

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 703 113**

51 Int. Cl.:

C07C 219/06 (2006.01)

C07C 219/08 (2006.01)

C11D 3/30 (2006.01)

C07C 305/06 (2006.01)

C11D 1/62 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C07C 213/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.10.2014** **E 14188997 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.09.2018** **EP 2868654**

54 Título: **Método para preparar un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio**

30 Prioridad:

05.11.2013 EP 13191579

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

07.03.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

KÖHLE, HANS-JÜRGEN, DR.;
EULER, AXEL;
SEIDEL, KURT y
SCHWAB, PETER, DR.

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 703 113 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 preparar un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio

La presente invención se refiere a un método para preparar un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio que tiene un contenido bajo de metanol y a composiciones activas suavizantes de tejidos obtenibles por el método.

La Patente Internacional WO2012061093 describe un procedimiento similar para preparar los mismos compuestos, que difiere en que no hay eliminador de ácidos.

Las sales de amonio cuaternario que soportan dos restos hidrocarbonados de cadena larga, hidrófobos, han encontrado amplio uso como principios activos suavizantes de tejidos. Las sales de amonio cuaternario de alcanolaminas esterificadas con dos restos ácido graso, de promedio, por molécula, referidas comúnmente como *esterquats*, han reemplazado en gran parte a los compuestos de alquilamonio cuaternario más tempranos debido a su biodegradabilidad.

Los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio preparados por cuaternización de ésteres de ácido graso de trietanolamina con dimetilsulfato han encontrado amplio uso como principios activos suavizantes de tejidos. Puesto que el dimetilsulfato es un potencial carcinógeno, se lleva a cabo cuaternización para conseguir la conversión completa del dimetilsulfato y una conversión alta de amina. Ahora se ha encontrado que los ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio preparados de esta manera contienen cantidades inesperadamente altas de metanol. Aunque los principios activos suavizantes de éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio se han usado durante más de 20 años, el alto contenido de metanol en estas composiciones ha permanecido inadvertido.

Puesto que el metanol es tóxico y presenta un riesgo laboral, hay la necesidad, por lo tanto, de proporcionar composiciones activas suavizantes de tejidos que comprendan ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio, composiciones que tengan un contenido bajo de metanol. También hay la necesidad de un método simple para preparar dichas composiciones.

Ahora se ha encontrado que las composiciones activas suavizantes de tejidos que comprenden ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio y que tienen un contenido bajo de metanol pueden prepararse por cuaternización de ésteres de ácido graso de trietanolamina con dimetilsulfato en presencia de un eliminador de ácido sólido.

La presente invención se refiere, por lo tanto, a un método para preparar un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio que comprende una etapa de cuaternización de un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina con dimetilsulfato, en donde la cuaternización se lleva a cabo en presencia de un eliminador de ácido sólido y en donde los restos ácido graso de dicho éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina presentan una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono.

La invención se refiere además a una composición activa suavizante de tejidos, que comprende de 65 % a 98 % en peso de al menos un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio, los correspondientes ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina no cuaternizados en cantidades que proporcionan un índice de amina total de la composición de desde 2 a menos de 7 mg KOH/g y de 1 ppm a 1500 ppm de metanol.

El método de la invención comprende una etapa de cuaternización de un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina con dimetilsulfato en presencia de un eliminador de ácido sólido. El término eliminador de ácido indica un material que reacciona con un ácido de Brønsted que está presente en la mezcla de reacción de cuaternización o que se forma durante la cuaternización, pero el material no reacciona con dimetilsulfato en un grado sustancial durante la cuaternización. Preferiblemente, menos de un 10 % del dimetilsulfato usado se consume por reacción con el eliminador de ácido, más preferiblemente menos de un 5 % y lo más preferiblemente menos de un 2 %.

El eliminador de ácido sólido puede ser: un carbonato de metal, un hidrogenocarbonato de metal, un óxido de metal, un hidróxido de metal, un silicato básico o un aluminosilicato básico. El eliminador de ácido sólido se selecciona preferiblemente de: carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalinotérreo, óxidos de metal alcalinotérreo e hidróxidos de metal alcalinotérreo. El metal alcalino es preferiblemente litio, sodio o potasio, lo más preferiblemente sodio. El metal alcalinotérreo es preferiblemente magnesio o calcio o una mezcla de los dos. Los eliminadores de ácido sólidos adecuados son, por ejemplo, carbonato de sodio, hidrogenocarbonato de sodio, sesquicarbonato de sodio, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, hidroxicarbonatos de magnesio, óxido de calcio, óxido de magnesio, hidróxido de calcio o hidróxido de magnesio. Lo más preferiblemente, el eliminador de ácido sólido son carbonato de sodio o hidrogenocarbonato de sodio.

El eliminador de ácido sólido se usa preferiblemente en exceso para el ácido de Brønsted presente en la mezcla de

reacción de cuaternización y formado durante la cuaternización. Más preferiblemente, el eliminador de ácido sólido se usa en una cantidad de 1 % a 3 %, en peso, basándose en el peso de la mezcla de reacción de cuaternización.

5 Llevar a cabo la cuaternización de un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina con dimetilsulfato en presencia de un eliminador de ácido sólido proporciona un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxiethyl)-metilamonio con un contenido bajo de metanol incluso con grados altos de cuaternización. El método de la invención, por lo tanto, puede proporcionar composiciones que comprendan un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxiethyl)-metilamonio que tengan al mismo tiempo un contenido bajo de metanol y un índice de amina total bajo.

10 El eliminador de ácido sólido consiste preferiblemente en partículas que tienen un valor mediano del tamaño de partícula de al menos 100 μm , en particular, partículas que tienen un valor mediano del tamaño de partícula de 100 μm a 5 mm. El valor mediano del tamaño de partícula se determina como el valor mediano del diámetro de la masa de la distribución del tamaño de partícula determinado por análisis granulométrico. Usar un eliminador de ácido sólido con el tamaño de partícula preferido facilita la separación de eliminador de ácido sólido no reaccionado de la mezcla de reacción viscosa que resulta de la cuaternización.

15 El eliminador de ácido sólido se separa preferiblemente por filtración o centrifugación de la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización. Separar el eliminador de ácido sólido por filtración o centrifugación proporciona una composición que comprende un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxiethyl)-metilamonio que contiene solo cantidades pequeñas de compuestos ácidos y básicos.

20 La etapa de cuaternización puede llevarse a cabo en presencia de un disolvente que se selecciona preferiblemente de: etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, alquil $\text{C}_1\text{-C}_4$ monoéteres de etilenglicol, alquil $\text{C}_1\text{-C}_4$ monoéteres de propilenglicol y mezclas de los mismos. Sin embargo, la etapa de cuaternización se lleva a cabo, preferiblemente, sin adición de disolvente.

25 En una realización preferida del método de la invención, un disolvente seleccionado de etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, alquil $\text{C}_1\text{-C}_4$ monoéteres de etilenglicol, alquil $\text{C}_1\text{-C}_4$ monoéteres de propilenglicol y mezclas de los mismos, se añade a la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización antes de la separación del eliminador de ácido sólido por filtración o centrifugación. La adición de disolvente antes de la filtración o centrifugación facilita la separación de eliminador de ácido sólido no reaccionado de la mezcla de reacción disminuyendo la viscosidad de la mezcla. En una realización preferida más, el eliminador de ácido sólido separado se lava con este disolvente para proporcionar un líquido de lavado y el líquido de lavado se reutiliza por adición de disolvente a la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización.

30 El lavado con disolvente y la reutilización del líquido de lavado reduce las pérdidas de éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxiethyl)-metilamonio que se adhiere al eliminador de ácido sólido no reaccionado en la separación por filtración o centrifugación.

35 La etapa de cuaternización se lleva a cabo preferiblemente con una relación molar de dimetilsulfato a éster de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina de 0,9 a 0,98, más preferiblemente de 0,92 a 0,97. La etapa de cuaternización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 60 $^{\circ}\text{C}$ a 95 $^{\circ}\text{C}$, más preferiblemente de 70 $^{\circ}\text{C}$ a 90 $^{\circ}\text{C}$. La cuaternización puede llevarse a cabo a cualquier presión, tal como presión atmosférica o presión reducida. La cuaternización se lleva a cabo, preferiblemente, hasta que ha reaccionado sustancialmente todo el dimetilsulfato.

40 El resto ácido graso del éster de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina usado como material de partida puede proceder de un ácido graso puro o de una mezcla de ácidos grasos de fórmula RCOOH , donde R es un grupo hidrocarbonado. El grupo hidrocarbonado puede ser ramificado o no ramificado y, preferiblemente, es no ramificado.

45 El éster de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina puede comprender monoésteres de fórmula $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$, diésteres de fórmula $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2$ y triésteres de fórmula $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})_3$, donde R es el grupo hidrocarbonado de un resto ácido graso RCOO . El éster de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina presenta preferiblemente una relación molar promedio de restos ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0, más preferiblemente de 1,5 a 1,8. La relación molar especificada proporciona una alta realización de suavizado del producto cuaternizado en un suavizante de tejidos para el ciclo del aclarado.

50 Los ácidos grasos que corresponden a los restos ácido graso de dichos ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina presentan, preferiblemente, un índice de yodo de 0,5 a 120, más preferiblemente de 1 a 50 y lo más preferiblemente de 30 a 45. El índice de yodo es la cantidad de yodo en gramos consumida por la reacción de los dobles enlaces de 100 g de ácido graso, determinado por el método de ISO 3961.

55 Los restos ácido graso de los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxiethyl)-amina presentan preferiblemente una longitud de cadena promedio de 16 a 18, más preferiblemente de 16,5 a 17,8 átomos de carbono. La longitud de cadena promedio se calcula sobre la base de la fracción en peso de los ácidos grasos individuales en la mezcla de ácidos grasos. Para los 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 las longitudes de cadena promedio preferidos proporcionan una combinación adecuada de buena procesabilidad del producto de reacción cuaternizado en términos de punto de fusión y viscosidad y de eficiencia alta de suavizado de tejidos en un suavizante de tejidos para el ciclo del aclarado.

- 5 Para proporcionar la longitud de cadena promedio y el índice de yodo requeridos, los restos ácido graso pueden proceder de una mezcla de ácidos grasos que comprenda ácidos grasos tanto saturados como insaturados. Los ácidos grasos insaturados son preferiblemente ácidos grasos monoinsaturados. El éster de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina comprende preferiblemente menos de un 10 % en peso de restos ácido graso poliinsaturados y más preferiblemente menos de un 6 % en peso. Los ejemplos de ácidos grasos saturados 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 restos ácido graso insaturados es preferiblemente mayor que 55 : 45 y más preferiblemente mayor que 65 : 35. La fracción de restos ácido graso poliinsaturados puede reducirse por hidrogenación selectiva en el contacto, que es una hidrogenación que hidrogena de manera selectiva un doble enlace en una subestructura $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$, pero no dobles enlaces de grupos hidrocarbonados monoinsaturados.

- El material de partida de éster de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina se prepara, preferiblemente, por esterificación de trietanolamina con un ácido graso o una mezcla de ácidos grasos, retirando el agua formada durante la esterificación a presión reducida. Los ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina preparados de esta manera pueden usarse sin más purificación. El índice de yodo, la longitud de cadena promedio y la relación molar de restos ácido graso a nitrógeno deseados pueden ajustarse fácilmente por la elección del ácido graso o la mezcla de ácidos grasos y la relación molar de trietanolamina a ácido graso usada en la reacción de esterificación. La esterificación se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 160 °C a 210 °C a presión atmosférica separando por destilación el agua hasta que se haya retirado de un 60 % a 80 % de la cantidad teórica de agua. Después se reduce la presión etapa por etapa a una presión final en el intervalo de 5 mbar a 50 mbar y la reacción continúa hasta que se haya alcanzado un índice de acidez de 1 mg KOH/g a 10 mg KOH/g, preferiblemente de 2 mg KOH/g a 8 mg KOH/g y más preferiblemente de 2 mg KOH/g a 5 mg KOH/g.

El método de la invención permite preparar la composición activa suavizante de tejidos de la invención con un contenido bajo de éster de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina no cuaternizado y un contenido bajo de metanol.

- La composición activa suavizante de tejidos de la invención comprende de 65 % a 98 % en peso de, al menos, un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxi-etil)-metilamonio. La composición comprende además los correspondientes ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina no cuaternizados en cantidades que proporcionan un índice de amina total de la composición de 2 mg KOH/g a menos de 7 mg KOH/g, preferiblemente de 4 mg KOH/g a menos de 7 mg KOH/g y más preferiblemente de 5 mg KOH/g a menos de 7 mg KOH/g. El índice de amina total se determina por valoración no acuosa con ácido perclórico según el método Tf 2a-64 de la Sociedad Americana de Productos Químicos del Aceite y se calcula como miligramos de KOH por gramo de muestra.

- La composición activa suavizante de tejidos de la invención también comprende de 1 ppm a 1500 ppm de metanol, preferiblemente de 10 ppm a 1000 ppm de metanol, más preferiblemente de 10 ppm a 800 ppm de metanol, lo más preferiblemente de 100 ppm a 800 ppm de metanol, basado en el peso de la composición. Este contenido de metanol es menor que en las composiciones suavizantes de tejidos de la técnica anterior que contienen cantidades similares de ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxi-etil)-metilamonio y ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina preparados haciendo reaccionar un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina con dimetilsulfato. El contenido de metanol de la composición puede determinarse por análisis GLC de espacio de cabeza con calibración por enriquecimiento con cantidades conocidas de metanol. La composición suavizante de tejidos se diluye preferiblemente con un disolvente adecuado, tal como dimetilformamida, para reducir la viscosidad para un análisis GLC de espacio de cabeza preciso. El contenido más bajo de metanol en la composición activa suavizante de tejidos de la invención reduce la necesidad de precauciones de seguridad laboral y los requerimientos de etiquetado y clasificación de los productos y aumenta el punto de inflamación de la composición comparado con las composiciones de la técnica anterior.

- La composición activa suavizante de tejidos de la invención puede comprender además uno o más disolventes orgánicos adicionales. La composición comprende, preferiblemente, hasta un 35 % en peso de un disolvente seleccionado de: etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de etilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de propilenglicol y mezclas de los mismos. La cantidad de disolvente adicional es lo más preferiblemente de 5 % a 20 % en peso. Los disolventes más preferidos son etanol, 1-propanol y 2-propanol, lo más preferiblemente etanol o 2-propanol y, en particular, 2-propanol.

- El éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxi-etil)-metilamonio de la composición activa suavizante de tejidos de la invención corresponde preferiblemente a un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxi-etil)-amina preferido, como se definió anteriormente como material de partida para el método de la invención. Esto significa que el éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxi-etil)-metilamonio preferido puede prepararse por cuaternización de un

éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina preferido con dimetilsulfato.

Ejemplos

Ejemplo 1

- 5 Contenido de metanol de ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio comercial,

La tabla 1 muestra el contenido de metanol de ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio comerciales determinados por GC de espacio de cabeza.

Tabla 1

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

10 Ejemplo 2

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

- Se calentó una mezcla de 2006 g (6,44 mol) de ácido graso de sebo con un índice de yodo de 36 g y 632 g (4,26 mol) de trietanolamina a 180 °C con agitación, separándose por destilación el agua de la mezcla de reacción. Después de 1 h a esta temperatura, se redujo la presión etapa por etapa a 10 mbar y se agitó la mezcla otras 2 h a 180 °C y 10 mbar. El éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina resultante presentó un índice de acidez de 7,0 mg KOH/g y un índice de amina total de 93,7 mg KOH/g.

Preparación de ésteres de ácido graso de sebo de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio.

Ejemplo 3 (comparativo)

- 20 Se añadieron 111,7 g (0,89 mol) de dimetilsulfato en pequeñas porciones con agitación a 563 g (0,94 mol) 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 60 °C a 90 °C. Después de que se hubo añadido todo el dimetilsulfato, se agitó la mezcla de reacción durante 1 h a 85 °C. Después se añadieron 75,1 g de 2-propanol y se agitó la mezcla hasta que fue homogénea. La composición resultante presentó un índice de amina total de 4,6 mg KOH/g y contenía 3200 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

25 Ejemplo 4

Se añadieron 92,2 g (0,73 mol) de dimetilsulfato en pequeñas porciones con agitación a una mezcla de 465,6 g (0,78 mol) de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 14 g (0,17 mol) de

5 hidrogenocarbonato de sodio, enfriándose la mezcla de reacción para mantener la temperatura en el intervalo de 60 °C a 90 °C. Después de que se hubo añadido todo el dimetilsulfato, se agitó la mezcla de reacción durante 1 h a 85 °C. Después se añadieron 62,0 g de 2-propanol, se agitó la mezcla hasta que fue homogénea y se filtró con un filtro de presión para retirar el hidrogenocarbonato de sodio no reaccionado. La composición resultante presentó un índice de amina total de 9,1 mg KOH/g y contenía 190 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 5 (comparativo)

10 Se añadieron 114,7 g (0,91 mol) de dimetilsulfato en pequeñas porciones con agitación a 563 g (0,94 mol) de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2, enfriándose la mezcla de reacción para mantener la temperatura en el intervalo de 60 °C a 90 °C. Después de que se hubo añadido todo el dimetilsulfato, se agitó la mezcla de reacción durante 1 h a 85 °C. Después se añadieron 75,3 g de 2-propanol y se agitó la mezcla hasta que fue homogénea. La composición resultante presentó un índice de amina total de 3,1 mg KOH/g y contenía 4000 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 6

15 Se añadieron 86,9 g (0,69 mol) de dimetilsulfato en pequeñas porciones con agitación a una mezcla de 428,9 g (0,716 mol) de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 10,6 g (0,13 mol) de hidrogenocarbonato de sodio, enfriándose la mezcla de reacción para mantener la temperatura en el intervalo de 60 °C a 90 °C. Después de que se hubo añadido todo el dimetilsulfato, se agitó la mezcla de reacción durante 1 h a 85 °C. Después se añadieron 57,9 g de 2-propanol, se agitó la mezcla hasta que fue homogénea y se filtró con un filtro de presión para retirar el hidrogenocarbonato de sodio no reaccionado. La composición resultante presentó un índice de amina total de 6,4 mg KOH/g y contenía 1100 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

Ejemplo 7

25 Se añadieron 94,6 g (0,75 mol) de dimetilsulfato en pequeñas porciones con agitación a una mezcla de 466,6 g (0,78 mol) de éster de ácido graso de sebo de tris-(2-hidroxietil)-amina del ejemplo 2 y 8,6 g (0,147 mol) de hidróxido de magnesio, enfriándose la mezcla de reacción para mantener la temperatura en el intervalo de 60 °C a 90 °C. Después de que se hubo añadido todo el dimetilsulfato, se agitó la mezcla de reacción durante 1 h a 85 °C. Después se añadieron 63,0 g de 2-propanol, se agitó la mezcla hasta que fue homogénea y se filtró con un filtro de presión para retirar el hidróxido de sodio y magnesio no reaccionado. La composición resultante presentó un índice de amina total de 6,9 mg KOH/g y contenía 610 ppm de metanol, basado en el peso de la composición.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio que comprende una etapa de cuaternización de un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina con dimetilsulfato, en donde la cuaternización se lleva a cabo en presencia de un eliminador de ácido sólido y en donde los restos de ácido graso de dichos éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina presentan una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono.
2. El método de la reivindicación 1, en donde el eliminador de ácido sólido se selecciona de: carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalinotérreo, óxidos de metal alcalinotérreo e hidróxidos de metal alcalinotérreo.
3. El método de la reivindicación 2, en donde el eliminador de ácido sólido es carbonato de sodio o hidrogenocarbonato de sodio.
4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el eliminador de ácido sólido consiste en partículas que tienen un valor mediano del tamaño de partícula de, al menos, 100 μm .
5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el eliminador de ácido sólido se separa por filtración o centrifugación de la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización.
6. El método de la reivindicación 5, en donde se añade un disolvente seleccionado de: etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de etilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de propilenglicol y mezclas de los mismos, a la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización antes de separar el eliminador de ácido sólido.
7. El método de la reivindicación 6, en donde el eliminador de ácido sólido separado se lava con dicho disolvente para proporcionar un líquido de lavado y se reutiliza el líquido de lavado añadiendo disolvente a la mezcla de reacción que resulta de la cuaternización.
8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la relación molar de dimetilsulfato a éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina es de 0,9 a 0,98.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la cuaternización se lleva a cabo a una temperatura de 60 °C a 95 °C.
10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde dicho éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina presenta una relación molar promedio de restos ácido graso a nitrógeno de 1,4 a 2,0.
11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde los restos ácido graso de dicho éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina presentan un índice de yodo de 0,5 a 120.
12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina comprende menos de un 10 % en moles de restos ácido graso poliinsaturados.
13. Una composición activa suavizante de tejidos que comprende:
- a) de 65 % a 98 % en peso de al menos un éster de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio,
 - b) los correspondientes ésteres de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina no cuaternizados en cantidades que proporcionan un índice de amina total de la composición de 2 mg KOH/g a menos de 7 mg KOH/g y
 - c) de 1 ppm a 1500 ppm de metanol.
14. La composición activa suavizante de tejidos de la reivindicación 13, que comprende de 10 ppm a 800 ppm de metanol.
15. La composición activa suavizante de tejidos de la reivindicación 13 o 14, que comprende además hasta un 35 % en peso de un disolvente seleccionado de: etanol, 1-propanol, 2-propanol, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de etilenglicol, alquil C₁-C₄ monoéteres de propilenglicol y mezclas de los mismos.
16. La composición activa suavizante de tejidos de una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, que comprende de 65 % a 98 % en peso de ésteres de ácido graso de metilsulfato de tris-(2-hidroxietil)-metilamonio que corresponde a un éster de ácido graso de tris-(2-hidroxietil)-amina como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12.