

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 693 265**

51 Int. Cl.:

C11D 1/62 (2006.01)

C07C 213/06 (2006.01)

C07C 213/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.10.2015 PCT/JP2015/081100**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.05.2016 WO16080194**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.10.2015 E 15798577 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.08.2018 EP 3221436**

54 Título: **Método para producir tensioactivo catiónico**

30 Prioridad:

18.11.2014 JP 2014233577
23.07.2015 JP 2015145610

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.12.2018

73 Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome Chuo-Ku
Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es:

INOUE KATSUHISA y
YOSHIDA, HARUKA

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

ES 2 693 265 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

Método para producir tensioactivo catiónico

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir un tensioactivo catiónico, y más particularmente se refiere a un método para producir un tensioactivo catiónico, que tiene una biodegradabilidad favorable, se previene que produzca olor y color, y tiene una estabilidad en almacenamiento excelente, y a un tensioactivo catiónico producido mediante el método.

Antecedentes de la invención

Recientemente, como tensioactivo catiónico para usarse en un suavizante de tejidos, teniendo en cuenta la biodegradabilidad cuando se liberan residuos en el desagüe tras un tratamiento de suavizado en la naturaleza tal como en ríos, se usa favorablemente un tensioactivo catiónico obtenido haciendo reaccionar trietanolamina, metildietanolamina o similares con un ácido graso de cadena larga o un éster metílico de ácido graso, sintetizando así un éster de alcanolamina como producto intermedio, y después, cuaternizando el éster de alcanolamina con un sulfato de dialquilo tal como sulfato de dimetilo o sulfato de dietilo.

Sin embargo, un tensioactivo catiónico de este tipo que tiene un grupo éster tiene un problema en cuanto a que se genera un olor desagradable debido a un compuesto que contiene azufre (S) tal como metanotiol o disulfuro de dimetilo producido como subproducto derivado de un agente de cuaternización usado durante la producción, deterioro del olor o la tonalidad debido a que la conservación a largo plazo durante el almacenamiento afecta de manera adversa a la calidad de un producto comercial, o similares. Con respecto a un problema de este tipo, el documento JP-A-8-507756 divulga un método en el que se añaden un peróxido y un borohidruro de metal alcalino al éster de alcanolamina antes de la cuaternización, y además el documento JP-A-4-506804 divulga un método en el que se pone aire en contacto con el éster de alcanolamina antes de la cuaternización. El documento WO-A-2004/060854 divulga un método para producir un tensioactivo catiónico haciendo reaccionar trietanolamina con ácido graso de sebo en presencia de ácido hipofosforoso o hipofosfito de sodio y después cuaternizando el éster de alcanolamina con un agente alquilante tal como sulfato de dimetilo.

Los métodos divulgados en la técnica anterior tal como los documentos JP-A-8-507756 y JP-A-4-506804 no son suficientemente eficaces en la mejora de la calidad con respecto al olor y la tonalidad tras la producción y durante el almacenamiento. La presente invención proporciona un método para producir un tensioactivo catiónico que es útil como base suavizante, tiene una biodegradabilidad favorable, se previene que produzca olor y color, y tiene una estabilidad en almacenamiento excelente, y además proporciona un tensioactivo catiónico producido mediante el método.

Según la presente invención, se proporciona un método para producir un tensioactivo catiónico que incluye las siguientes etapa 1, etapa 2, etapa 3 y etapa 4:

etapa 1: una etapa de obtener un éster de alcanolamina haciendo reaccionar una alcanolamina con un ácido graso o un éster alquílico de ácido graso sin usar ácido hipofosfórico o una sal del mismo;

etapa 2: una etapa de obtener un tensioactivo catiónico cuaternizando el éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 con un sulfato de dialquilo;

etapa 3: una etapa de realizar un tratamiento de oxidación del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2; y

etapa 4: una etapa de realizar un tratamiento de reducción del tensioactivo catiónico sometido al tratamiento de oxidación obtenido en la etapa 3.

Según la presente invención, puede obtenerse un tensioactivo catiónico de alta calidad, que se previene que produzca olor y color y tiene una estabilidad en almacenamiento favorable, realizando una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación de una alcanolamina, obteniendo así un éster de alcanolamina, cuaternizando el éster de alcanolamina, y después realizando un tratamiento de oxidación y un tratamiento de reducción en este orden. El tensioactivo catiónico obtenido es útil como base suavizante que va a usarse en un suavizante de tejidos, y también tiene una biodegradabilidad favorable.

Realizaciones de la invención

La etapa 1 de la invención es una etapa de obtener un éster de alcanolamina haciendo reaccionar una alcanolamina con un ácido graso o un éster alquílico de ácido graso sin usar ácido hipofosfórico o una sal del mismo.

En el presente documento, la frase "sin usar" ácido hipofosfórico o una sal del mismo significa que no se usa

sustancialmente ácido hipofosfórico o una sal del mismo, es decir, aunque se use, la cantidad de uso del mismo es preferiblemente de 0,01 partes en masa o menos, más preferiblemente 0,005 partes en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,001 partes en masa o menos con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de la alcanolamina, el ácido graso y el éster alquílico de ácido graso en la etapa 1 desde el punto de vista de la reducción del olor. A propósito, puede usarse un catalizador distinto de ácido hipofosfórico o una sal del mismo dentro de un intervalo que no altere el efecto de la presente invención.

Se sabe que la reacción de esterificación se acelera mediante un catalizador tal como ácido hipofosfórico o una sal de metal alcalino del mismo o una sal de metal alcalinotérreo del mismo. Algunas veces un catalizador de este tipo puede afectar de manera adversa al olor de un material cuaternizado mediante degradación durante la reacción. En la etapa 1 de la presente invención, se toma una contramedida contra tal efecto adverso haciendo reaccionar una alcanolamina con un ácido graso o un éster alquílico de ácido graso sin usar ácido hipofosfórico o una sal del mismo, obteniendo así un éster de alcanolamina. En la etapa 1 de la presente invención, puede usarse un catalizador distinto de ácido hipofosfórico o una sal del mismo dentro de un intervalo que no altere el efecto de la presente invención.

La alcanolamina es preferiblemente una dialcanolamina o una trialcanolamina, más preferiblemente un aminoalcohol tal como trietanolamina o metildietanolamina, y de manera adicionalmente preferible trietanolamina desde el punto de vista de una excelente biodegradabilidad y rendimiento de suavizado. El ácido graso que va a usarse para la reacción de esterificación es un ácido graso de cadena larga que tiene preferiblemente 8 o más y 30 o menos átomos de carbono, y más preferiblemente 12 o más y 24 o menos átomos de carbono, tal como ácido graso de sebo de ternera, ácido graso de sebo de ternera hidrogenado, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de palma hidrogenado, o una mezcla de dos o más miembros seleccionados de estos ácidos grasos desde el punto de vista de un rendimiento de suavizado excelente. Además, desde el punto de vista de un rendimiento de suavizado excelente, el éster alquílico de ácido graso que va a usarse en la reacción es preferiblemente un éster alquílico inferior, más preferiblemente un éster alquílico inferior que tiene 1 o más y 3 o menos átomos de carbono, y de manera adicionalmente preferible éster metílico de cualquiera de estos ácidos grasos.

El grado de esterificación del éster de alcanolamina, es decir, el número molar del ácido graso unido a la alcanolamina es preferiblemente de 1,0 o más, más preferiblemente 1,2 o más, de manera adicionalmente preferible 1,4 o más, y además preferiblemente 1,6 o más desde el punto de vista de una estabilidad en combinación excelente en el suavizante y un rendimiento de suavizado excelente, y es preferiblemente de 2,2 o menos, más preferiblemente 2,0 o menos, de manera adicionalmente preferible 1,8 o menos, y además preferiblemente 1,7 o menos desde el mismo punto de vista.

En la etapa 1, desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de reacción, puede usarse un gas portador tal como un gas inerte dependiendo de la situación, y preferiblemente, se usa gas nitrógeno.

La temperatura de reacción en la etapa 1 es preferiblemente de 140 °C o superior, y más preferiblemente 160 °C o superior desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de reacción, y es preferiblemente de 230 °C o inferior, más preferiblemente 210 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 200 °C o inferior desde el punto de vista de la prevención de la coloración o una reacción secundaria. La presión de reacción en la etapa 1 es preferiblemente a presión reducida, más preferiblemente 50 kPa o menos, y de manera adicionalmente preferible 20 kPa o menos desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de reacción eliminando agua liberada, y es preferiblemente de 1 kPa o más, y más preferiblemente 5 kPa o más desde el punto de vista de la carga sobre las instalaciones de producción. La reacción en la etapa 1 se realiza preferiblemente mediante envejecimiento a una presión dentro del intervalo anteriormente mencionado desde el punto de vista de la potenciación de la razón de reacción para reducir la cantidad del ácido graso como material de partida residual.

El tiempo de reacción en la etapa 1 es preferiblemente de 0,5 horas o más, más preferiblemente 1 hora o más, de manera adicionalmente preferible 2 horas o más, además preferiblemente 3 horas o más, y aún todavía más preferiblemente 6 horas o más desde el punto de vista de la potenciación de la razón de reacción para reducir la cantidad del ácido graso como material de partida residual, y es preferiblemente de 20 horas o menos, más preferiblemente 15 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 10 horas o menos, y además preferiblemente 8 horas o menos desde el punto de vista de la productividad. Además, en el caso en el que la etapa 1 se realiza a presión reducida, la suma del tiempo requerido para reducir la presión y el tiempo de reacción es preferiblemente de 1 hora o más, más preferiblemente 2 horas o más, de manera adicionalmente preferible 3 horas o más, además preferiblemente 4 horas o más, y además preferiblemente 7 horas o más desde el punto de vista de la potenciación de la razón de reacción para reducir la cantidad del ácido graso como material de partida residual, y es preferiblemente de 25 horas o menos, más preferiblemente 18 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 12 horas o menos, y además preferiblemente 9 horas o menos desde el punto de vista de la productividad.

El índice de acidez (mg de KOH/g) del éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 es preferiblemente de 10 o menos, más preferiblemente 6 o menos, de manera adicionalmente preferible 4 o menos, además preferiblemente 3 o menos, y además preferiblemente 2,5 o menos desde el punto de vista de la prevención de una disminución del rendimiento de suavizado debido a una baja velocidad de reacción que da como resultado que queda ácido graso

como material de partida. El límite inferior del índice de acidez no está particularmente limitado, pero desde el punto de vista de la productividad puede ser de 0,5 o más, 1,0 o más, 1,5 o más, o 1,7 o más.

En la etapa 1, desde el punto de vista de la estabilización de la tonalidad, se prefiere usar un antioxidante fenólico. Como antioxidante fenólico, se usan preferiblemente uno o más seleccionados de un bis-alquilhidroxitolueno y un bis-alquilanisol, más preferiblemente uno o más seleccionados de 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol (también denominado a continuación en el presente documento "BHT") y 2,6-di-terc-butilanisol, de manera adicionalmente preferible BHT. Desde el mismo punto de vista, la cantidad de uso del antioxidante fenólico con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de la alcanolamina, el ácido graso y el éster alquílico de ácido graso es preferiblemente de 0,005 partes en masa o más, más preferiblemente 0,01 partes en masa o más, y de manera adicionalmente preferible 0,03 partes en masa o más, y desde el punto de vista de la eficiencia económica, es preferiblemente de 0,5 partes en masa o menos, más preferiblemente 0,1 partes en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,07 partes en masa o menos.

La etapa 2 de la presente invención es una etapa de obtener un tensioactivo catiónico cuaternizando el éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 con un sulfato de dialquilo.

Desde el punto de vista de la reactividad como agente cuaternizante, eficiencia económica y disponibilidad industrial, como sulfato de dialquilo, se usa preferiblemente sulfato de dimetilo o sulfato de dietilo, y se prefiere más sulfato de dimetilo.

Desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad y de la seguridad tal como inflamabilidad, se prefiere usar un gas portador tal como un gas inerte en la etapa 2, y desde el punto de vista de la eficiencia económica, se usa preferiblemente gas nitrógeno.

La cantidad de uso del sulfato de dialquilo con respecto a 1 equivalente del éster de alcanolamina es preferiblemente de 0,90 equivalentes o más, y más preferiblemente 0,93 equivalentes o más desde el punto de vista de la mejora de la razón de cuaternización, y es preferiblemente de 1,00 equivalente o menos, y más preferiblemente 0,98 equivalentes o menos desde el punto de vista de la prevención del deterioro del olor o una reacción secundaria.

La reacción de cuaternización se realiza preferiblemente en ausencia de disolventes desde el punto de vista de lograr una alta razón de cuaternización. Además, desde el punto de vista de la reducción de la viscosidad para mejorar la capacidad de funcionamiento durante la producción, puede usarse un disolvente orgánico. Desde el punto de vista del efecto del olor sobre un producto de suavizante, disponibilidad industrial, eficiencia económica y similares, el disolvente orgánico es preferiblemente al menos un disolvente orgánico seleccionado de alcoholes que tienen 2 o más y 3 o menos átomos de carbono y disolventes representados por la siguiente fórmula general (1).



En la fórmula, R^1 y R^2 son iguales o diferentes y representan cada uno hidrógeno, un grupo alquilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, o un grupo acilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono; A representa un grupo alqueno que tiene 2 o más y 4 o menos átomos de carbono, y n representa un número en promedio de 1 o más y 40 o menos, y los A son todos iguales o algunos de ellos pueden ser diferentes.

Desde el mismo punto de vista, el disolvente orgánico es más preferiblemente un alcohol monohidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono o un alcohol polihidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono, y de manera adicionalmente preferible etanol o alcohol isopropílico.

La cantidad de uso del disolvente orgánico que va a usarse en la reacción de cuaternización en la etapa 2 con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total del éster de alcanolamina y el sulfato de dialquilo es preferiblemente de 0,1 partes en masa o más, más preferiblemente 1 parte en masa o más, y de manera adicionalmente preferible 3 partes en masa o más desde el punto de vista de la reducción de la viscosidad para mejorar la manejabilidad, y es preferiblemente de 15 partes en masa o menos, más preferiblemente 12 partes en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible 10 partes en masa o menos desde el punto de vista de la mejora de la razón de cuaternización.

En la reacción de cuaternización, desde el punto de vista del control de la temperatura debido al calor de la reacción y prevención de una reacción en exceso local del sulfato de dialquilo, la reacción se realiza preferiblemente mientras se suministra el sulfato de dialquilo al éster de alcanolamina.

La temperatura de suministro del sulfato de dialquilo es preferiblemente de 30 °C o superior, y más preferiblemente 40 °C o superior desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de reacción, y es preferiblemente de 100 °C o inferior, más preferiblemente 90 °C o inferior, de manera adicionalmente preferible 80 °C o inferior, y además preferiblemente 70 °C o inferior desde el punto de vista de la prevención del deterioro del olor y prevención de una reacción secundaria. Además, el tiempo de suministro del sulfato de dialquilo es preferiblemente de 0,1 horas o más,

más preferiblemente 0,25 horas o más, de manera adicionalmente preferible 0,5 horas o más, y además preferiblemente 1 hora o más desde el punto de vista de la prevención de una reacción secundaria, y es preferiblemente de 20 horas o menos, más preferiblemente 10 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 5 horas o menos, además preferiblemente 4 horas o menos, y además preferiblemente 3 horas o menos desde el punto de vista de la productividad.

La reacción de cuaternización puede realizarse a presión normal (0,1 MPa) o puede realizarse a presión o a presión reducida. La presión de reacción (en presión absoluta) es preferiblemente de 0,09 MPa o más, y más preferiblemente 0,10 MPa o más, y es preferiblemente de 0,5 MPa o menos, más preferiblemente 0,2 MPa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,11 MPa o menos desde el punto de vista de la carga sobre las instalaciones.

Se prefiere que el envejecimiento se realice tras suministrar el sulfato de dialquilo al éster de alcanolamina en la etapa 2 desde el punto de vista de la reducción del material de partida sin reaccionar para mejorar la razón de reacción. La temperatura de envejecimiento es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de reacción, y es preferiblemente de 100 °C o inferior, más preferiblemente 90 °C o inferior, de manera adicionalmente preferible 80 °C o inferior, y además preferiblemente 70 °C o inferior desde el punto de vista de la prevención del deterioro del olor y prevención de una reacción secundaria. El tiempo de envejecimiento es preferiblemente de 0,5 horas o más, y más preferiblemente 1 hora o más desde el punto de vista de la reducción del material de partida sin reaccionar para mejorar la razón de reacción, y es preferiblemente de 20 horas o menos, más preferiblemente 10 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 5 horas o menos, además preferiblemente 4 horas o menos, y además preferiblemente 3 horas o menos desde el punto de vista de la productividad.

El envejecimiento puede realizarse a presión normal o puede realizarse a presión o a presión reducida. Un intervalo preferido de la presión en el envejecimiento es el mismo que el intervalo preferido de la presión en la reacción de cuaternización descrita anteriormente.

En la etapa 2, desde el punto de vista de la estabilización de la tonalidad, se prefiere usar un antioxidante fenólico. Como antioxidante fenólico, preferiblemente se usan uno o más seleccionados de un bis-alquilhidroxitolueno y un bis-alquilanisol, más preferiblemente uno o más seleccionados de 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol (también denominado a continuación en el presente documento "BHT") y 2,6-di-terc-butilanisol, de manera adicionalmente preferible BHT. El antioxidante fenólico que va a usarse en la etapa 2 puede ser diferente del antioxidante fenólico que va a usarse en la etapa 1, pero preferiblemente es el mismo antioxidante fenólico que en la etapa 1 desde el punto de vista de la eficiencia económica.

La cantidad de uso del antioxidante fenólico con respecto a 100 partes en masa del éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 es preferiblemente de 0,005 partes en masa o más, más preferiblemente 0,01 partes en masa o más, y de manera adicionalmente preferible 0,03 partes en masa o más desde el punto de vista de la estabilización de la tonalidad, y es preferiblemente de 1,0 partes en masa o menos, más preferiblemente 0,5 partes en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,3 partes en masa o menos desde el punto de vista de la eficiencia económica.

Tras completarse la cuaternización en la etapa 2, con el fin de garantizar la fluidez del tensioactivo catiónico reduciendo la viscosidad del mismo, puede realizarse una etapa de adición de disolvente según se necesite. La etapa de adición de disolvente puede realizarse antes o después de la etapa 4 (que se describirá a continuación), pero se realiza preferiblemente antes de la etapa 3 desde el punto de vista de la mejora de la capacidad de funcionamiento.

Como disolvente puede usarse cualquier disolvente siempre que sea un disolvente que no afecta a la calidad aunque se use en un producto de suavizante. Desde el punto de vista de la reducción de la viscosidad del tensioactivo catiónico, el disolvente es preferiblemente un disolvente orgánico, más preferiblemente al menos un disolvente orgánico seleccionado de alcoholes que tienen 2 o más y 3 o menos átomos de carbono y disolventes representados por la fórmula general anterior (1), de manera adicionalmente preferible un alcohol monohidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono o un alcohol polihidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono, y además preferiblemente etanol o alcohol isopropílico. Además, desde el punto de vista de la capacidad de funcionamiento, en el caso en el que se usa el disolvente en la etapa 2, preferiblemente se usa el mismo disolvente.

La cantidad de adición del disolvente en el tensioactivo catiónico tras añadir el disolvente es tal que la suma de la cantidad de adición del mismo y la cantidad del disolvente usada en las otras etapas es preferiblemente del 5 % en masa o más, más preferiblemente el 8 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 10 % en masa o más desde el punto de vista de la reducción de la viscosidad para mejorar la manejabilidad, y es preferiblemente del 60 % en masa o menos, más preferiblemente el 30 % en masa o menos, de manera adicionalmente preferible el 20 % en masa o menos, y además preferiblemente el 15 % en masa o menos desde el punto de vista de la eficiencia económica.

La temperatura de mezclado en la etapa de adición de disolvente es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior desde el punto de vista de la potenciación de la facilidad de mezclado y la tasa de mezclado, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior desde el punto de vista de la reducción de deterioración de la calidad tal como el color. Además, el tiempo de mezclado es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más desde el punto de vista de la uniformidad de mezclado, y es preferiblemente de 3 horas o menos, más preferiblemente 2 horas o menos, y de manera adicionalmente preferible 1 hora o menos desde el punto de vista de la productividad.

La etapa 3 de la presente invención es una etapa de realizar un tratamiento de oxidación del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2. El tratamiento de oxidación se realiza desde el punto de vista de la prevención del deterioro del olor, y puede realizarse, por ejemplo, mediante oxidación con oxígeno usando aire como gas atmosférico, o mezclando con un agente oxidante común, o similares.

El agente oxidante es preferiblemente uno o más seleccionados de ácido cloroso, ácido hipocloroso y sales de metales alcalinos de los mismos, más preferiblemente uno o más seleccionados de ácido cloroso, ácido hipocloroso y sales de sodio de los mismos, de manera adicionalmente preferible clorito de sodio o hipoclorito de sodio, y además preferiblemente clorito de sodio desde el punto de vista de la prevención del deterioro del olor.

La cantidad de uso del agente oxidante con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2 es preferiblemente de 0,001 partes en masa o más, más preferiblemente 0,005 partes en masa o más, de manera adicionalmente preferible 0,01 partes en masa o más, y además preferiblemente 0,03 partes en masa o más desde el punto de vista de la potenciación del efecto de prevención del olor, y es preferiblemente de 1,0 partes en masa o menos, más preferiblemente 0,5 partes en masa o menos, de manera adicionalmente preferible 0,3 partes en masa o menos, además preferiblemente 0,2 partes en masa o menos, y además preferiblemente 0,1 partes en masa o menos desde el punto de vista de la potenciación del efecto de prevención del olor y desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad.

El agente oxidante se usa preferiblemente en forma de una disolución acuosa desde el punto de vista de la manejabilidad. La concentración del agente oxidante es preferiblemente del 10 % en masa o más, y más preferiblemente el 20 % en masa o más, y es preferiblemente del 50 % en masa o menos, más preferiblemente el 40 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 30 % en masa o menos desde el punto de vista de la disponibilidad y eficiencia económica.

La temperatura en el tratamiento de oxidación es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior desde el punto de vista de la potenciación del efecto de prevención del olor, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad. El tiempo de tratamiento es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más desde el punto de vista de la potenciación del efecto de prevención del olor, y es preferiblemente de 5 horas o menos, y más preferiblemente 2 horas o menos desde el punto de vista de la productividad. En el caso en el que el tratamiento de oxidación se realiza usando un agente oxidante, desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad y similares, se prefiere usar una atmósfera inerte, y desde el punto de vista de la eficiencia económica, se usa preferiblemente gas nitrógeno como gas inerte.

La etapa 4 de la presente invención es una etapa de realizar un tratamiento de reducción del tensioactivo catiónico sometido al tratamiento de oxidación en la etapa 3. Realizando secuencialmente el tratamiento de oxidación y el tratamiento de reducción tras la cuaternización en la etapa 2 de esta manera, puede obtenerse un tensioactivo catiónico de alta calidad, que se previene que produzca olor y color, y también tiene una estabilidad en almacenamiento favorable.

El tratamiento de reducción en la etapa 4 puede realizarse mezclando un agente reductor en el tensioactivo catiónico. Como agente reductor puede usarse un agente reductor común. Desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad para mejorar la estabilidad en almacenamiento, el agente reductor es preferiblemente ácido hipofosfórico o una sal de metal alcalino del mismo, más preferiblemente ácido hipofosfórico o hipofosfito de sodio, y de manera adicionalmente preferible ácido hipofosfórico. El tratamiento de reducción se realiza preferiblemente en una atmósfera inerte desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la calidad tal como el color, y desde el punto de vista de la eficiencia económica, se usa preferiblemente gas nitrógeno como gas inerte.

La cantidad de uso del agente reductor en la etapa 4 con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2 es preferiblemente de 0,001 partes en masa o más, más preferiblemente 0,005 partes en masa o más, de manera adicionalmente preferible 0,01 partes en masa o más, además preferiblemente 0,02 partes en masa o más, y además preferiblemente 0,03 partes en masa o más desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad para mejorar la estabilidad en almacenamiento, y es preferiblemente de 1,0 partes en masa o menos, más preferiblemente 0,5 partes en masa o menos, de manera adicionalmente preferible 0,2 partes en

masa o menos, y además preferiblemente 0,1 partes en masa o menos desde el punto de vista de la eficiencia económica.

5 El agente reductor se usa preferiblemente en forma de una disolución acuosa desde el punto de vista de la manejabilidad. La concentración del agente reductor es preferiblemente del 30 % en masa o más, más preferiblemente el 40 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 45 % en masa o más, y es preferiblemente del 70 % en masa o menos, más preferiblemente el 60 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 55 % en masa o menos desde el punto de vista de la disponibilidad y eficiencia económica.

10 La temperatura en el tratamiento de reducción en la etapa 4 es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad para mejorar la estabilidad en almacenamiento, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad. El tiempo de tratamiento es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más desde el punto de vista de la prevención del deterioro de la tonalidad para mejorar la estabilidad en almacenamiento, y es preferiblemente de 5 horas o menos, y más preferiblemente 2 horas o menos desde el punto de vista de la productividad.

20 Se previene que el tensioactivo catiónico obtenido mediante el método de producción según la presente invención produzca olor y color, y tiene una estabilidad en almacenamiento favorable. El tensioactivo catiónico obtenido es útil como base suavizante que va a usarse en un suavizante de tejidos, y también tiene una biodegradabilidad favorable.

25 En el caso en el que el tensioactivo catiónico se usa en una composición de suavizante de tejidos como base suavizante, el contenido del tensioactivo catiónico es preferiblemente del 1,0 % en masa o más, más preferiblemente el 2,0 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 3,0 % en masa o más desde el punto de vista de mostrar de manera apropiada el rendimiento de suavizado, y es preferiblemente del 40 % en masa o menos, más preferiblemente el 30 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 20 % en masa o menos desde el punto de vista del sentido de uso y la eficiencia económica.

30 Con el fin de mejorar adicionalmente el rendimiento de suavizado y la estabilidad en almacenamiento, la composición de suavizante de tejidos puede contener un tensioactivo no iónico, tal como un aducto de óxido de alquileno de un alcohol que tiene 8 o más y 24 o menos átomos de carbono, un alcohol superior tal como un alcohol que tiene 8 o más y 24 o menos átomos de carbono, un ácido graso superior tal como un ácido graso que tiene 8 o más y 24 o menos átomos de carbono, un alcohol inferior tal como etanol o isopropanol, glicol, poliol, un aducto de óxido de etileno de los mismos, un aducto de óxido de propileno de los mismos, o similares, y también puede contener una sal inorgánica, un agente de ajuste del pH, un agente hidrotrópico, una fragancia, un antiespumante, un pigmento o similares según se necesite.

40 A continuación en el presente documento se indicarán realizaciones de la presente invención.

<1> Método para producir un tensioactivo catiónico que incluye las siguientes etapa 1, etapa 2, etapa 3 y etapa 4:

45 etapa 1: una etapa de obtener un éster de alcanolamina haciendo reaccionar una alcanolamina con un ácido graso o un éster alquílico de ácido graso sin usar ácido hipofosfórico o una sal del mismo;

etapa 2: una etapa de obtener un tensioactivo catiónico cuaternizando el éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 con un sulfato de dialquilo;

50 etapa 3: una etapa de realizar un tratamiento de oxidación del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2; y

etapa 4: una etapa de realizar un tratamiento de reducción del tensioactivo catiónico sometido al tratamiento de oxidación obtenido en la etapa 3.

55 <2> Método de producción según el punto <1>, en el que la alcanolamina es preferiblemente una dialcanolamina o una trialcanolamina, más preferiblemente un aminoalcohol tal como trietanolamina o metildietanolamina, de manera adicionalmente preferible trietanolamina.

60 <3> Método de producción según los puntos <1> o <2>, en el que el ácido graso es un ácido graso de cadena larga que tiene preferiblemente 8 o más y 30 o menos átomos de carbono, y más preferiblemente 12 o más y 24 o menos átomos de carbono tales como ácido graso de sebo de ternera, ácido graso de sebo de ternera hidrogenado, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de palma hidrogenado, o una mezcla de dos o más miembros seleccionados de estos ácidos grasos y el éster alquílico de ácido graso es preferiblemente un éster alquílico inferior, más preferiblemente un éster alquílico inferior que tiene 1 o más y 3 o menos átomos de carbono, y de manera adicionalmente preferible éster metílico de cualquiera de estos ácidos grasos.

65

ES 2 693 265 T3

- 5 <4> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <3>, en el que el grado de esterificación del éster de alcanolamina es preferiblemente de 1,0 o más, más preferiblemente 1,2 o más, de manera adicionalmente preferible 1,4 o más, y además preferiblemente 1,6 o más, y es preferiblemente de 2,2 o menos, más preferiblemente 2,0 o menos, de manera adicionalmente preferible 1,8 o menos, y además preferiblemente 1,7 o menos.
- 10 <5> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <4>, en el que en la etapa 1, se usa un gas portador tal como un gas inerte, preferiblemente gas nitrógeno.
- 15 <6> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <5>, en el que la temperatura de reacción en la etapa 1 es preferiblemente de 140 °C o superior, y más preferiblemente 160 °C o superior, y es preferiblemente de 230 °C o inferior, más preferiblemente 210 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 200 °C o inferior.
- 20 <7> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <6>, en el que la presión de reacción en la etapa 1 es preferiblemente a presión reducida, más preferiblemente 50 kPa o menos, y de manera adicionalmente preferible 20 kPa o menos, y es preferiblemente de 1 kPa o más, y más preferiblemente 5 kPa o más.
- 25 <8> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <7>, en el que el tiempo de reacción en la etapa 1 es preferiblemente de 0,5 horas o más, más preferiblemente 1 hora o más, de manera adicionalmente preferible 2 horas o más, además preferiblemente 3 horas o más, y además preferiblemente 6 horas o más, y es preferiblemente de 20 horas o menos, más preferiblemente 15 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 10 horas o menos, y además preferiblemente 8 horas o menos.
- 30 <9> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <8>, en el que el índice de acidez (mg de KOH/g) del éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 es preferiblemente de 10 o menos, más preferiblemente 6 o menos, de manera adicionalmente preferible 4 o menos, además preferiblemente 3 o menos, y además preferiblemente 2,5 o menos, y es de 0,5 o más, 1,0 o más, 1,5 o más, o 1,7 o más.
- 35 <10> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <9>, en el que el sulfato de dialquilo que va a usarse en la etapa 2 es preferiblemente sulfato de dimetilo o sulfato de dietilo, y más preferiblemente sulfato de dimetilo.
- 40 <11> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <10>, en el que en la etapa 2, se usa preferiblemente un gas portador tal como un gas inerte, más preferiblemente gas nitrógeno.
- 45 <12> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <11>, en el que la cantidad de uso del sulfato de dialquilo en la etapa 2 con respecto a 1 equivalente del éster de alcanolamina es preferiblemente de 0,90 equivalentes o más, y más preferiblemente 0,93 equivalentes o más, y es preferiblemente de 1,00 equivalente o menos, y más preferiblemente 0,98 equivalentes o menos.
- 50 <13> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <12>, en el que en la etapa 2, la reacción de cuaternización se realiza preferiblemente en ausencia de disolventes.
- 55 <14> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <12>, en el que la reacción de cuaternización es preferiblemente una reacción que se realiza mientras se suministra el sulfato de dialquilo al éster de alcanolamina.
- 60 <15> Método de producción según el punto <14>, en el que la temperatura de suministro del sulfato de dialquilo en la etapa 2 es preferiblemente de 30 °C o superior, y más preferiblemente 40 °C o superior, y es preferiblemente de 100 °C o inferior, más preferiblemente 90 °C o inferior, de manera adicionalmente preferible 80 °C o inferior, y además preferiblemente 70 °C o inferior.
- 65 <16> Método de producción según los puntos <14> o <15>, en el que el tiempo de suministro del sulfato de dialquilo en la etapa 2 es preferiblemente de 0,1 horas o más, más preferiblemente 0,25 horas o más, de manera adicionalmente preferible 0,5 horas o más, y además preferiblemente 1 hora o más, y es preferiblemente de 20 horas o menos, más preferiblemente 10 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 5 horas o menos, además preferiblemente 4 horas o menos, y además preferiblemente 3 horas o menos.
- <17> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <16>, en el que la presión en la reacción de cuaternización en la etapa 2 es, en presión absoluta, preferiblemente de 0,09 MPa o más, y más preferiblemente 0,10 MPa o más, y es preferiblemente de 0,5 MPa o menos, más preferiblemente 0,2 MPa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,11 MPa o menos.
- <18> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <17>, en el que en la etapa 2, se prefiere realizar un envejecimiento tras suministrar el sulfato de dialquilo al éster de alcanolamina.

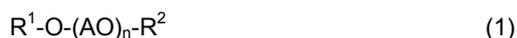
<19> Método de producción según el punto <18>, en el que en la etapa 2, la etapa de envejecimiento se realiza preferiblemente a 30 °C o más, más preferiblemente 40 °C o más, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o más, y se realiza preferiblemente a 100 °C o menos, más preferiblemente 90 °C o menos, de manera adicionalmente preferible 80 °C o menos, y además preferiblemente 70 °C o menos.

<20> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <18> y <19>, en el que en la etapa 2, la etapa de envejecimiento se realiza durante preferiblemente 0,5 horas o más, y más preferiblemente 1 hora o más, y se realiza durante preferiblemente 20 horas o menos, más preferiblemente 10 horas o menos, de manera adicionalmente preferible 5 horas o menos, además preferiblemente 4 horas o menos, y además preferiblemente 3 horas o menos.

<21> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <18> a <20>, en el que en la etapa 2, la etapa de envejecimiento se realiza a una presión absoluta de preferiblemente 0,09 MPa o más, y más preferiblemente 0,10 MPa o más, y se realiza a una presión absoluta de preferiblemente 0,5 MPa o menos, más preferiblemente 0,2 MPa o menos, y de manera adicionalmente preferible 0,11 MPa o menos.

<22> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <21>, en el que se realiza una etapa de adición de disolvente tras completarse la cuaternización en la etapa 2, y preferiblemente se realiza antes de la etapa 3.

<23> Método de producción según el punto <22>, en el que el disolvente es preferiblemente un disolvente orgánico, más preferiblemente al menos un disolvente orgánico seleccionado de alcoholes que tienen 2 o más y 3 o menos átomos de carbono y disolventes representados por la siguiente fórmula general (1), de manera adicionalmente preferible un alcohol monohidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono o un alcohol polihidroxilado que tiene 2 o más y 3 o menos átomos de carbono, y además preferiblemente etanol o alcohol isopropílico, y también es preferiblemente el mismo disolvente que el usado en la etapa 2.



En la fórmula, R¹ y R² son iguales o diferentes y representan cada uno hidrógeno, un grupo alquilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, o un grupo acilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono; A representa un grupo alqueno que tiene 2 o más y 4 o menos átomos de carbono, y n representa un número en promedio de 1 o más y 40 o menos, y los A son todos iguales o algunos de ellos son diferentes.

<24> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <22> y <23>, en el que la cantidad de adición del disolvente en el tensioactivo catiónico tras añadir el disolvente es tal que la suma de la cantidad de adición del mismo y la cantidad del disolvente usada en las otras etapas es preferiblemente del 5 % en masa o más, más preferiblemente el 8 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 10 % en masa o más, y es preferiblemente del 60 % en masa o menos, más preferiblemente el 30 % en masa o menos, de manera adicionalmente preferible el 20 % en masa o menos, y además preferiblemente el 15 % en masa o menos.

<25> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <22> a <24>, en el que la temperatura de mezclado en la etapa de adición de disolvente es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior.

<26> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <22> a <25>, en el que el tiempo de mezclado en la etapa de adición de disolvente es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más, y es preferiblemente de 3 horas o menos, más preferiblemente 2 horas o menos, y de manera adicionalmente preferible 1 hora o menos.

<27> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <26>, en el que el tratamiento de oxidación en la etapa 3 se realiza mediante oxidación con oxígeno del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2 o mediante mezclado de un agente oxidante, preferiblemente se realiza mediante mezclado de un agente oxidante.

<28> Método de producción según el punto <27>, en el que el agente oxidante es preferiblemente uno o más seleccionados de ácido cloroso, ácido hipocloroso, y sales de metales alcalinos de los mismos, más preferiblemente uno o más seleccionados de ácido cloroso, ácido hipocloroso, y sales de sodio de los mismos, de manera adicionalmente preferible clorito de sodio o hipoclorito de sodio, y además preferiblemente clorito de sodio.

<29> Método de producción según los puntos <27> o <28>, en el que la cantidad de uso del agente oxidante con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2 es preferiblemente de 0,001 partes en masa o más, más preferiblemente 0,005 partes en masa o más, de manera adicionalmente preferible 0,01 partes en masa o más, y además preferiblemente 0,03 partes en masa o más, y es preferiblemente de 1,0 parte en masa o menos, más preferiblemente 0,5 partes en masa o menos, de manera adicionalmente preferible 0,3 partes en masa o menos, además preferiblemente 0,2 partes en masa o menos, y además preferiblemente 0,1 partes en masa o

menos.

<30> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <27> a <29>, en el que el agente oxidante se usa preferiblemente en forma de una disolución acuosa.

<31> Método de producción según el punto <30>, en el que la concentración del agente oxidante es preferiblemente del 10 % en masa o más, y más preferiblemente el 20 % en masa o más, y es preferiblemente del 50 % en masa o menos, más preferiblemente el 40 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 30 % en masa o menos.

<32> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <31>, en el que la temperatura en el tratamiento de oxidación es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior.

<33> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <32>, en el que el tiempo de tratamiento de oxidación es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más, y es preferiblemente de 5 horas o menos, y más preferiblemente 2 horas o menos.

<34> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <33>, en el que la etapa 3 se realiza preferiblemente en una atmósfera inerte, y más preferiblemente, se usa gas nitrógeno.

<35> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <34>, en el que el tratamiento de reducción en la etapa 4 es un tratamiento en el que se mezclan el tensioactivo catiónico sometido al tratamiento de oxidación en la etapa 3 y un agente reductor entre sí.

<36> Método de producción según el punto <35>, en el que el agente reductor es preferiblemente ácido hipofosfórico o una sal de metal alcalino del mismo, más preferiblemente ácido hipofosfórico o hipofosfito de sodio, y de manera adicionalmente preferible ácido hipofosfórico.

<37> Método de producción según los puntos <35> o <36>, en el que la cantidad de uso del agente reductor con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2 es preferiblemente de 0,001 partes en masa o más, más preferiblemente 0,005 partes en masa o más, de manera adicionalmente preferible 0,01 partes en masa o más, además preferiblemente 0,02 partes en masa o más, y además preferiblemente 0,03 partes en masa o más, y es preferiblemente de 1,0 parte en masa o menos, más preferiblemente 0,5 partes en masa o menos, de manera adicionalmente preferible 0,2 partes en masa o menos, y además preferiblemente 0,1 partes en masa o menos.

<38> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <35> a <37>, en el que el agente reductor se usa preferiblemente en forma de una disolución acuosa.

<39> Método de producción según el punto <38>, en el que la concentración del agente reductor es preferiblemente del 30 % en masa o más, más preferiblemente el 40 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 45 % en masa o más, y es preferiblemente del 70 % en masa o menos, más preferiblemente el 60 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 55 % en masa o menos.

<40> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <39>, en el que la temperatura en el tratamiento de reducción es preferiblemente de 30 °C o superior, más preferiblemente 40 °C o superior, y de manera adicionalmente preferible 50 °C o superior, y es preferiblemente de 90 °C o inferior, más preferiblemente 80 °C o inferior, y de manera adicionalmente preferible 70 °C o inferior.

<41> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <40>, en el que el tiempo de tratamiento de reducción es preferiblemente de 0,05 horas o más, y más preferiblemente 0,1 horas o más, y es preferiblemente de 5 horas o menos, y más preferiblemente 2 horas o menos.

<42> Método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <41>, en el que la etapa 4 se realiza preferiblemente en una atmósfera inerte, y más preferiblemente, se usa gas nitrógeno.

<43> Tensioactivo catiónico obtenido mediante el método de producción según uno cualquiera de los puntos <1> a <42>.

<44> Tensioactivo catiónico según el punto <43>, que se usa en una base suavizante de un suavizante de tejidos.

<45> Uso del tensioactivo catiónico según el punto <43> como base suavizante de un suavizante de tejidos.

<46> Composición de suavizante de tejidos, que contiene el tensioactivo catiónico según el punto <43> en una

cantidad de preferiblemente el 1,0 % en masa o más, más preferiblemente el 2,0 % en masa o más, y de manera adicionalmente preferible el 3,0 % en masa o más, y preferiblemente el 40 % en masa o menos, más preferiblemente el 30 % en masa o menos, y de manera adicionalmente preferible el 20 % en masa o menos.

5 Ejemplos

El “%” en los ejemplos es en una base en masa a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplo 1

10 Como etapa 1, en un recipiente de reacción de 1 l, se colocaron trietanolamina (1,0 mol, trietanolamina-S, fabricada por Nippon Shokubai Co., Ltd.), ácido graso de palma parcialmente hidrogenado (1,65 mol, Palmac 605T, fabricado por ACIDCHEM) y 0,28 g de BHT, y se purgó la mezcla resultante con nitrógeno. Después, mientras se burbujeaba nitrógeno, se redujo la presión interna del recipiente a 170 °C desde presión normal (0,1 MPa) hasta 13,3 kPa a lo largo de 1 hora, y después se realizó una reacción de esterificación durante 7 horas, mediante lo cual se obtuvieron 15 569 g de éster de trietanolamina que tenía un índice de acidez de 2,0 mg de KOH/g.

Posteriormente, como etapa 2, se mezclaron 512 g (0,9 mol) del éster de trietanolamina obtenido en la etapa 1 y 0,7 g de BHT, y a la mezcla resultante se le añadieron gota a gota 107,8 g (0,855 mol) de sulfato de dimetilo a lo largo de 2 horas a una temperatura que oscilaba entre 45 °C y 65 °C en una atmósfera de nitrógeno a presión normal (0,1 MPa). Tras realizar el envejecimiento a una temperatura de desde 60 °C hasta 65 °C durante 1,5 horas, se añadieron 84,9 g de etanol a la misma de modo que la cantidad del disolvente en el tensioactivo catiónico final pasó a ser del 12 % en masa, seguido por mezclado a una temperatura de desde 55 °C hasta 65 °C durante 0,5 20 horas.

Además, como etapa 3, se añadieron 1,4 g de una disolución acuosa de clorito de sodio al 25 % a la misma, seguido por mezclado a una temperatura de desde 55 °C hasta 65 °C durante 0,5 horas, mediante lo cual se realizó un tratamiento de oxidación. Después de eso, como etapa 4, se añadieron 0,35 g de una disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % a la misma, seguido por mezclado a una temperatura de desde 55 °C hasta 65 °C durante 0,5 horas, mediante lo cual se realizó un tratamiento de reducción, y por tanto, se obtuvo un tensioactivo catiónico. A propósito, en la tabla 1, se muestran los contenidos netos (partes en masa) del agente oxidante y el agente reductor con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico. Con respecto al tensioactivo catiónico obtenido, se evaluaron el olor y el color mediante los siguientes métodos inmediatamente después de producirse el tensioactivo catiónico y tras almacenarse el tensioactivo catiónico en una atmósfera de nitrógeno a 60 °C durante 8 semanas. Los resultados se muestran en la tabla 1. 25 30 35

<Muestra de evaluación para el olor y método de evaluación>

• Se realizó la preparación colocando 100 g de una disolución acuosa al 15 % de la sustancia a granel en una botella de vidrio de 450 ml. 40

• Se realizó una evaluación sensorial por 5 panelistas profesionales según los siguientes criterios, y se determinó un promedio de las puntuaciones facilitadas por los panelistas como valor de evaluación (un valor de evaluación que pasa para el olor es de 3,5 o menos). 45

1: La muestra no tiene ningún olor desagradable.

2: La muestra casi no tiene olor desagradable (tiene un olor desagradable muy ligero).

50 3: La muestra tiene un olor desagradable débil.

4: La muestra tiene un olor desagradable distintivo.

55 5: La muestra tiene un fuerte olor desagradable.

6: La muestra tiene un olor desagradable muy fuerte.

<Evaluación para el color>

60 Se midió el color según la escala de color de Gardner usando un instrumento OME 2000 fabricado por Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.

Ejemplo 2

65 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la cantidad de la disolución acuosa de clorito de sodio al 25 % en la etapa 3 se cambió a 4,2 g, y la cantidad

de la disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % en la etapa 4 se cambió a 0,71 g. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

5 Ejemplo 3

Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la cantidad de la disolución acuosa de clorito de sodio al 25 % en la etapa 3 se cambió a 0,56 g, y la cantidad de la disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % en la etapa 4 se cambió a 0,71 g. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 4

15 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la cantidad de la disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % en la etapa 4 se cambió a 0,71 g. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

20 Ejemplo 5

Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la cantidad de la disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % en la etapa 4 se cambió a 0,14 g. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 6

30 Se realizó un procedimiento en las mismas condiciones que en el ejemplo 1 excepto porque se burbujeó nitrógeno en la etapa 1 a una velocidad de flujo mostrada en la tabla 1, y la presión interna del recipiente se redujo a 190 °C desde presión normal (0,1 MPa) hasta 13,3 kPa a lo largo de 1 hora, y después se realizó una reacción de esterificación durante 4 horas, mediante lo cual se obtuvieron 569 g de éster de trietanolamina que tenía un índice de acidez de 2,1 mg de KOH/g.

35 Posteriormente, como etapa 2, se realizó un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque se realizó el envejecimiento durante 2,5 horas tras la adición gota a gota de sulfato de dimetilo, mediante lo cual se obtuvo un tensioactivo catiónico. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

40 Ejemplo 7

Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque el agente oxidante en la etapa 3 se cambió a hipoclorito de sodio. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

45 Ejemplo comparativo 1

Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la etapa 3 y la etapa 4 no se realizaron. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 2

55 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la etapa 4 no se realizó. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 3

60 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque la etapa 3 no se realizó. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

Ejemplo comparativo 4

65 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto

porque se cambió el orden de los tratamientos en la etapa 3 y la etapa 4 realizadas en el ejemplo 1. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

5 Ejemplo comparativo 5

10 Se obtuvo un tensioactivo catiónico realizando un procedimiento de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque en la etapa 1, se añadieron 0,57 g de una disolución acuosa de ácido hipofosfórico al 50 % (un contenido neto de 0,05 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de éster de trietanolamina), y se realizó la esterificación por deshidratación durante 3 horas como envejecimiento, mediante lo cual se obtuvieron 569 g de éster de trietanolamina que tenía un índice de acidez de 1,6 mg de KOH/g. Los resultados obtenidos realizando la misma evaluación que en el ejemplo 1 para el tensioactivo catiónico obtenido se muestran en la tabla 1.

[Tabla 1]

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5		
Etapa 1	Acido hipofosforico [partes en masa] ¹	-	Igual que en el ejemplo 1					-	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Trietanolamina (g)	149	Igual que en el ejemplo 1					149	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Acido graso (g)	449	Igual que en el ejemplo 1					449	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Acido graso / trietanol-amina [eq/eq]	1,65	Igual que en el ejemplo 1					1,65	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Temperatura de reaccion [°C]	170	Igual que en el ejemplo 1					190	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Presion de reaccion [kPa]	13,3	Igual que en el ejemplo 1					13,3	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Tiempo de reaccion [h]	7	Igual que en el ejemplo 1					4	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Gas portador	Burbujeo de nitrogeno 50 ml / min	Igual que en el ejemplo 1					Burbujeo de nitrogeno 10 ml/min	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
	Etapa 2	Sulfato de dimetilo [eq]	0,95	Igual que en el ejemplo 1					0,95	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1			
		Temperatura de suministro de sulfato de dimetilo (°C)	45-65	Igual que en el ejemplo 1					45-65	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1			
Tiempo de suministro de sulfato de dimetilo (°C)		2,0	Igual que en el ejemplo 1					2,0	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
Temperatura de envejecimiento [°C]		60-65	Igual que en el ejemplo 1					60-65	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
Tiempo de envejecimiento [h]		1,5	Igual que en el ejemplo 1					2,5	Igual que en el ejemplo 1	Igual que en el ejemplo 1				
Etapa 3	Tratamiento de oxidacion	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,15 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,02 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	No	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	No	Acido hipofosforico 0,025 partes en masa 55 °C / 0,5h	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h		
	Tratamiento de reduccion	Acido hipofosforico	Acido hipofosforico 0,05	Acido hipofosforico 0,05	Acido hipofosforico 0,05	Acido hipofosforico	Acido hipofosforico	No	No	Acido hipofosforico 0,025	NaClO ₂ 0,05 partes en masa 55 °C / 0,5h	Acido hipofosforico 0,025		

Común a las etapas 2 a 4	Gas atmosférico	0,025 partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h	partes en masa 55 °C-65 °C / 0,5h
		Nitrógeno	Nitrógeno	Nitrógeno	Nitrógeno	Nitrógeno	Nitrógeno	Nitrógeno
Evaluación del producto	Inmediatamente tras la producción	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	Color [G]	1	1	1	1	1	1	1
Tras almacenamiento al 60 °C durante 8 semanas	Olor	2,0	1,8	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2
	Color [G]	2	2	2	2	2	2	2

*1: partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de la alcanolamina, el ácido graso y el éster alquílico de ácido graso en la etapa 1

REIVINDICACIONES

1. Método para producir un tensioactivo catiónico que comprende las siguientes etapas:
- 5 etapa 1: una etapa de obtener un éster de alcanolamina haciendo reaccionar una alcanolamina con un ácido graso o un éster alquílico de ácido graso sin usar ácido hipofosfórico o una sal del mismo;
- etapa 2: una etapa de obtener un tensioactivo catiónico cuaternizando el éster de alcanolamina obtenido en la etapa 1 con un sulfato de dialquilo; caracterizado por
- 10 etapa 3: una etapa de realizar un tratamiento de oxidación del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2; y
- etapa 4: una etapa de realizar un tratamiento de reducción del tensioactivo catiónico sometido al tratamiento de oxidación obtenido en la etapa 3.
- 15 2. Método para producir un tensioactivo catiónico según la reivindicación 1, en el que el tratamiento de oxidación en la etapa 3 es un tratamiento en el que se mezclan el tensioactivo catiónico y un agente oxidante entre sí, y la cantidad de uso del agente oxidante es de 0,001 partes en masa o más y 1,0 partes en masa o menos con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2.
- 20 3. Método para producir un tensioactivo catiónico según la reivindicación 2, en el que el agente oxidante es uno o más seleccionados de ácido cloroso, ácido hipocloroso y sales de metales alcalinos de los mismos.
- 25 4. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el tratamiento de reducción en la etapa 4 es un tratamiento en el que se mezclan el tensioactivo catiónico y un agente reductor entre sí, el agente reductor es ácido hipofosfórico o una sal de metal alcalino del mismo, y la cantidad de uso del agente reductor es de 0,001 partes en masa o más y 1,0 partes en masa o menos con respecto a 100 partes en masa del tensioactivo catiónico obtenido en la etapa 2.
- 30 5. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la alcanolamina es una dialcanolamina o una trialcanolamina.
- 35 6. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la alcanolamina es metildietanolamina o trietanolamina.
7. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que en la etapa 2, la reacción de cuaternización se realiza en ausencia de disolventes.
- 40 8. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que tras completarse la cuaternización en la etapa 2, se realiza una etapa de adición de disolvente antes de la etapa 3.
- 45 9. Método para producir un tensioactivo catiónico según la reivindicación 8, en el que el disolvente es al menos un disolvente orgánico seleccionado de alcoholes que tienen 2 o más y 3 o menos átomos de carbono y disolventes representados por la siguiente fórmula general (1):
- $$R^1-O-(AO)_n-R^2 \quad (1)$$
- 50 en la que R^1 y R^2 son iguales o diferentes y representan cada uno hidrógeno, un grupo alquilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, un grupo alqueno que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono, o un grupo acilo que tiene 1 o más y 30 o menos átomos de carbono; A representa un grupo alqueno que tiene 2 o más y 4 o menos átomos de carbono, y n representa un número en promedio de 1 o más y 40 o menos, y los A son todos iguales o algunos de ellos son diferentes.
- 55 10. Método para producir un tensioactivo catiónico según la reivindicación 8 o 9, en el que la cantidad de adición del disolvente en el tensioactivo catiónico tras añadir el disolvente es tal que la suma de la cantidad de adición del mismo y la cantidad del disolvente usada en las otras etapas es del 5 % en masa o más y el 60 % en masa o menos.
- 60 11. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de la reivindicación 2 y las reivindicaciones 3 a 10 que dependen de la reivindicación 2, en el que el agente oxidante se usa en forma de una disolución acuosa.
- 65 12. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la temperatura en el tratamiento de oxidación es de 30 °C o superior y 90 °C o inferior.

- 5
13. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de la reivindicación 4 y las reivindicaciones 5 a 12 que dependen de la reivindicación 4, en el que el agente reductor se usa en forma de una disolución acuosa.
 14. Método para producir un tensioactivo catiónico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la temperatura en el tratamiento de reducción es de 30 °C o superior y 90 °C o inferior.