

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 715 664**

51 Int. Cl.:

C11D 3/00 (2006.01)

C11D 1/645 (2006.01)

C07C 213/00 (2006.01)

C11D 1/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.10.2015 PCT/EP2015/072665**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.04.2016 WO16055341**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.10.2015 E 15771604 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.12.2018 EP 3204475**

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

30 Prioridad:

08.10.2014 EP 14188042

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

05.06.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KÖHLE, HANS-JÜRGEN;
DECLERCQ, MARC JOHAN y
SAVEYN, PIETER JAN MARIA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 715 664 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición activa suavizante de ropa

5 La presente invención se refiere a composiciones activas suavizantes de ropa que tienen un alto rendimiento de suavizado y que proporcionan formulaciones acuosas con buena estabilidad en almacenamiento y viscosidad elevada.

10 Las sales de amonio cuaternario que portan dos restos de hidrocarburo de cadena larga hidrófobos se han utilizado ampliamente como materiales activos suavizantes de ropa. Las sales de amonio cuaternario de alcanolaminas esterificadas con un promedio de dos restos de ácido graso por molécula, comúnmente denominados esterquats, han reemplazado ampliamente a los compuestos de amonio cuaternario alquílicos anteriores debido a su biodegradabilidad.

15 Para su uso en productos suavizantes de ciclo de aclarado, una composición activa suavizante debe cumplir varios requisitos, a veces contradictorios:

- Alto rendimiento de suavizado en términos de tacto suave y rehumectabilidad de la ropa, y
- 20 • Buena estabilidad en almacenamiento en dispersión acuosa con alta viscosidad de dispersión.

25 Los esterquats que presentan el uso técnico más amplio y que actualmente establecen el patrón para el rendimiento de suavizado son diésteres de ácido graso y metilsulfato de metiltriectanolamónio y diésteres de ácido graso y cloruro de dimetildietanolamónio. Sin embargo, las dispersiones acuosas de estos materiales activos suavizantes de ropa tienen una estabilidad limitada y el almacenamiento prolongado de dichas dispersiones acuosas a temperaturas superiores a 40 °C generalmente conducirá a un aumento inaceptable de la viscosidad de la dispersión o a la sedimentación del material activo suavizante. Además, estos materiales activos suavizantes de ropa no se pueden manipular y procesar en dispersiones acuosas sin la adición de un disolvente debido a sus altos puntos de fusión y altas viscosidades de fusión y a la estabilidad térmica e hidrolítica limitada de los materiales activos suavizantes de ropa. Por lo tanto, generalmente se suministran y se procesan con un contenido del 5 al 15% en peso de etanol o isopropanol, lo que requiere precauciones adicionales debido a la volatilidad y la inflamabilidad del disolvente.

35 Los documentos EP 0 293 955 A2 y EP 0 302 567 A2 divulgan dispersiones acuosas suavizantes de ropa que presentan alta estabilidad en almacenamiento y poco cambio en la viscosidad durante su almacenamiento y un procedimiento para preparar dichas dispersiones. Estas composiciones contienen un diéster de ácido graso y sal de bis-(2-hidroxiopropil)-dialquilamónio como agente activo suavizante de ropa en forma de partículas submicrométricas. No obstante, la preparación de estas dispersiones requiere procesar el material activo suavizante de ropa mezclado con del 5 al 50% en peso de alcohol monohidroxílico C₁-C₄. En los ejemplos, se utiliza diéster de ácido palmítico y cloruro de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamónio como material activo suavizante de ropa e isopropanol como disolvente.

45 El documento DE 24 30 140 C3 divulga diésteres de ácido graso y sal de bis-(2-hidroxiopropil)-dialquilamónio para proporcionar materiales activos líquidos suavizantes de ropa. El ejemplo 2 divulga la preparación de un diéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamónio haciendo reaccionar un diéster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina de un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 19 a 20 átomos de carbono y que comprende el 90% en peso de restos de ácido graso insaturados con sulfato de dimetilo en una relación molar de 1:1.

50 EP 1 018 541 A1 divulga composiciones suavizantes de ropa transparentes que comprenden un esterquat y un fenol alcoxilado o un disolvente alcohólico C₃-C₆ ramificado. El ejemplo 6 divulga una composición que contiene un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)dimetilamónio que tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,8 derivado de un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 18 átomos de carbono y un índice de yodo de aproximadamente 150. El esterquat activo se procesa con la adición del 10% en peso de isopropanol cuando se prepara esta composición, tal como se divulga en el párrafo [0026].

60 El documento WO 00/06678 divulga esterquats incompletamente esterificados de alcanolaminas de cadena ramificada, que se reivindica que tienen bajos puntos de fusión y una estabilidad hidrolítica elevada, y propone dejar en promedio un grupo hidroxilo de la alcanolamina sin esterificar. El ejemplo 50 divulga un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)dimetilamónio obtenido mediante cuaternización de un éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,26 derivado de un ácido graso que tiene una longitud de cadena de 12 a 14 átomos de carbono.

65 El documento DE 36 08 093 A1 divulga composiciones suavizantes de ropa acuosas concentradas que comprenden un esterquat con dos grupos acilo, un ácido graso o una sal alcalina del mismo en una cantidad de 1/70 a 1/3 de la cantidad del esterquat y una combinación de disolventes constituida por agua, glicerol y un disolvente orgánico

adicional en una cantidad total de 1/6 a dos veces la cantidad del esterquat. El ejemplo 4 divulga una composición que contiene el 45% en peso de diéster de ácido oleico y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)dimetilamonio, el 1% en peso de sal sódica de ácido graso de sebo, el 11,5% en peso de agua, el 11,5% en peso de glicerol, el 17,5% en peso de 2-propanol, el 6% en peso de propilenglicol y el 3% en peso de dipropilenglicol.

Los materiales activos de esterquat divulgados en los documentos DE 24 30 140 C3, EP 1 018 541 A1 y WO 00/06678 tienen bajos puntos de fusión, pero proporcionan un rendimiento de suavizado insuficiente debido al alto grado de insaturación de los restos de ácido graso o al alto contenido de componente monoesterquat. Por otra parte, esterquats similares derivados de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina con un bajo contenido de monoesterquat, producidos a partir de ácidos grasos con un bajo grado de insaturación, tal como el que se divulga en el documento EP 302 567 A2, proporcionan el rendimiento de suavizado requerido, pero muestran altos puntos de fusión y altas viscosidades de fusión y, por lo tanto, requieren la adición de un disolvente para su manipulación y procesamiento.

El documento WO 2011/120822 A1 divulga composiciones de materiales activos suavizantes de ropa que comprenden al menos el 50% en peso de un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio que tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,5 a 1,99, una longitud de cadena promedio de restos de ácidos grasos de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de los restos de ácido graso, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50, y del 0,5 al 5% en peso de ácido graso. Las composiciones activas suavizantes de ropa pueden comprender además cantidades secundarias de ésteres de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)dimetilamonio, ésteres de ácido graso y bis-(1-metil-2-hidroxi-etil)dimetilamonio, ésteres de ácido graso y (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)-metilamina y ésteres de ácido graso y bis-(1-metil-2-hidroxi-etil)-metilamina. No obstante, el documento WO 2011/120822 A1 no divulga ningún efecto técnico causado por la presencia de estos componentes secundarios.

Se ha descubierto ahora que las composiciones activas suavizantes de ropa a base de un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio, producidas a partir de ácidos grasos con una longitud de cadena específica y un grado específico de insaturación y que tienen una relación molar particular de restos de ácido graso con respecto a restos de amina, proporcionan dispersiones acuosas con estabilidad en almacenamiento mejorada y viscosidad aumentada si contienen una cantidad específica de éster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)-dimetilamonio que contiene el mismo resto de ácido graso.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a una composición activa suavizante de ropa, que comprende como componente A al menos el 50% en peso de un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)dimetilamonio que tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,5 a 1,99, una longitud de cadena promedio de los restos de ácido graso de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de los restos de ácido graso, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50, y como componente B un éster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)dimetilamonio que tiene los mismos restos de ácido graso que el componente A, en la que la relación molar del componente B con respecto al componente A es de 0,05 a 0,20.

La invención también se refiere a un procedimiento para producir dichas composiciones, que comprende las etapas de hacer reaccionar una mezcla que contiene (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)-metilamina y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en una relación molar de 0,05 a 0,20 con un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una relación molar de ácido graso con respecto a amina de 1,51 a 2,0 con eliminación de agua a una temperatura de 160 a 220 °C hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 10 mg de KOH/g y hacerla reaccionar adicionalmente con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo con respecto a amina de 0,90 a 0,97 y preferentemente de 0,92 a 0,95 hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 8 mg de KOH/g.

La composición activa suavizante de ropa de la invención comprende como componente A al menos el 50% en peso de un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio. El uso de una sal de metilsulfato proporciona sorprendentemente un punto de fusión inferior de la composición y una mejor estabilidad a la hidrólisis de una dispersión acuosa de la composición en comparación con una sal de cloruro tal como se utiliza en los documentos EP 0 293 955 A2 y EP 0 302 567 A2.

El componente A es una mezcla de al menos un diéster de fórmula $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ y al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$, en la que R es el grupo hidrocarburo de un resto de ácido graso RCOO. El componente A tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,5 a 1,99 y preferentemente de 1,85 a 1,99. La relación molar especificada es esencial para lograr simultáneamente un alto rendimiento de suavizado y un bajo punto de fusión de la composición. Una relación molar en el intervalo de 1,85 a 1,99 proporciona un alto rendimiento de suavizado en ausencia de tensioactivos aniónicos o a bajas concentraciones de dichos tensioactivos. Las composiciones activas suavizantes de ropa que tienen una relación molar de este tipo son, por lo tanto, útiles para fabricar suavizantes de ciclo de aclarado destinados a su uso en una aplicación de lavado de ropa en la que la ropa se enjuaga varias veces después del lavado antes de añadir el suavizante de ciclo de aclarado. Una relación molar en el intervalo de 1,5 a

menos de 1,85 proporciona un buen rendimiento de suavizado en presencia de tensioactivos aniónicos. Las composiciones activas suavizante de ropa que tienen una relación molar de este tipo son, por lo tanto, útiles para producir suavizantes de ciclo de aclarado destinados a su uso en una aplicación de lavado de ropa en la que se añade el suavizante de ciclo de aclarado al aclarado inmediatamente después del lavado.

5 El resto de ácido graso del componente A se deriva de una mezcla de ácidos grasos de fórmula RCOOH, en la que R es un grupo hidrocarburo. El grupo hidrocarburo puede ser ramificado o no ramificado y, preferentemente, no ramificado.

10 El resto de ácido graso tiene una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50. La longitud de cadena promedio es preferentemente de 16,5 a 17,8 átomos de carbono. Preferentemente, el resto de ácido graso tiene un índice de yodo de 1,0 a 50, de forma más preferida de 2 a 50, de forma incluso más preferida de 5 a 40 y de la forma más preferida de 15 a 35. La longitud de cadena promedio se calcula sobre la base de la fracción en peso de ácidos grasos individuales en la mezcla de ácidos grasos. Para los ácidos grasos de cadena ramificada, la longitud de la cadena se refiere a la cadena consecutiva más larga de átomos de carbono. El índice de yodo es la cantidad de yodo en g consumida por la reacción de los dobles enlaces de 100 g de ácido graso, determinada mediante el procedimiento de la norma ISO 3961. Para proporcionar la longitud de cadena y el índice de yodo promedio requeridos, el resto de ácido graso se deriva de una mezcla de ácidos grasos que comprenden ácidos grasos saturados e insaturados. Los ácidos grasos insaturados son preferentemente ácidos grasos monoinsaturados. El componente A comprende preferentemente menos del 6% en peso de restos de ácido graso insaturados múltiples. Ejemplos de ácidos grasos saturados adecuados son ácido palmítico y ácido esteárico. Ejemplos de ácidos grasos monoinsaturados adecuados son ácido oleico y ácido eláidico. La relación cis-trans de dobles enlaces de restos de ácido graso insaturados es preferentemente superior a 55:45 y de forma más preferida superior a 65:35. La fracción de restos de ácido graso poliinsaturados se puede reducir mediante hidrogenación por contacto selectivo, que es una hidrogenación que hidrogena selectivamente un doble enlace en una subestructura $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$, pero no dobles enlaces de grupos hidrocarburo monoinsaturados. La longitud de cadena promedio y los índices de yodo especificados son esenciales para lograr simultáneamente un alto rendimiento de suavizado y un bajo punto de fusión de la composición. Si la longitud promedio de la cadena es inferior a 16 átomos de carbono o el índice del yodo es superior a 50, el rendimiento de suavizado será insatisfactorio, mientras que el punto de fusión de la composición puede ser demasiado alto si la longitud promedio de la cadena es de más de 18 átomos de carbono.

El resto de ácido graso puede derivarse de ácidos grasos de origen natural o sintético y preferentemente se deriva de ácidos grasos de origen natural, de la forma más preferida de ácidos grasos de origen vegetal. El índice de yodo requerido se puede proporcionar utilizando una mezcla de ácidos grasos de origen natural que ya tenga dicho índice de yodo, por ejemplo, un ácido graso de sebo. Alternativamente, el índice de yodo requerido se puede proporcionar mediante hidrogenación parcial de una mezcla de ácidos grasos o una mezcla de triglicéridos que tiene un índice de yodo más elevado. En una forma de realización adicional y preferida, el índice de yodo requerido se proporciona mezclando una mezcla de ácidos grasos que tiene un índice de yodo superior con una mezcla de ácidos grasos saturados. La mezcla de ácidos grasos saturados puede obtenerse hidrogenando una mezcla de ácidos grasos que contiene ácidos grasos insaturados o a partir de una mezcla de triglicéridos hidrogenados, tal como un aceite vegetal hidrogenado.

45 La composición activa suavizante de ropa de la invención comprende además como componente B un éster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-dimetilamonio que tiene los mismos restos de ácido graso que el componente A.

El componente B es preferentemente una mezcla de al menos un diéster de fórmula $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$, al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$ y al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)_2\text{N}^+(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH})\text{CH}_3\text{OSO}_3^-$, en las que R es el grupo hidrocarburo del mismo resto de ácido graso RCOO que en el componente A.

55 La composición activa suavizante de ropa de la invención comprende preferentemente los componentes A y B en una cantidad combinada del 85 al 99% en peso.

La composición activa suavizante de ropa de la presente invención puede comprender adicionalmente un ácido graso además de los componentes A y B. La composición comprende preferentemente del 0,5 al 5% y de forma más preferida del 2 al 5% en peso de ácido graso. El ácido graso puede estar presente como ácido graso libre o en forma de una sal del ácido graso con ésteres de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina no cuaternizada. La composición activa suavizante de ropa comprende preferentemente una mezcla de ácidos grasos, que es preferentemente de origen natural y de la forma más preferida de origen vegetal. De la forma más preferida, los restos de ácido graso del componente A se derivan de la misma mezcla de ácidos grasos presente en la composición en una cantidad del 0,5 al 5% en peso. La presencia de ácido graso adicional proporciona un bajo punto de fusión de la composición sin comprometer la estabilidad en almacenamiento de la dispersión acuosa. Ajustando la cantidad de ácido graso dentro del intervalo reivindicado, se pueden producir composiciones de la presente invención que presentan bajas

viscosidades de fusión sin utilizar ningún disolvente o diluyente. Dichas composiciones permiten la producción de dispersiones suavizantes acuosas de ciclo de aclarado que carecen de disolventes o contienen una cantidad mínima de disolvente.

5 La composición activa suavizante de ropa de la presente invención comprende preferentemente menos del 2% en peso y de forma más preferida menos del 0,5% en peso de agua. Las composiciones que tienen dicho contenido de agua reducido muestran una estabilidad en almacenamiento mejorada en estado fundido y, por lo tanto, pueden almacenarse y suministrarse como líquidos sin comprometer la calidad del producto. Las composiciones que comprenden más agua muestran una viscosidad en estado fundido mucho mayor y, por lo tanto, son difíciles de procesar en una dispersión acuosa.

La composición activa suavizante de ropa de la presente invención comprende preferentemente menos del 10% en peso y de forma más preferida menos del 1% en peso de disolventes que tienen un punto de inflamación inferior a 20 °C.

15 En una forma de realización de la invención, la composición activa suavizante de ropa de la presente invención comprende hasta el 9,9% en peso y preferentemente hasta el 5% en peso de al menos un disolvente seleccionado de entre glicerol, etilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y monoéteres de alquilo C1-C4 de etilenglicol, propilenglicol y dipropilenglicol. Los ejemplos de monoéteres de alquil C1-C4-glicol adecuados son 2-metoxietanol, 2-etoxietanol, 2-butoxietanol, 1-metoxi-2-propanol, dipropilenglicol-monometil-éter y dipropilenglicol-monobutil-éter. Las composiciones según la presente forma de realización tienen las ventajas de una baja viscosidad en estado fundido y una reología en estado fundido cercana a la newtoniana, es decir, la viscosidad muestra poco cambio con la resistencia al cizallamiento.

25 En otra forma de realización, la composición activa suavizante de ropa de la presente invención comprende del 2 al 8% en peso de un triglicérido de ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de los restos de ácido graso de 10 a 14 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0 a 15. Las composiciones según la presente realización también presentan las ventajas de una baja viscosidad en estado fundido y una reología cercana a la newtoniana, es decir, la viscosidad muestra poco cambio con la resistencia al cizallamiento.

35 En una forma de realización alternativa preferida, la cantidad de disolventes presentes en la composición activa suavizante de ropa es inferior al 5% en peso y de forma más preferida inferior al 1% en peso. Las composiciones según esta realización pueden procesarse adicionalmente en estado fundido para proporcionar dispersiones acuosas exentas de disolventes.

Además de los componentes A y B y, opcionalmente, un disolvente, la composición activa suavizante de ropa de la presente invención puede comprender además del 1,5 al 10% en peso de un éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que contiene los mismos restos de ácido graso ácidos que el componente A. El éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina es preferentemente una mezcla de al menos un diéster de fórmula $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2$ y al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})$. Una parte del éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina puede estar presente en forma de una sal si la composición activa suavizante de ropa comprende además ácido graso. Dichas sales son de estructura $\text{HN}^+(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})_2\text{RCOO}^-$ o $\text{HN}^+(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})\text{RCOO}^-$. La presencia del éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en la cantidad especificada disminuye aún más el punto de fusión de la composición, sin comprometer el rendimiento de suavizado y la estabilidad en almacenamiento en la dispersión acuosa. En esta forma de realización, la composición puede contener además un éster de ácido graso y (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxi-etil)-metilamina, que es preferentemente una mezcla de al menos un diéster de fórmula $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$, al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{R})$ y al menos un monoéster de fórmula $(\text{CH}_3)\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OC}(=\text{O})\text{R})(\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH})$.

55 La composición activa suavizante de ropa de la presente invención también puede comprender además cantidades secundarias de ésteres de ácido graso y metilsulfato de bis-(1-metil-2-hidroxi-etil)dimetilamonio y ésteres de ácido graso y bis-(1-metil-2-hidroxi-etil)-metilamina. .

60 La composición activa suavizante de ropa de la presente invención es útil para suministrar un material activo suavizante de ropa desde un fabricante de sales de amonio cuaternario a un fabricante de productos de consumo y para su procesamiento adicional para dar productos de consumo, tales como suavizante de ropa de ciclo de aclarado o láminas de secadora de suavizado de ropa. La composición activa suavizante de ropa es estable y segura durante el transporte, almacenamiento y procesamiento posterior, y las composiciones con bajo contenido de agua son particularmente estables con respecto a la hidrólisis del éster. La alta concentración de material activo suavizante de ropa en la composición ahorra costes de transporte. La composición activa suavizante de ropa se puede procesar para obtener un suavizante de ropa de ciclo de aclarado dispersando la composición activa suavizante de ropa fundida en agua caliente o una solución acuosa caliente y enfriando posteriormente, añadiendo

componentes adicionales, tales como, por ejemplo, electrolito, tinte, perfume, espesante o antiespumante, antes o después de dispersar la composición activa suavizante de ropa. La composición activa suavizante de ropa se puede procesar dando una lámina de secadora añadiendo componentes adicionales, tales como, por ejemplo, perfume, a la composición activa suavizante de ropa fundida, impregnando un material laminar con la mezcla resultante, enfriando y cortando el material laminado impregnado al tamaño deseado.

La composición activa suavizante de ropa de la presente invención puede prepararse haciendo reaccionar una mezcla de aminas, que contiene (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en una relación molar de 0,05 a 0,20, con un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una relación molar de ácido graso con respecto a amina de 1,51 a 2,0 y cuaternizando el producto resultante con sulfato de dimetilo. Las mezclas de aminas que contienen (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en una relación molar adecuada pueden prepararse haciendo reaccionar metilamina con óxido de propileno en condiciones de reacción apropiadas y están disponibles comercialmente de BASF y de Lanxess.

Preferentemente, la composición activa suavizante de ropa de la presente invención se prepara mediante el procedimiento de la invención, que comprende las etapas de hacer reaccionar una mezcla que contiene (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en una relación molar de 0,05 a 0,20, con un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una relación molar de ácido graso con respecto a amina de 1,51 a 2,0 con eliminación de agua a una temperatura de 160 a 220 °C hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 10 mg de KOH/g y haciéndola reaccionar posteriormente con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo con respecto a amina de 0,90 a 0,97 y preferentemente de 0,92 a 0,95 hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 8 mg de KOH/g.

En la primera etapa del procedimiento de la invención, la mezcla de aminas se hace reaccionar con el ácido graso en una relación molar de ácido graso con respecto a amina de 1,51 a 2,0, preferentemente de 1,86 a 2,0, con eliminación del agua. La reacción se lleva a cabo a una temperatura de 160 a 220 °C. El agua se elimina preferentemente por destilación de la mezcla de reacción. Durante el transcurso de la reacción, la presión se reduce preferentemente a partir de la presión ambiental a una presión en el intervalo de 100 a 5 mbar para mejorar la eliminación de agua. La primera etapa se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador ácido, que se utiliza preferentemente en una cantidad del 0,05 al 0,2% en peso. Algunos catalizadores ácidos adecuados son el ácido metanosulfónico, el ácido p-toluenosulfónico y el ácido hipofosforoso. La reacción se lleva a cabo hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 10 mg de KOH/g. El índice de acidez se determina mediante titulación con una solución alcalina normalizada según la norma ISO 660 y se calcula como mg de KOH por g de muestra. La reacción puede detenerse posteriormente enfriando a una temperatura inferior a 80 °C para evitar una reacción adicional del ácido graso y mantener el ácido graso sin reaccionar en el producto final.

En la segunda etapa del procedimiento de la invención, la mezcla de reacción obtenida en la primera etapa se hace reaccionar con sulfato de dimetilo en una proporción molar de sulfato de dimetilo con respecto a amina de 0,90 a 0,97 y preferentemente de 0,92 a 0,95. La reacción se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de 60 a 100 °C. La reacción se lleva a cabo hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 8 mg de KOH/g. El índice de amina total se determina mediante titulación no acuosa con ácido perclórico según el procedimiento Tf 2a-64 de la American Oil Chemists Society y se calcula como mg de KOH por g de muestra.

El procedimiento de la invención tiene la ventaja de proporcionar una composición activa suavizante de ropa según la invención que contiene los componentes A y B y el ácido graso libre sin requerir ninguna etapa adicional a las etapas de esterificación y cuaternización.

La invención se ilustra mediante los ejemplos siguientes, que, no obstante, no pretenden limitar el alcance de la invención de forma alguna.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se dispusieron 1372 g (4,98 moles) de un ácido graso vegetal parcialmente hidrogenado, que tiene un índice de yodo de 19,5 y una longitud de cadena promedio de los restos de ácido graso de 17,3, con el 0,2% en peso de ácido hipofosforoso al 50% en peso en un reactor calentado eléctricamente equipado con un termómetro, un agitador mecánico y una columna de rectificación. Se añadieron con agitación 380 g (2,58 moles) de una mezcla de aminas, que contiene el 93% en peso de bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina y el 7% en peso de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina. La mezcla resultante se calentó con agitación a 190 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 4 horas a presión ambiental, eliminando por destilación el agua a través de la columna de rectificación. La presión se redujo después a 10 mbar y la mezcla se agitó adicionalmente a 190 °C, eliminándose el agua con una bomba de vacío hasta alcanzar un índice de acidez de la mezcla de reacción de 6,7 mg de KOH/g. La mezcla

resultante se enfrió después a 70 °C, se añadieron 299,7 g (2,37 mol) de sulfato de dimetilo y la mezcla resultante se agitó durante 2 horas a una temperatura de 70 a 90 °C.

5 La composición activa suavizante de ropa resultante era un líquido viscoso a 90 °C, que tenía un índice de amina total de 4,8 mg de KOH/g. El análisis por HPLC (columna Waters Spherisorb® SCX, eluyente: metanol con un tampón de ácido fórmico-trietilamina, detección RI) mostró que el éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
10 hidroxipropil)dimetilamonio se compone del 8,2% de monoéster y el 91,8% de diéster (porcentajes de área relativos). Los espectros de RMN de ¹³C de la composición mostraron el monoéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
10 hidroxipropil)-dimetilamonio, el diéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
10 hidroxipropil)dimetilamonio y el diéster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxi-
10 hidroxipropil)-(1-metil-2 hidroxietil)-dimetilamonio en relaciones molares de 0,14:0,75:0,11.

Ejemplo 2 (ejemplo comparativo)

15 Se añadieron 237 g (2,34 mol) de trietilamina a una solución de 176,6 g (1,2 mol) de bis-(2-hidroxi-
15 hidroxipropil)-metilamina en 2500 g de diclorometano. Se añadieron gota a gota 690 g (2,34 mol) de cloruro de ácido graso, preparado a partir del ácido graso utilizado en el ejemplo 1, con agitación y enfriamiento para mantener la temperatura en un intervalo de 40 a 45 °C. La mezcla se agitó durante 12 h adicionales a esta temperatura, se enfrió a temperatura ambiente y se añadieron 4000 g de diclorometano. La solución resultante se lavó varias veces con una solución acuosa saturada de NaCl, una solución acuosa de Ca(OH)₂ y una solución acuosa de K₂CO₃ al 50% en peso y se secó con Na₂SO₄. El diclorometano se eliminó por destilación para proporcionar 628 g de una mezcla de esteramina que tiene un índice de acidez de 2,3 mg de KOH/g.

25 Se añadieron 108,5 g (0,86 mol) de sulfato de dimetilo a la mezcla de esteramina a una temperatura de 65 a 90 °C y la mezcla resultante se mantuvo durante 2 horas a esta temperatura.

30 La composición activa suavizante de ropa resultante era un líquido viscoso a 90 °C, con un índice de amina total de 5,5 mg de KOH/g. El análisis por HPLC mostró que el éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
30 hidroxipropil)dimetilamonio estaba compuesto por un 6,2% de monoéster y un 93,8% de diéster (porcentajes de área relativos). Los espectros de RMN de ¹³C de la composición mostraron monoéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
30 hidroxipropil)dimetilamonio y diéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
30 hidroxipropil)dimetilamonio en proporciones molares de 0,084:0,916, pero no éster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxi-
30 hidroxipropil)-(1-metil-2-hidroxietil)dimetilamonio.

35 Ejemplo 3 (ejemplo comparativo)

Se repitió el ejemplo 2 utilizando una mezcla del 95,5% en peso de bis-(2-hidroxi-
40 hidroxipropil)-metilamina y el 4,5% en peso de (2-hidroxi-
40 hidroxipropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina en lugar de bis-(2-hidroxi-
40 hidroxipropil)-metilamina pura. Se obtuvieron 641 g de una mezcla de esteramina que tenía un índice de acidez de 2,6 mg de KOH/g y se hicieron reaccionar con 107,1 g (0,85 mol) de sulfato de dimetilo como en el ejemplo 2.

45 La composición activa suavizante de ropa resultante fue un líquido viscoso a 90 °C, con un índice de amina total de 5,9 mg de KOH. Los espectros de RMN de ¹³C de la composición mostraron monoéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
45 hidroxipropil)dimetilamonio, diéster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxi-
45 hidroxipropil)dimetilamonio y diéster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxi-
45 hidroxipropil)-(1-metil-2-hidroxietil)dimetilamonio en proporciones molares de 0,10:0,86:0,04.

Ejemplo 4

50 Un suavizante de ropa de ciclo de aclarado que contiene el 7,7% en peso de una composición activa suavizante de ropa del ejemplo 1, el 0,044% en peso de ácido fórmico, el 0,01% en peso de HCl, el 0,02% en peso de CaCl₂, el 0,007% en peso de sal monosódica del ácido hidroxietilideno-1,1-difosfónico (NaHEDP), el 0,1% en peso de emulsión antiespumante de polidimetilsiloxano Dow Corning® MP-10, el 2,4% en peso de perfume, menos del 0,1% en peso de colorante, siendo el resto agua, se preparó de la forma siguiente.

55 La composición activa suavizante de ropa, precalentada a 85 °C, se añadió con agitación con una turbina Rushton a una mezcla de agua, ácido fórmico, HCl, CaCl₂ y NaHEDP mantenida a 63-64 °C. La dispersión resultante se enfrió a temperatura ambiente y los componentes adicionales se añadieron con agitación con un mezclador de alto cizallamiento a 8000 min⁻¹ durante 15 s.

60 El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 742 mPa·s determinada después de 24 h con un viscosímetro Brookfield® DV-E a 20 °C y una velocidad de rotación de 60 min⁻¹.

65 Ejemplo 5 (ejemplo comparativo)

Se repitió el ejemplo 4 utilizando la composición activa suavizante de ropa del ejemplo 2.

El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 49 mPa·s.

Ejemplo 6 (ejemplo comparativo)

5

Se repitió el ejemplo 4 utilizando la composición activa suavizante de ropa del ejemplo 3.

El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 281 mPa·s.

10 **Ejemplo 7**

15 Se repitió el ejemplo 4 utilizando el 5,2% en peso de la composición activa suavizante de ropa del ejemplo 1, el 0,045% en peso de ácido fórmico, el 0,01% en peso de HCl, el 0,02% en peso de CaCl₂, el 0,007% en peso de sal monosódica del ácido hidroxietiliden-1,1-difosfónico (NaHEDP), el 0,1% en peso de emulsión antiespumante de polidimetilsiloxano Dow Corning® MP-10, el 2,2% en peso de perfume, el 0,03% en peso de espesante polimérico acrílico catiónico Rheovis® CDE suministrado por BASF, menos del 0,1% en peso de colorante, siendo el resto agua.

20 El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 44 mPa·s. No se observó separación de fases después del almacenamiento durante 3 semanas a 20 °C.

Ejemplo 8 (ejemplo comparativo)

25 Se repitió el ejemplo 7 utilizando la composición activa suavizante de ropa del ejemplo 2.

El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 13 mPa·s. Tuvo lugar una separación de fases durante el almacenamiento durante 3 semanas a 20 °C.

Ejemplo 9 (ejemplo comparativo)

30

Se repitió el ejemplo 7 utilizando la composición activa suavizante de ropa del ejemplo 3.

35 El suavizante de ropa de ciclo de aclarado resultante tenía una viscosidad de 29 mPa·s. No se observó separación de fases después del almacenamiento durante 3 semanas a 20 °C.

40 Los ejemplos 3 a 9 demuestran que un suavizante de ropa de ciclo de aclarado producido a partir de la composición activa suavizante de ropa de la presente invención presenta una mayor viscosidad y una mejor estabilidad en almacenamiento en comparación con un suavizante de ropa de ciclo de aclarado producido a partir de una composición activa suavizante de ropa que contiene solo el componente A y ningún componente B o que contiene los componentes A y B con una relación molar del componente B con respecto al componente A inferior a 0,05.

REIVINDICACIONES

1. Una composición activa suavizante de ropa, que comprende
 - 5 a) como componente A, al menos el 50% en peso de un éster de ácido graso y metilsulfato de bis-(2-hidroxiopropil)-dimetilamonio que tiene una relación molar de restos de ácido graso con respecto a restos de amina de 1,5 a 1,99, una longitud de cadena promedio de restos de ácido graso de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de los restos de ácido graso, calculado para el ácido graso libre, de 0,5 a 50, y
 - 10 b) como componente B un éster de ácido graso y metilsulfato de (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-dimetilamonio que tiene los mismos restos de ácido graso que el componente A,
 siendo la relación molar del componente B con respecto al componente A de 0,05 a 0,20.
- 15 2. La composición activa suavizante de ropa de la reivindicación 1, caracterizada por que la relación molar de restos de ácidos grasos con respecto a restos de amina es de 1,85 a 1,99.
3. La composición activa suavizante de ropa de la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que el índice de yodo de los restos de ácido graso, calculado para el ácido graso libre, es de 5 a 40, preferentemente de 15 a 35.
- 20 4. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que la cantidad combinada de los componentes A y B es del 85 al 99% en peso.
5. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que el componente A comprende menos del 6% en peso de restos de ácido graso poliinsaturados.
- 25 6. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que la relación cis-trans de dobles enlaces de los restos de ácido graso insaturados del componente A es superior a 55:45.
- 30 7. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende menos del 2% en peso y preferentemente menos del 0,5% en peso de agua.
8. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende menos del 10% en peso y preferentemente menos del 1% en peso de disolventes que tienen un punto de inflamación inferior a 20 °C.
- 35 9. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende adicionalmente hasta un 9,9% en peso de al menos un disolvente seleccionado de entre glicerol, etilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y monoéteres de alquilo C1-C4 de etilenglicol, propilenglicol y dipropilenglicol.
- 40 10. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende adicionalmente del 2 al 8% en peso de un triglicérido de ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de los restos de ácido graso de 10 a 14 átomos de carbono y un índice de yodo, calculado para el ácido graso libre, de 0 a 15.
- 45 11. La composición activa suavizante de ropa de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende además del 1,5 al 10% en peso de un éster de ácido graso y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina que contiene los mismos restos de ácido graso que el componente A.
- 50 12. Un procedimiento para producir una composición suavizante de ropa según la reivindicación 1, que comprende las etapas de
 - 55 a) hacer reaccionar una mezcla, que contiene (2-hidroxiopropil)-(1-metil-2-hidroxietil)-metilamina y bis-(2-hidroxiopropil)-metilamina en una relación molar de 0,05 a 0,20, con un ácido graso que tiene una longitud de cadena promedio de 16 a 18 átomos de carbono y un índice de yodo de 0,5 a 50 en una relación molar de ácido graso con respecto a amina de 1,51 a 2,0 con eliminación de agua a una temperatura de 160 a 220 °C hasta que el índice de acidez de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 10 mg de KOH/g y
 - 60 b) hacer reaccionar el producto de la etapa a) con sulfato de dimetilo en una relación molar de sulfato de dimetilo con respecto a amina de 0,90 a 0,97 y preferentemente de 0,92 a 0,95, hasta que el índice de amina total de la mezcla de reacción se encuentre en el intervalo de 1 a 8 mg de KOH/g.
- 65 13. El procedimiento de la reivindicación 12, caracterizado por que la relación molar de ácido graso con respecto a amina es de 1,86 a 2,0.