de dimetilo y llevando a cabo la cuaternización hasta un número de amina total de la mezcla de reacción de 7 a 20 mg de KOH/g.

Ejemplo 7 (comparativo):

Se repitió la preparación del metilsulfato de di(aciloxietil)(2-hidroxietil)metilamonio con grupos acilo derivados de ácido graso de cánola parcialmente hidrogenado descrito en la columna 43, líneas 37 a 53, de la patente US 6.995.131. La composición resultante contuvo 5500 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

40

REIVINDICACIONES

1. Una composición activa suavizante de telas, que comprende:
 - a) de 65 a 98 % en peso de al menos un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio,
 - 5 b) al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina en una cantidad que proporciona un número de amina total de la composición de 7 a 20 mg de KOH/g, y
 - c) de 1 a 1500 ppm de metanol.
2. La composición activa suavizante de telas de la reivindicación 1, que comprende de 10 a 800 ppm de metanol.
3. La composición activa suavizante de telas de la reivindicación 1 o 2, que comprende dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina en una cantidad que proporciona un número de amina total de la composición de 8 a 13 mg de KOH/g.
4. La composición activa suavizante de telas de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina tienen los mismos restos de ácido graso.
5. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tienen una relación molar media de restos de ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0.
6. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que los ácidos grasos correspondientes a los restos de ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tienen un índice de yodo de 0,5 a 120.
7. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que los restos de ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio tienen una longitud media de cadena de 16 a 18.
8. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que dichos ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio comprenden menos de 10 % en moles de restos de ácido graso poliinsaturado.
9. La composición activa suavizante de telas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además hasta 35 % en peso de un disolvente seleccionado de etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, monoéteres de alquilo de C₁-C₄ de etilenglicol, y monoéteres de alquilo de C₁-C₄ de propilenglicol.
10. Un método para fabricar una composición activa suavizante de telas, que comprende de 65 a 98 % en peso de ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietyl)-metilamonio y de 1 a 1500 ppm de metanol, en el que al menos un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina se hace reaccionar con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo a nitrógeno de la amina de 0,79 a 0,94 hasta que la mezcla de reacción tiene un número de amina total de 7 a 20 mg de KOH/g.
11. El método de la reivindicación 10, en el que dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina se hacen reaccionar con sulfato de dimetilo a una temperatura de 60 a 95 °C.
12. El método de la reivindicación 10 u 11, en el que dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina tienen una relación molar media de restos de ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0.
13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que los restos de ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina tienen un índice de yodo de 0,5 a 120.
14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en el que los restos de ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietyl)-amina tienen una longitud media de cadena de 16 a 18 átomos de carbono.