



222964

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N 222964

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS DERIVADOS DE COMPUESTOS DE CONDENSACION DE ALDEHIDOS DEL GRUPO DE AMINOTRIAZINA, O DE UREA", a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a nuevos derivados cationactivos de tales productos de condensacion de aldehidos y de compuestos del grupo de aminotriazina o de urea, o de sus  teres con alcoholes de peso molecular inferior, que

5. presentan, adem s de grupos amino cationactivos, otras agrupaciones at micas que aumentan la hidrofiliidad por la v a no ion gena, particularmente grupos de  ter poliglic lico o una pluralidad de grupos hidroxilo, a cuyo efecto en estos derivados todos los pares de  tomos de carbono que est n enlazados

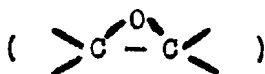
10. al mismo  tomo de ox geno, han de estar ulteriormente

222934



enlazados entre sí sólo por un eslabón de enlace.

La condición indicada en último lugar significa que en los derivados no debe estar presente ningún grupo epoxi



y que las agrupaciones  $\begin{array}{c} \diagup \text{C} \text{---} \text{O} \text{---} \text{C} \diagdown \\ \diagdown \quad \quad \quad \diagup \end{array}$ , por consiguiente, tienen que estar en un heteroanillo de a lo menos cuatro eslabones o, de preferencia, tienen que ser de cadena abierta.

5.

Los nuevos compuestos pueden ser preparados transponiendo entre sí, eventualmente en un substrato, en cualquier orden, a) productos de condensación de aldehidos y de compuestos del grupo de aminotriazina o de urea, o los éteres de los mismos, con alcoholes de peso molecular bajo, o derivados con radicales de hidrocarburo de peso molecular más elevado, derivados de tales compuestos, b) compuestos aptos para introducir agrupaciones atómicas que intensifican la

10.

hidrofilidad por la vía no ionógena, y c) aminas primarias, secundarias o terciarias, o las sales hidrosolubles de las mismas, inclusive sales de amonio cuaternarias, transformando en sales hidrosolubles las bases obtenidas, incluso sales de amonio cuaternarias, en tanto que no hayan sido utilizadas sales amínicas para la condensación, a cuyo efecto, en el caso de que las materias de partida contengan grupos epoxi, estas materias de partida son elegidas de modo que con las transposiciones se produce la abertura de anillo en todos estos grupos epoxi.

15.

20.

25.

Como productos de condensación de formaldehido del grupo de aminotriazina (componente a) se puede recurrir, en principio, a todos los productos que contienen a lo menos un grupo metilol libre, o a lo menos un grupo metilol eterifi-



- cado con un alcohol de peso molecular inferior. Entre estos compuestos se menciona, ante todo, productos de transposición de formaldehído y 2,4,6-triamino-1,3,5-triazina, de ordinario llamados melamina. Tales productos de condensación
5. pueden contener uno hasta seis grupos metilol; ordinariamente representan mezclas de diversos compuestos. Además entran en consideración metilolcompuestos de tales derivados de la melamina que contienen aún a lo menos un grupo amino, por ejemplo metilolcompuestos de melam, melem, ammelina, ammelida, o de aminotriazinas halogenosustituídas,
10. como 2-cloro-4,6-diamino-1,3,5-triazina; además metilolcompuestos de guanaminas, como por ejemplo de benzoguanamina, acetoguanamina o formoguanamina.

- Los éteres con alcoholes de peso molecular inferior,
15. utilizables igualmente, pueden derivarse de los compuestos citados y de alcohol metílico, alcohol etílico, alcoholes propílicos, o butanoles. Por ejemplo puede utilizarse metil-éteres de metilolmelaminas con 3-6 grupos metilol, en los cuales están eterificados 2-6 grupos metilol. Los productos
20. de condensación de formaldehído pueden presentar, asimismo, aún substituyentes ulteriores. Pueden contener agrupaciones de ésteres, de éteres o de amidas de ácidos. Entre los compuestos a modo de ésteres entran en cuenta por ejemplo los que son obtenibles por esterificación de una metilolmelamina
25. o de un éter derivado de la misma, con un alcohol de peso molecular inferior, con ácidos carboxílicos alifáticos de peso molecular más elevado, como ácidos láurico, palmítico, esteárico, behénico, oleico o ácidos grasos de fracción ulterior, o ácidos carboxílicos aromáticos, como ácido ben-

222964

13



- zoico y sus productos de sustitución, o con ácidos cicloalifáticos, como ácido abiético o ácidos nafténicos. Entre los compuestos que contienen aún ulteriores agrupaciones etéreas, entran en consideración las que son obtenibles por eterificación de los metilolcompuestos indicados o de sus éteres con
5. alcoholes de peso molecular inferior, con alcoholes alifáticos o aralifáticos de peso molecular superior, como alcohol octílico, dodecílico, 2-butilooctílico, cetílico, oleílico, octadecílico, o alcohol bencílico. Compuestos de partida con
10. agrupaciones de amida, pueden derivarse de las amidas de ácido, o de las N-metilolamidas, de los ácidos mencionados anteriormente con los ésteres.

- Además puede utilizarse para las finalidades de la presente invención productos de condensación de formaldehido de formaldehido y guanilmelaminas, como son accesibles según
15. las indicaciones de la Memoria de patente francesa N<sup>o</sup> 1 054 747. Productos de condensación de esta naturaleza pueden derivarse de la mono-, di-, o triguanilmelamina, o de sus mezclas, que son obtenibles si se trata en caliente di-
20. ciandiamida en un disolvente inerte, con haluros de hidrógeno gaseosos, segregando de las sales formadas las aminas libres por adición de álcalis fuertes. También puede utilizarse guanilmelaminas substituídas para la preparación de productos de condensación de formaldehido.

25. Los productos de condensación de formaldehido del grupo de aminotriazina pueden utilizarse en estado preponderantemente monómero, o parcialmente condensado. Los compuestos monómeros son, mientras no contengan radicales marcadamente hidrófobos en número mayor, solubles en agua. Un material de partida apropiado es, por ejemplo, un hexametiléter
- 30.

- 5 - 222964

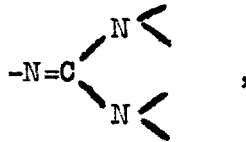
13



de hexametilolmelamina.

Como productos de condensación de formaldehído del grupo de la urea, pueden encontrar aplicación para las finalidades del presente invento, en principio todos los productos que presenten a lo menos un grupo metilol libre o, a lo menos, un grupo metilol eterificado con un alcohol de peso molecular inferior. Como compuestos del grupo de urea se indica a título de ejemplo urea, tiourea, y compuestos con la agrupación atómica

5.



10.

como diciandiamida, diciandiamidina, guanidina, acetoguanidina o biguanida. Un material de partida apropiado es por ejemplo la dimetilolurea,

15.

Como compuestos aptos para introducir agrupaciones atómicas que intensifican la hidrofiliidad por la vía no iónica (componente b), se puede recurrir, en principio, a todos los que contienen, o que pueden formar, varios grupos hidroxilo o cadenas de éter poliglicólico y que están en condiciones de reaccionar con uno de los componentes a) y c).

20.

Como compuestos que contienen varios grupos hidroxilo se cita los polialcoholes alifáticos, como glicerina, eritritas, pentitas o hexitas, por ejemplo sorbita o manita, así como correspondientes ácidos polioxicarboxílicos, como ácidos glucurónico o galacturónico. Tales compuestos pueden ser

25.

transpuestos por eterificación o esterificación, o bien por reesterificación con los compuestos citados como componente a). También se puede condensar ácidos polioxicarboxílicos, con aminas u oxiaminas (componente c).

222 964

13



Además entran en cuenta como compuestos que contienen varios grupos hidroxilo, alcohol polivinílico, polivinilésteres y -éteres parcialmente saponificados, productos de polimerización de acril- o metacrilamidas que presentan grupos hidroxilo y, finalmente, oligo- y polisacáridos.

5.

Como compuestos que contienen cadenas de éter poliglicólico y que son aptos para introducirlos, se recurre particularmente a los poliglicoles. De preferencia se utiliza los tipos usuales en el comercio que presentan un peso molecular intermedio de 600, 1000, 1500, 3000, o más aun. También se puede utilizar como componente b) derivados de tales poliglicoles, como éteres o ésteres unilaterales, por ejemplo un acetato de poliglicol, un metiléter poliglicólico o una glicerina eterificada con 1 a 3 poliglicoles.

10.

Como compuestos aptos para introducir varios grupos hidroxilo, o cadenas del éter poliglicólico, puede utilizarse los óxidos de alcoileno alifáticos de peso molecular inferior, como óxido de propileno, óxido de butileno, glicido y particularmente óxido de etileno. Los grupos epoxi de estos compuestos son, como es sabido, disociados en las transposiciones, ya que sólo de este modo son aptos para reaccionar.

15.

20.

Las aminas primarias o secundarias que pueden entrar en consideración de por sí o en forma de sus sales hidrosolubles, como componentes reaccionales bajo c), pueden pertenecer a la serie aromática, hidroaromática, aralifática, heterocíclica o, de preferencia, a la serie alifática. Como aminas alifáticas se recurre para la transposición, convenientemente, a alcoilaminas, dialcoilaminas, oxialcoilaminas, bis-(oxialcoil)-aminas, y N',N'-dialcoilalcoilendiaminas.

25.

30.

- 7 -

222964

13



- Son utilizables tanto representantes de estos compuestos con cadena recta como asimismo ramificada, saturados y no saturados, con por ejemplo 1-18 átomos C. Se cita por ejemplo metilamina, etilamina, propilamina, isopropilamina, butilamina, isobutilamina, alilamina, mono- y dietanolamina, propanolaminas, diisobutilamina, N',N'-dietil-etilendiamina, además polialcoilenpoliaminas, como dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, o polialcoilenpoliaminas de peso molecular aun más elevado. Además entran en cuenta tales aminas, que presentan un radical hidrocarburo no aromático de peso molecular más elevado, y de preferencia uno alifático. Por la expresión radical hidrocarburo de peso molecular más elevado han de entenderse tales radicales que contienen aproximadamente 8-40, y de preferencia 12 a 18 átomos de carbono.
5. Se cita por ejemplo resinoaminas como abietilamina, además aminas grasas, como laurilamina, oleilamina, octadecilamina, y sus mezclas usuales en el comercio. No hace falta que el radical hidrocarburo de peso molecular superior esté directamente enlazado al átomo de nitrógeno. Pueden estar intercalados, asimismo, eslabones de puente interrumpidos por heteroátomos, como con el éster etil-dietanolamin-monopalmítico graso o con el éter monooctadecílico de trietanolamina.
10. Finalmente se puede utilizar di- y poliaminas con un radical hidrocarburo de peso molecular más elevado. Tales compuestos son accesibles, por ejemplo por acumulación de acrilonitrilo a una amina con un radical hidrocarburo de peso molecular más elevado, y reducción del grupo nitrilo a amina.
15. De las aminas hidroaromáticas pueden citarse, por ejemplo ciclohexilamina, dicitclohexilamina, o N-metil-ciclo-
- 20.
- 25.
- 30.



hexilamina.

Las aminas aralifáticas se derivan, de preferencia de la bencilamina; se menciona la propia bencilamina y sus derivados substituídos en el núcleo por vg. halógeno, grupos alcoílo o alcoxi.

5.

Las aminas aromáticas pueden estar substituídas mono- o polinuclearmente, y estar, eventualmente, aún ulteriormente substituídas. De preferencia se utiliza anilina y sus productos de substitución nuclear, como por ejemplo o- o p- -toluidina, diversas cloranilinas, o- o p-anisidina, y otras. Pero también se puede emplear para la transposición según el invento naftilaminas como alfa- o beta-naftilamina y los productos de substitución nuclear de las mismas.

10.

Las aminas heterocíclicas utilizables pueden contener uno o varios heteroátomos. Se cita piperidina, alfa-pipecolina, morfolina, pirrolidina, imidazol, bencimidazol, 2-aminotiazol, 5-aminotetrazol, y tetrahidroquinolina.

15.

De las aminas terciarias, son utilizadas convenientemente las que contienen un átomo de hidrógeno apto para reaccionar, enlazado a un átomo de oxígeno, de azufre, u otro átomo de nitrógeno no básico. Pertenece, de preferencia a la serie alifática. Entran en consideración alcanolaminas terciarias, como trietanolamina, dietil-etanolamina, tripropanolamina, beta-oxietilmorfolina, además productos de condensación de tales alcanolaminas con poliglicoles o alcoilen-óxidos, además ésteres parciales de tales alcanolaminas con ácidos carboxílicos, como mono-éster trietanolaminesteárico, productos de transposición a modo de éter de alcanolaminas con N-metilolamidas, por ejemplo los productos de transposición de 1 mol de trietanolamina con 1 o 2 moles de N-meti-

20.

25.

30.

- 9 -

222964

13 JUN



lalamida del ácido esteárico. Los compuestos que presentan, además del átomo de nitrógeno terciario, aún otro átomo de nitrógeno no básico, se derivan preponderantemente de poliaminas alifáticas que, aparte de a lo menos un grupo amino terciario, contienen aún un grupo amino primario que está acilado. Tal compuesto es, por ejemplo, la N',N'-diethyl-  
-etilendiamina acilada con ácido esteárico.

- 5.
- Si para la condensación se recurre a sales de aminas, se emplea convenientemente las de los ácidos inorgánicos u orgánicos usuales, como los clorhidratos, sulfatos, fosfatos, acetatos o formiatos. Si no se lleva a cabo la formación de sal, sino después de la condensación, entonces puede utilizarse igualmente los ácidos orgánicos e inorgánicos usuales. Para la producción de grupos de amonio cuaternarios que pueden ser introducidos en el producto final, o antes de la condensación, en el componente c), puede utilizarse los medios de cuaternización usuales, por ejemplo sulfato de dimetilo, halogenuros de bencilo, como cloruro de bencilo, o derivados del ácido cloroacético, como cloroacetamida. Si se emplea derivados del ácido cloroacético, por ejemplo cloroacetamida, o N-metilolcloroacetamida, entonces resulta posible también, hacer reaccionar un derivado de esta naturaleza con un compuesto de los designados como componente a), y condensar posteriormente el producto de transposición con una amina terciaria. Esta última reacción puede llevarse a cabo, en caso deseado, asimismo en un substrato. No obstante, no entran en consideración con el presente procedimiento epihalogenhidrinas, como epiclorhidrina, puesto que en estos compuestos el grupo epoxi queda conservado, de modo que no se produciría ninguna abertura de anillo.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



222964

13

Desde luego se puede recurrir en lugar del empleo de compuestos individuales que han sido reseñados para el procedimiento de preparación como componentes reaccionales bajo a), b) y c), asimismo mezclas de varios de tales compuestos.

5. La preparación de los compuestos a utilizar según la invención, puede llevarse a cabo condensando, primero los compuestos indicados bajo a) con los mencionados bajo b), y transponiendo el producto de condensación así obtenido, con los citados bajo c), o bien copulando, primero los componentes reseñados bajo a) y c) y transponiendo seguidamente el producto obtenido con los compuestos mencionados bajo b), o, además, condensando entre sí, primero los compuestos mencionados bajo b) y c), transponiendo seguidamente el producto de condensación con los indicados bajo a). Finalmente está dada, asimismo, la posibilidad de llevar a transposición simultáneamente los tres componentes.
- 10.
- 15.

- De preferencia, se procede copulando primero los componentes b) y c), y transponiendo este producto de condensación binario con el componente a). Una forma de realización ventajosa consiste asimismo, en la condensación de los componentes a) y b), y transposición de este producto con el componente c). Puede ser conveniente también, dividir el componente b), transponiendo, por un lado el componente a) con una parte del componente b) y, por el otro, el componente c) con una parte del componente b), copulando seguidamente los respectivos productos binarios de condensación.
- 20.
- 25.

- Se lleva a cabo las reacciones individuales, convenientemente bajo las condiciones conocidas para condensaciones semejantes. Con ventaja los componentes son transpuestos a temperatura más elevada, de preferencia a temperaturas por
- 30.

-11-

222964 13 JUL



encima de  $80^{\circ}$ , por ejemplo a  $100$  a  $200^{\circ}$ . Los componentes reaccionales pueden ser fundidos de modo sencillo, o transpuestos en presencia de un disolvente inerte. Puede ser conveniente llevar a cabo las reacciones bajo presión disminuída y/o en un gas inerte, por ejemplo en una corriente de nitrógeno.

5. La proporción molar entre los componentes que llegan a aplicación, depende preponderantemente del número de los grupos de metilol, o de metiloléter existentes en el componente. Para que los productos de condensación resulten endurecibles, ha de elegirse de todos modos la proporción molar entre los componentes de tal manera que en el producto final esté presente a lo menos un grupo metilol libre, o a lo menos un grupo metilol eterificado con un alcohol de peso molecular inferior. La cantidad del componente b) depende del grado de hidrofiliidad que han de presentar los productos finales. Si se utiliza como materiales de partida para el componente a) o c) compuestos con grupos marcadamente hidrófobos, por ejemplo radicales hidrocarburo de peso molecular más elevado, lo cual puede ser ventajoso debido a la favorable influencia en el tacto del material tratado, entonces la cantidad del componente b) ha de elegirse mayor que si no existen tales grupos hidrófobos. La intensidad de la cation-actividad de los productos de condensación puede variarse igualmente por la cantidad empleada del componente c) y por la selección de las aminas. En general, es conveniente preparar compuestos que contienen más de uno, por ejemplo 2 a 4 grupos cationactivos, por mol de aminotriazincompuesto. Esto se puede lograr utilizando varios moles de una monoamina, o uno o varios moles de una poliamina, por cada mol de compo-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



222964

nente a).

- Los productos de condensación obtenibles según el procedimiento antes descrito, las más veces son solubles en agua o fácilmente dispersables en la misma a lo menos en forma de sus sales con los ácidos usuales. Son apropiados para la mejora de las propiedades de conductibilidad de diversos materiales, particularmente de textiles a base de fibras sintéticas, por cuya razón, de preferencia se recurre a los mismos en forma de sus sales hidrosolubles, y el tratamiento es llevado a cabo en soluciones acuosas. No obstante, es posible asimismo efectuar el tratamiento en medios no acuosos, vg. en los disolventes utilizados en la purificación seca, a cuyo efecto entonces se recurre a las bases libres, o a sales solubles en estos disolventes. Para el tratamiento en solución acuosa, son empleados los procedimientos conocidos de impregnación, usuales en la industria textil. Si se utiliza productos endurecibles, entonces se efectúa, convenientemente después de la impregnación y del secado, un endurecimiento a temperaturas más altas, vg. a 120-150°. En estos casos es ventajoso emplear juntamente catalizadores de endurecimiento. Como tales entran en consideración los catalizadores de endurecimiento generalmente usuales, por ejemplo ácidos, como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido fórmico; se puede recurrir asimismo a sales de ácidos fuertes con bases débiles, por ejemplo sales amónicas de ácidos inorgánicos y orgánicos fuertes, como cloruro amónico, sulfato amónico, nitrato amónico, oxalato amónico, o lactato amónico. Si se utiliza soluciones en disolventes orgánicos, entonces entran en cuenta tales catalizadores que son solubles en di-
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.



-13- 222

13

solventes orgánicos, por ejemplo ácidos orgánicos más fuertes, como ácido fórmico, ácido acético, ácido cloroacético, o compuestos que, con el calor, disocian ácido, como dietil-éster tartárico, o triacetina.

5. Además, puede ser ventajoso, fijar mejor la impregnación sobre el material, por tratamiento con componentes humectantes. Como componentes humectantes se puede recurrir a los compuestos polifuncionales conocidos en la técnica de los aprestos, como formaldehído, di- y polihidroxilcompuestos, diisocianatos y sus derivados.

10. Finalmente ha de tomarse en consideración, asimismo el empleo de tales productos que contienen aún uno o varios grupos polimerizables y que pueden ser polimerizados sobre el material tratado. Tales compuestos que, no obstante, no contienen ninguna agrupación atómica que aumente la hidrofili-  
15. dad por la vía no ionógena, están descritos por ejemplo en la solicitud de patente suiza nº 94 793. Si se introduce en apropiados compuestos, en ella descritos, grupos que aumentan la hidrofili-  
20. dad, entonces tales productos pueden ser utilizados para las finalidades de la presente invención. Al recurrir a tales productos de condensación polimerizables, se utiliza, convenientemente al mismo tiempo, los usuales catalizadores de polimerización, como peróxidos y persales.

25. De los datos anteriores se puede desprender que para las impregnaciones según la invención, pueden encontrar aplicación los más variados principios de fijación, a cuyo efecto desde luego pueden combinarse entre sí varias medidas. Una variante ulterior para la impregnación consiste, como ya se ha mencionado al principio, en que no se produce los produc-  
30. tos de condensación a base de convenientes componentes, sino



222964

sobre el material a tratar.

- Los materiales cuya conductibilidad superficial puede ser mejorada según la invención, pueden ser de naturaleza inorgánica u orgánica. Como material inorgánico se cita por ejemplo fibras de vidrio y tejidos producidos a base de las mismas. Como materiales orgánicos entran en cuenta, particularmente materiales textiles producidos artificialmente que pueden estar presentes en forma de hojas, fibras sueltas, hilos, o tejidos. Se cita materiales a base de ésteres celulósicos por ejemplo seda artificial al acetato, además aquellos que pueden fabricarse por policondensación, como poliámidas (Nylon, "Perlon") y poliésteres ("Terylene", "Dacron"), y finalmente aquellos que son producidos por polimerización, como cloruro de polivinilo o derivados de poliácido. También ha de tenerse en cuenta el tratamiento de fibras mixtas o tejidos mixtos a base de diversas fibras artificiales, o a base de fibras sintéticas y fibras naturales.
5.   
10.   
15.

- En los siguientes ejemplos las partes significan partes en peso, si no se observa otra cosa; la proporción entre partes en peso y partes en volumen es la misma que la existente entre el kilogramo y el litro. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
- 20.

E J E M P L O 1.

- 324 partes (1 mol) de hexametilolmelamina finamente pulverizada son incorporadas bajo agitación a temperatura ambiente a 2000 partes en volumen de alcohol metílico que contiene 100 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado. Al cabo de 10 minutos queda disuelto el metilolcompuesto. La solución es agitada inmediatamente con aproximadamente 160 partes de sosa calcinada hasta que presenta reac-
25.   
30.

-15- 222964 13 JUL 55



ción neutra al tornasol. La sal segregada es filtrada y la solución es evaporada a consistencia de jarabe al vacío. El jarabe, concentrado a aproximadamente 99%, entonces es filtrado en caliente para la separación de la sal restante.

5. 10.8 partes del hexametiléter de hexametilolmelamina así obtenido y 11.1 partes de la N-metilolamida del ácido cloroacético son calentadas durante aproximadamente 50 minutos a una presión de aproximadamente 13 mm de columna de mercurio en un baño de 120-125°.

10. 2.2 partes de este producto de condensación y 5.3 partes del producto de oxetilación descrito más adelante son agitadas durante 6 horas en un baño maría en ebullición. Se obtiene una masa hidrosoluble a modo de miel. Para la purificación ulterior se puede agitar con éter, en el cual el producto reaccional es difícilmente soluble.

15. Para la preparación del producto de oxetilación antes mencionado, se calienta a 135° 20 partes de una mezcla de N-alcoil-trimetilendiaminas, en la cual los radicales alcoil corresponden a los ácidos grasos existentes en el sebo, y se introduce después de la adición de 0.2 parte de sodio, óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada, a 135-140° hasta la absorción de 33 partes.

20. El producto obtenido según los datos del párrafo penúltimo, puede ser utilizado del modo siguiente como anties-tático:

25. Se trata hilo de Nylon, con una proporción de baño de 1:30, con una solución que contiene 10 g del producto de condensación y 5 g de cloruro de amonio por litro, durante 30 minutos a temperatura ambiente, y es secado después de la deshidratación. En virtud de este apresto se aumenta esencial-

30.

222964 13 J



mente la conductibilidad superficial del material.

EJEMPLO 2.

5. Se trata hilo de Nylon a temperatura ambiente durante 30 minutos, con una proporción de baño de 1:30, con una solución que contiene 5 g del producto de condensación descrito más adelante, así como 5 g del producto de oxetilación, más detenidamente descrito en el penúltimo párrafo del ejemplo 1, derivado de N-alcooil-trimetilen-diaminas, y 5 g de cloruro de amonio, por litro.
10. Después del secado, el material así tratado es calentado durante una hora a 120°. Por este tratamiento se mejora esencialmente la conductibilidad superficial del material textil.
15. El producto de condensación antes mencionado, es obtenido del siguiente modo:
- 10.8 partes del hexametiléter de hexametilolmelamina, descrito en el primer párrafo del ejemplo 1, y 36 partes de una mezcla de polietilenglicol usual en el comercio con un peso molecular promedio de 600, son calentadas al vacío de la bomba de chorro de agua, durante 2 horas bajo agitación, en un baño a 120-125°. Se hace subir la temperatura del baño dentro de una hora a 160° y, seguidamente, durante una hora más, a 190°. Al cabo de este lapso se produce un espesamiento del producto reaccional.
20. 30.5 partes del producto de condensación así obtenido, y 2.5 partes de la N-metilolamida del ácido cloroacético, son calentadas durante 30 minutos al vacío de la bomba de chorro de agua en un baño de calefacción a 120 a 125°.
25. Se obtiene una gelatina rígida que es soluble en agua
- 30.

- 17 -

222964

13



caliente, además en acetona.

E J E M P L O 3.

5. 51.5 partes de dietilen-triamina son calentadas a 120-125°, después de lo cual se incorpora óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada, hasta que la absorción es de 110 partes.

10. 38.4 partes de este producto de oxetilación, 71.2 partes de N-metilolamida del ácido esteárico a base de ácido esteárico técnico, y 4.8 partes de carbonato sódico, son calentadas a 108° en corriente de nitrógeno, después de lo cual se mantiene la temperatura interior durante 4 horas a 108-112°. La presión, durante la primera hora ha de ser aproximadamente 560 mm de columna de mercurio, durante la segunda hora alrededor de 360 mm, y durante las dos últimas horas aproximadamente 160 mm.

15. 13.2 partes de este producto de transposición y 5.4 partes del hexametiléter de hexametilolmelamina, descrito en el primer párrafo del ejemplo 1, son calentadas dentro de dos horas a 120-125°, durante una hora ulterior a 160°, y, finalmente, en dos horas a 200-205° (temperatura del baño de calefacción).

20. Se calienta 8 partes de este derivado de melamina con una parte de cloruro de bencilo, durante 6 horas bajo agitación en corriente de nitrógeno, en un baño maría en ebullición. Después de extracción con éter de petróleo, el nuevo producto de condensación es absorbido mediante agua, formando una solución opalescente. Puede ser utilizada como antiestático del siguiente modo:

25. Se trata hilo de Nylon con una proporción de baño de 30. 1:10, con una solución que contiene 10 g del producto de con-



densación, así como 5 g de cloruro de amonio, por litro, durante 20 minutos a 20°, después de lo cual se seca el material textil impregnado. Por este tratamiento se mejora esencialmente la conductibilidad superficial.

5. E J E M P L O 4.

20 partes de una mezcla de N-alcoiltrimetilendiaminas, en las cuales los radicales alcoilo corresponden a los ácidos grasos contenidos en el sebo, son calentadas a 135°, después de lo cual se introduce, después de la adición de 0.2 parte de sodio, óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada a 135-140°, hasta la absorción de 33 partes.

10.6 partes de este producto de oxetilación y 7.2 partes del hexametiléter de hexametilolmelamina descrito en el primer párrafo del ejemplo 1, son agitadas durante 2 horas en un baño de calefacción a 120-125°. Se hace subir la temperatura dentro de una hora a 160°. Seguidamente en dos horas a 200-205°. El producto final forma una masa viscosa, hidrosoluble.

20. Se mezcla 11.2 partes de este producto de condensación con 1.92 partes de sulfato de dimetilo y se calienta a 60-65° bajo agitación durante una hora y, seguidamente, durante ulteriores 30 minutos a 70-75°. Al cabo de este tiempo se ha producido un esencial espesamiento de la mezcla reaccional.

25. El amoniocompuesto cuaternario así obtenible, puede utilizarse como antiestático, por ejemplo de la siguiente manera:

30. Se trata hilo de caprolactamo polimerizado con una solución que contiene 5 g del producto de condensación así como 5 g de cloruro de amonio, por litro. Después de la deshidratación y del secado, el hilo así aprestado presenta una



19- 222964

13 JUN

conductibilidad superficial esencialmente más elevada que el material no tratado.

EJEMPLO 5.

5. Se calienta 103 partes de dietilentriamina en corriente de nitrógeno, a 140-150° en un recipiente agitador provisto de refrigerante descendente y se introduce, a continuación, 540 partes de ácido esteárico técnico en 4 horas en pequeñas porciones. Se calienta durante 4 horas más a 160-165°, haciendo pasar a través continuamente nitrógeno.
10. 80 partes del producto de acilación así obtenido son calentadas a 110° con adición de 0.8 partes de sodio, después de lo cual se introduce a 110-130°, óxido de etileno como corriente gaseosa finamente dispersada, hasta que el aumento en peso importa 108 partes.
15. 53.8 partes de este producto de oxetilación, así como 9 partes del hexametiléter de hexametilolmelamina, descrito en el último párrafo del ejemplo 1, son calentadas según las indicaciones del párrafo 3 del ejemplo 1, y eso, finalmente, a 200 a 205°.
20. Se mezcla 24 partes del producto de transposición antes descrito, con 0.9 partes de ácido acético glacial, y se calienta en el baño maría hasta que se haya formado una mezcla reaccional homogénea. El nuevo acetato es claramente soluble en agua. Puede ser utilizado para el aumento de la
25. conductibilidad superficial de Nylon, a cuya consecuencia el material de Nylon tratado con el mismo muestra una carga mucho más reducida al frotar contra lana, que el Nylon no tratado. El apresto antiestático puede ser llevado a cabo como sigue: Un tejido a base de hilo de poliamida, obtenible a
30. base de hexametilendiamida y ácido adípico (tejido de Nylon)

222064



es tratado en el foulard, con una solución que contiene 10 g del acetato antes descrito, 0.5 g de cloruro de amonio, y 0.33 g de ácido tartárico por litro, siendo secado y eventualmente endurecido durante 1 hora a 120°.

5. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.
- 10.

= . =

#### N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para la preparación de productos de condensación, para la mejora de materiales con respecto a su conductibilidad superficial, c a r a c t e r i z a d o porque se transpone entre sí, eventualmente sobre un substrato, en cualquier sucesión, a) productos de condensación de aldehído de compuestos del grupo de aminotriazinas o de urea, o de sus éteres con alcoholes de peso molecular inferior, o de derivados con radicales hidrocarburo de peso molecular superior que se derivan de tales compuestos, b) compuestos aptos para introducir agrupaciones atómicas que aumentan la hidrofiliidad por la vía no ionógena, y c) aminas primarias, secundarias o terciarias, o sus sales hidrosolu-
- 15.
- 20.
- 25.

- 21 - 222964

13



bles, inclusive sales de amonio cuaternarias, y porque se transforma las bases obtenidas en sales hidrosolubles, inclusive en sales de amonio cuaternarias, siempre que no se haya utilizado sales amínicas para la condensación, a cuyo efecto, en el caso de que las materias de partida contengan grupos epoxi, estas materias de partida son elegidas de modo que con las transposiciones se produce abertura de anillo en todos estos grupos.

5.  
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque primero se copula los componentes b) y c) y luego este producto de condensación binario es transpuesto con el componente a).

15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se divide el componente b) y se transpone por un lado el componente a) con una parte del componente b) y, por el otro, el componente c) con una parte del componente b), copulando seguidamente los respectivos productos de condensación binarios.

20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el componente a) es un derivado de melamina.

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el componente a) es el hexametiléter de hexametilolmelamina.

25. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el componente a) es un derivado de melamina que presenta un radical hidrocarburo de peso molecular superior.

30. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el componente b) es un poliglicoléter.



222964

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el componente b) es óxido de etileno.
9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el componente c) es una amina alifática.
5. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el componente c) es una monocamina alifática, de preferencia dimetiletanolamina.
11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el componente c) es una di- o poliamina alifática.
10. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9 y 11, caracterizado porque el componente c) es una di- o poliamina alifática con un radical hidrocarburo de peso molecular superior.
15. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque se lleva a cabo la formación de sal después de la condensación.
14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque se lleva a cabo la formación de sal con medios cuaternizadores.
20. 15. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 4, 5, 8, 9, 11, 12 y 14, caracterizado porque se transpone, por una parte 1 mol de hexametiléter de hexametilolmelamina con 3 moles de N-metilolamida del ácido cloroacético y, por la otra se hace reaccionar 15 moles de óxido de etileno con 1 mol de una mezcla de N-alcoilmetilendiaminas, en la cual los radicales alcoílo corresponden a los ácidos grasos que están presentes en el sebo, y porque se copula 1 mol del primer producto de condensación con 1.5 moles del segundo producto de condensación.
25. 30.

22- 222964



16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque se lleva a cabo una parte de las reacciones de condensación sobre un sustrato.

5. 17. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, 7 a 9, 11, 12, 14 y 16, caracterizado porque se condensa, por una parte 1 mol de hexametiléter de hexametilolmelamina con 2 moles de un poliglicol de un peso molecular promedio de 600, y un mol de N-metilolamida del ácido cloroacético y, por la otra, se hace reaccionar 15 moles de óxido de etileno con 1 mol de una mezcla de N-alcoiltrimetilendiaminas, en la cual los radicales alcoílo corresponden a los ácidos grasos que están presentes en el sebo, y porque se impregna un sustrato con ambos productos de condensación, causando por calentamiento la condensación al producto final.

10. 15. 18. Procedimiento para la preparación de nuevos derivados de compuestos de condensación de aldehidos del grupo de aminotriazina, o de urea.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de veintitrés hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 13 de Julio de 1955.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.