



223535

223535

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS PRODUCTOS DE CONDENSACION DE ALDEHIDO", a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a un procedimiento para la preparaci n de nuevos productos de condensaci n de aldehido.

5. Se ha encontrado que se llega a nuevos productos de condensaci n, si se condensa compuestos no c clicos que contienen a lo menos una vez la agrupaci n at mica



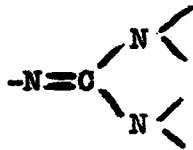
en una primera fase con aldehidos y sales de aminas alif ti-

223535



cas que presentan a lo menos 2 grupos amino primarios o secundarios a una temperatura situada encima de 100°, y si se sigue condensando después los productos así obtenidos, en una segunda fase con aldehidos y sales de amonio o de amina hidrosolubles, en presencia de disolventes.

5. Como compuestos no cíclicos que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica



10. pueden ser utilizados para la preparación de los productos de condensación según el invento, por ejemplo diciandiamida, diciandiamidina, guanidina, acetoguanidina, biguanida, además productos de substitución de estos compuestos, como alcoolbiguanidas o arilbiguanidas.

15. Como aldehido resulta apropiado para la preparación de los productos de condensación a aplicar según la invención en primera línea formaldehido. Pero entran en cuenta, asimismo, otros aldehidos, por ejemplo acetaldehido y acroleína.

20. Para la condensación de la primera fase, el formaldehido, cuando se parte de este aldehido, es empleado ventajosamente en forma de paraformaldehido, mientras que para la condensación de la segunda fase es preferida la solución acuosa y concentrada de formaldehido.

25. Entre las sales de aminas alifáticas utilizables según la invención que presentan a lo menos 2 grupos amino primarios o secundarios, entran en consideración, por ejemplo los siguientes: sales de alcoolendiaminas, como etilendiamina, 1,3-propilendiamina, o 1,6-hexametilendiamina; además sales de sus productos de alcool- u oxialcoilsubstitu-



223535

- ción, siempre que éstas correspondan a la definición indicada antes. En vez de sales de alcoilendiaminas se puede utilizar también sales, por ejemplo clorhidratos de polialcoilenpoliaminas, como dietilentriamina, trietilentetramina, tetraetilenpentamina, o de polialcoilenpoliaminas de peso molecular aun más elevado. Además se puede utilizar, asimismo, sales de poliaminas, como las que son obtenibles si se calienta etilendihalogenuros o glicerindiclorhidrinas con amoníaco o aminas, por ejemplo alcanolaminas, como monoetanolamina.
- 5.
- 10.

Como sales de las aminas mencionadas entran en consideración las de ácidos orgánicos e inorgánicos. De preferencia se emplea los clorhidratos o sulfatos.

- Como sales de amonio que son utilizadas para la condensación de la segunda fase, se puede recurrir a las de los ácidos inorgánicos usuales, como sulfato de amonio y, particularmente halogenuros de amonio, de preferencia cloruro amónico. Las sales de amina hidrosolubles pueden derivarse de las mismas aminas, que han sido mencionadas anteriormente.
- 15.
- 20.
- Pero entran en cuenta, asimismo, sales de otras aminas, por ejemplo de aminas aromáticas, como anilina, o aminas heterocíclicas, como piperidina.

- La condensación de la primera fase puede llevarse a cabo calentando los componentes reaccionales en presencia de un disolvente inerte. Como disolventes son utilizados, de preferencia, alcoholes alifáticos de punto de ebullición más elevado, como butanoles, alcoholes amílicos, 2-etilbutanol, o 2-etilhexanol. Si se recurre, para la reacción, a disolventes con punto de ebullición inferior a 100°, entonces se debe operar en un recipiente cerrado. Esto es igualmente necesario si en lugar de paraformaldehído es utilizada una so-
- 25.
- 30.



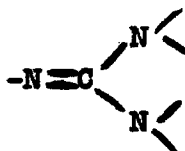
223535

lución acuosa de formaldehído. La temperatura reaccional puede variar dentro de amplios límites, por ejemplo entre 100° y 200°; ventajosamente se lleva a cabo la condensación a la temperatura de ebullición del disolvente, como por ejemplo del butanol. La condensación de la primera fase puede tener lugar, no obstante, también por simple fusión entre sí de los componentes a aproximadamente 100-250°.

5.

La condensación de la primera fase puede efectuarse, asimismo, transponiendo los compuestos no cíclicos que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica

10.



primero con sales de aminas alifáticas que presentan a lo menos dos grupos amino primarios o secundarios, después de lo cual los productos de condensación así obtenidos son llevados a transposición con aldehídos a una temperatura situada por encima de 100°. Para esta finalidad se puede calentar los citados compuestos no cíclicos con las sales de las aminas alifáticas, por ejemplo a 150-260°, a cuyo efecto tiene lugar, por regla general, una disociación de amoníaco. Es particularmente conveniente, someter una mezcla de 2 moles

15.

de diciandiamida y 1 mol de diclorhidrato de etilendiamina a este procedimiento, calentándola a aproximadamente 180-255°.

20.

Se puede proceder, por ejemplo, calentando a 180-210° una parte de la mezcla a transponer, a base de los componentes antes mencionados, después de lo cual se incorpora a la temperatura citada, el resto de la mezcla a la mezcla reaccional licuada. Una forma de realización apropiada del presente

25.

procedimiento consiste también en incorporar la citada mezcla en un recipiente reaccional calentado por encima de 200°,

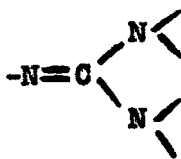


3535

- por ejemplo 250-255°. La transposición de los productos de condensación antes indicados, partiendo de los compuestos no cíclicos y de las sales de aminas alifáticas con aldehidos, a una temperatura situada encima de 100°, puede tener lugar en
5. ausencia, o bajo adición de disolventes o diluentes. Se puede por ejemplo mezclar los mencionados productos de condensación a base de los compuestos no cíclicos y las sales amínicas, con paraformaldehido, y calentarlos a 170-180°. En
10. elle, no obstante, en algunos casos se forman productos reaccionales difícilmente, o ya no agitables. Por lo tanto es recomendable, llevar a cabo la condensación con el paraformaldehido en presencia de disolventes o diluentes, como ácido acético glacial, o alcohol tetrahidrofurfurílico. Es conveniente, adicionar estos disolventes a una temperatura, a
15. la cual la mezcla reaccional aun es agitable, lo cual puede tener lugar en muchos casos asimismo, si esta temperatura está situada más allá del punto de ebullición del disolvente. Si el ácido acético glacial, particularmente apropiado como disolvente, encuentra aplicación, entonces puede efectuarse
20. la transposición con el aldehido, de preferencia paraformaldehido, a alrededor de 110-130°. Se ha mostrado, además, como muy ventajosa una adición de ácido bórico en la condensación de la primera fase. Convenientemente se aplica, por cada
25. grupo amino primario o secundario libre de las sales amínicas utilizadas en la primera fase, 1 equivalente de ácido bórico.
- La proporción cuantitativa de los diferentes componentes puede variar dentro de amplios límites. No obstante, es conveniente utilizar a lo menos 0.5 mol de formaldehido por mol de un compuesto que contiene a lo menos una vez la
30. agrupación atómica



223535



Una proporción de mezcla apropiada es por ejemplo la siguiente: 1 mol de una sal de una diamina ; 2 moles de diciandi-amida : 0.8-2 moles de paraformaldehído.

5. Para llevar a cabo la condensación de la segunda fase, los componentes pueden ser condensados en presencia de un disolvente por sí solos, o con adición de una sustancia que presente reacción alcalina o ácida, en caliente, vg. a una temperatura que excede de 70°, de preferencia, a 90-100°. La condensación puede llevarse a cabo, eventualmente, así-
10. mismo bajo presión. La duración de la reacción depende de la temperatura reaccional y de la facilidad con la cual reaccionan los materiales de partida. Como disolvente entra en consideración, particularmente, agua. Para lograr preparaciones concentradas, de preferencia preparaciones secas, el disolvente es eliminado, convenientemente bajo presión disminu-
15. nuida. La condensación de la segunda fase puede tener lugar, como se ha expuesto antes, llevando todos los componentes a transposición entre sí. Pero se puede proceder, asimismo, haciendo reaccionar con los productos reaccionales de la pri-
20. mera fase, primero el aldehído y no efectuando la transposición con las sales amónicas o amínicas, sino después. Esta forma de realización puede ser variada, asimismo, utilizando en la reacción posterior con las sales de amonio o amínicas, aun aldehído adicional.
25. Las proporciones cuantitativas de las sustancias de partida utilizadas para la reacción de la segunda fase, igualmente pueden variar dentro de amplios límites. Se ob-



223535

- 1
- tiene productos particularmente apropiados si se utiliza más de 1 mol, de preferencia 2-10 moles de formaldehído, referidos a 1 mol del producto de condensación de la primera fase. Convenientemente, por cada grupo básico de las sales amónicas o amínicas empleadas en la segunda fase, se utiliza 1
5. mol de aldehído. De las sales amónicas o amínicas son utilizados ventajosamente entre 1-10 moles calculados por mol de la sal amínica aplicada para el producto de condensación de la primera fase. Cantidades apropiadas son vg. 4-8 moles de
10. cloruro de amonio por cada 2 moles de diciandiamida.

- Los productos de condensación, que se puede preparar según la invención, siempre que sean hidrosolubles a lo menos en forma de sus sales, son apropiados para mejorar las solideces a humedad de coloraciones y estampaciones producidas a base de colorantes directos hidrosolubles, cuya hidrosolubilidad depende de la presencia de grupos de ácido sulfónico o de carboxilo. Para esta finalidad tales coloraciones son tratadas ulteriormente con soluciones acuosas de los
15. productos de condensación. Este tratamiento puede combinarse con un tratamiento posterior con compuestos de cobre hidrosolubles. Por estos tratamientos se logra una mejora esencial de las solideces al agua y al lavado de las coloraciones y estampaciones.

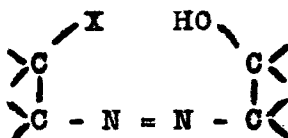
- Las coloraciones y estampaciones cuyas propiedades de solidez han de mejorarse según el presente procedimiento, pueden haber sido producidas sobre cualquier material, por ejemplo sobre material animal, como lana o seda, pero particularmente, sobre material fibroso, que contiene celulosa, como algodón, lino, seda artificial y lana celulósica a base
25. de celulosa regenerada, etc. Para su producción se utiliza
- 30.



23535

3

5. colorantes directos que son solubles en agua, o respectivamente, en los baños tintóreos usuales, eventualmente, ligeramente alcalinos (por ejemplo alcalinos a la sosa), incluso también aquellos que eventualmente contienen ya metales en enlace complejo. Si en el tratamiento posterior según la invención encuentran aplicación compuestos de cobre, pueden ser posteriormente tratadas con ventaja particular, coloraciones y estampaciones de colorantes directos hidrosolubles que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica



10. en la molécula, a cuyo efecto el par de carbono, al cual está enlazado la X, pertenece a un componente cíclico de diazotación, el par de carbono al cual está enlazado el grupo OH, a cualquier componente de copulación, significando X un grupo OH, o un grupo COOH.

15. Eventualmente, los colorantes directos utilizados pueden contener en la molécula, además de la agrupación atómica de la constitución antes indicada, aun ulteriores agrupaciones atómicas que forman complejos metálicos, por ejemplo la agrupación de ácido salicílico.

20. El tratamiento posterior, según la invención, de las coloraciones y estampaciones con las soluciones acuosas de los citados productos de condensación, que pueden ser por ejemplo del 0.05 al 0.4%, puede efectuarse a temperatura ambiente, o a temperatura aumentada, por ejemplo a 70-75°.

25. Los baños de tratamiento posterior pueden contener, además de los productos de condensación reseñados, asimismo sales de cobre solubles, por ejemplo sulfato de cobre, for-



223535

miato de cobre, o acetato de cobre. El empleo simultáneo de sales de cobre en muchos casos surte el efecto de que no se manifiesta un perjuicio de la solidez a la luz de las coloraciones o estampaciones que eventualmente depende de los productos de condensación citados, o bien sólo se manifiesta en grado reducido. La adición de los compuestos de cobre puede influir favorablemente también en la mejora de la solidez al lavado.

En lugar de las sales de cobre citadas, de ácidos inorgánicos u orgánicos, se puede recurrir asimismo a sales de cobre complejas, hidrosolubles. Entre éstas se cita sales de complejo de cobre, que contienen por ejemplo amoníaco o aminas, como trimetilamina, trietanolamina, etilendiamina, piridina o 8-aminequinolina, por ejemplo formiatos, acetatos, sulfatos, cloruros o nitratos complejos. Entre ellas se puede enumerar las siguientes:

Acetato de cobre (II) - tetramina, sulfato de cobre (II) - tetramina, sulfamato de cobre (II) - tetramina, nitrato de cobre (II) - tetramina, acetato de cobre (II) - dietilendiamina, además el compuesto complejo a base de acetato de cobre (II) y de trietanolamina. Además entran en consideración compuestos de cobre complejos de ácidos oxicarboxílicos, como ácido glicólico, ácido láctico, o ácido tartárico, por ejemplo tartrato de cobre-sodio (en solución, conocido como solución de Fehling).

El empleo de sales de cobre complejas en lugar de no complejas, puede ofrecer la ventaja de que la solidez al lavado es mejorada más intensamente, o que el perjuicio de la solidez a la luz que eventualmente depende de los citados productos de condensación, se manifiesta menos intensamente



223535

que al recurrir a sales de cobre no complejas.

También para el empleo común con compuestos de cobre hidrosolubles resultan particularmente aplicados los productos de condensación de formaldehído-diciandiamida ya mencionados antes.

5.

Los compuestos de cobre pueden ser llevados a reacción, en vez de juntamente con los citados productos de condensación, asimismo después del tratamiento con los productos de condensación en un baño aparte. No obstante, se dará la preferencia, en general, al tratamiento posterior en un solo baño, debido a su mayor sencillez.

10.

Si se ha de utilizar sales de cobre complejas juntamente con los productos de condensación de aldehído mencionados, para la preparación de los baños de tratamiento posterior, los productos de condensación y los compuestos de cobre complejos pueden ser disueltos en agua.

15.

Para la preparación de baños de tratamiento posterior que contienen compuestos de cobre, se puede partir asimismo, de mezclas que contienen, aparte de los citados productos de condensación, aun compuestos de cobre (no complejos o complejos).

20.

Los productos de condensación según la invención y sus combinaciones con sales de cobre son también excelentemente apropiados para ser adicionados a baños con los que se efectúa un apresto de inarrugabilidad de los tejidos. Por la aplicación simultánea se obtiene un material que presenta un apresto inarrugable, y cuya coloración presenta una elevada solidez al lavado.

25.

En los siguientes ejemplos, si no se observa otra cosa, las partes significan partes en peso; la proporción

30.

223535



entre partes en peso y partes en volumen es la misma que la proporción entre el kilogramo y el litro. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

5. 133 partes de diclorhidrato de etilendiamina y 168 partes de diciandiamida son mezcladas, después de lo cual esta mezcla es incorporada dentro de aproximadamente dos horas, a pequeñas porciones bajo agitación, en un matraz que está sumergido en un baño de calentamiento de 250-255°. En
  10. esta operación se forma una masa fundida fácilmente agitable. La temperatura interior es al final aproximadamente 243°. Se agita posteriormente durante una hora a una temperatura interior de aproximadamente 248-255°. Al incorporar la mezcla y durante la agitación posterior se disocia amoníaco. Segui-
  15. damente se hace descender la temperatura interior a aproximadamente 220°, después de lo cual se incorpora 43.4 partes de ácido bórico. Después del enfriamiento de la mezcla reac-
  20. cional a aproximadamente 152° se hace afluir bajo agitación 36.6 partes de ácido acético glacial dentro de alrededor de 5 minutos. Por enfriamiento ulterior se hace bajar la tempe-
  25. ratura interior a aproximadamente 110-113° y se incorpora 26.6 partes de paraformaldehido al 95.7% dentro de unos 15 minutos. Seguidamente se hace descender la temperatura inte-
  30. rior a 100°, adicionando dentro de más o menos 5 minutos 112 partes de solución acuosa de formaldehido al 36.5%, así como 131 partes de agua. Se calienta a 99-100° durante 4-3/4 ho-
  - ras en el refrigerante de reflujo y se neutraliza a un pH de aproximadamente 5.3, después del enfriamiento, con más o me-
  - nos 30 partes de bicarbonato sódico.
- Se obtiene 622 partes de una solución clara (solu-



23535

ción A) con un contenido en sustancia seca de 61.7%. Después del secado a 50-60° bajo presión disminuída se obtiene un residuo aproximadamente incoloro que resulta fácilmente soluble en agua.

5. 77.8 partes de la solución A, antes descrita, (1/8 de la composición inicial), 33.5 partes de cloruro de amonio y 51 partes de solución de formaldehído al 36.8% son calentadas durante 4 horas a ebullición bajo reflujo. Después del secado a 50-60° bajo presión disminuída se obtiene un residuo prácticamente incoloro que es soluble en agua caliente, pudiendo ser utilizado para el tratamiento ulterior de coloraciones a base de colorantes directos.
- 10.

E J E M P L O 2.

15. Una mezcla de 44.3 partes de diclorhidrato de etilendiamina y 56 partes de dicianidamina, es calentada a 215° dentro de más o menos 3/4 de hora, a cuyo efecto se agita la mezcla tan pronto como se haya presentado licuación. Seguidamente es incorporada, en una hora, una mezcla de 88.6 partes de diclorhidrato-etilendiamina y 112 partes de dicianidamida, a una temperatura interior de 215-235°. Se hace subir la temperatura en unes 30 minutos a 250°, agitando durante un cuarto de hora a 250-255° de temperatura interior. Bajo agitación se deja enfriar, procediendo por lo demás exactamente de acuerdo con las indicaciones del ejemplo 1, incorporando las cantidades en él indicadas de ácido bórico, ácido acético glacial, paraformaldehído, solución de formaldehído y agua. Para la neutralización a un pH de aproximadamente 5.3 se necesita igualmente aproximadamente 30 partes de bicarbonato sódico.
- 20.
- 25.
30. Se obtiene 625 partes de una solución clara con un

223535



contenido de 61.8% en substancia seca (solución B). Después del secado a 50-60° bajo presión disminuída se obtiene un residuo casi incoloro que es claramente soluble en agua.

5. 78.1 partes de la solución B antes decrita, 33.5 partes de cloruro amónico y 51 partes de solución de formaldehido al 36.8% son calentadas durante 4 horas a ebullición bajo reflujo, y seguidamente evaporadas a sequedad a 50-60° bajo presión reducida. Así preparado, el nuevo producto de condensación forma una masa sólida, prácticamente incolora, que es recogida en agua caliente con lo que forma una solución clara. Coloraciones directas que fueron ulteriormente tratadas con el producto anterior, quedan mejoradas en sus solideces a la humedad.
- 10.

E J E M P L O 3.

15. 77.8 partes de la solución A, descrita en el ejemplo 1, 67 partes de cloruro amónico y 81.7 partes de solución de formaldehido al 36.8% son calentadas a ebullición durante 4 horas bajo reflujo. Después del secado bajo presión disminuída a 50-55°, el nuevo producto de condensación forma un residuo sólido, prácticamente incoloro, fácilmente soluble en agua caliente, que mejora las solideces a humedad de colorantes substantivos.
- 20.

E J E M P L O 4.

25. 78.1 partes de la solución B, descrita en el ejemplo 2, 67 partes de cloruro amónico y 81.7 partes de solución de formaldehido al 36.8% son calentadas a ebullición durante 4 horas bajo reflujo. Después del secado a 50-60° bajo presión disminuída se obtiene una masa sólida incolora que es fácilmente soluble en agua fría, pudiendo ser utilizada del mismo modo que los productos de los ejemplos anteriores.
- 30.



223535

E J E M P L O 5.

5. 22.1 partes de diciandiamida son introducidas a 60-80° en 25.1 partes de ácido clorhídrico al 38.4%, después de lo cual se calienta durante 15 minutos a 90-95°. La solución así obtenida, de clorhidrato de diciandiamidina es mezclada con 77.8 partes de la solución A descrita en el ejemplo 1, y 20.4 partes de solución de formaldehído al 36.8%, y calentada a ebullición durante 4 horas al reflujo. El nuevo producto de condensación, secado bajo presión reducida a 50-60°, forma un residuo sólido que es muy fácilmente soluble en agua y que mejora las solidez a la humedad de coloraciones de colorantes directos.

E J E M P L O 6.

15. Se neutraliza 13.5 partes de dietilen-triamina con ácido clorhídrico concentrado, se adiciona 77.8 partes de la solución A descrita en el ejemplo 1, así como 30.6 partes de solución de formaldehído al 36.8%, y se calienta a ebullición durante 4 horas bajo reflujo. Después del secado -que es efectuado convenientemente a aproximadamente 50-55° y bajo presión disminuída- el nuevo producto de condensación forma una masa sólida, fácilmente pulverizable, que se disuelve fácilmente en agua a temperatura ambiente. El nuevo producto de condensación puede utilizarse para la mejora de coloraciones de colorantes substantivos.

25. E J E M P L O 7.

30. 100 partes de tejido de algodón que está teñido con 0.9% del compuesto de cobre que tñe de pardo, del trisazocolorante que es obtenido por copulación del producto intermedio a base de bencidina tetrazotada y ácido salicílico, con el moncazocolorante a base de ácido 1-amino-2-oxibencen-

223535



5. -5-sulfónico diazotado y resorcina, es posteriormente tratado durante media hora a 20° en un baño que es preparado por disolución de 2 partes del producto de condensación de formaldehído descrito en el último párrafo del ejemplo 1, en 3000 partes de agua. Seguidamente el tejido es deshidratado y secado. Se logra de esta manera una mejora esencial de la solidez al agua de la coloración.

E J E M P L O 8.

10. 100 partes de tejido de algodón, que está teñido con 1.6% del azocolorante de estilbeno que tinte de pardo, el cual es obtenido por condensación de 1 mol de ácido dinitroestilbendisulfónico con 1 mol del azocolorante a base de ácido 1-aminobencen-4-sulfónico diazotado y 1-aminonaftalina, es posteriormente tratado durante media hora a 20-60° en un

15. baño que es preparado por disolución de 2 partes del producto de condensación-formaldehído descrito en el último párrafo del ejemplo 1, en 3000 partes de agua. El tejido, seguidamente es deshidratado y secado. Se logra de este modo una mejora esencial de la solidez al lavado de la coloración.

20. E J E M P L O 9.

25. 100 partes de tejido de lana celulósica teñido con 2,44% de la urea simétrica que tinte de rojo, del monoazocolorante a base de ácido 1-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico diazotado y 1 mol de 1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno, es tratado con una solución acuosa que contiene 150 g de metilurea por litro, así como 5 g de cloruro amónico, 9 g del producto de condensación de formaldehído descrito en el último párrafo del ejemplo 1, y 6 g de acetato de cobre. Después de exprimido, el tejido es secado, calentado durante 10

30. minutos a 130-140° y, a continuación lavado a 30-40° durante



223535

10 minutos con una solución que contiene 4 g de carbonato  
sódico y 0.5 g de un producto de lavar sintético por litro,  
con una proporción de baño de 1:30. Seguidamente, el tejido  
es aclarado y secado. Se obtiene de esta manera un material  
5. que queda aprestado de modo inarrugable y cuya coloración  
presenta una elevada solidez al lavado.

E J E M P L O 10.

Se procede tal como está descrito en el ejemplo 8,  
pero se trata posteriormente una coloración al 1.44% del co-  
10. lorante mencionado en el ejemplo 9. De este modo se logra  
una mejora esencial de la solidez al lavado del tinte.

E J E M P L O 11.

100 partes de tejido de algodón que está teñido con  
1.2% del trisazocolorante que tiñe de verde, el cual es ob-  
15. tenido por condensación de 1 mol de cloruro de cianuro con  
a) un mol del disazocolorante a base de ácido 1-amino-8-oxi-  
naftalin-3,6-disulfónico diazotado y copulación con 1-amino-  
-2-metoxi-5-metilbenceno, diazotación continuada y copula-  
ción alcalina con 1 mol de ácido 1-amino-8-oxinaftalin-3,6-  
20. -disulfónico, b) 1 mol de ácido 1-amino-4'-oxiazobencen-3'-  
-carboxílico y c) anilina, es sumergido en un baño que es  
preparado por disolución de 3 partes de sulfato de cobre y 3  
partes del producto de condensación de formaldehído descrito  
en el último párrafo del ejemplo 1, en 3000 partes de agua.  
25. La temperatura del baño de tratamiento posterior es aumenta-  
da dentro de 15 minutos a 70°, después de lo cual se conti-  
núa el tratamiento posterior durante otros 15 minutos. Se-  
guidamente el tejido es deshidratado y secado. Se logra de  
esta manera una mejora esencial de la solidez al lavado fren-  
30. te a un lavado con jabón y sosa a 70°.



223535

Se logra asimismo una mejora esencial de la solidez al lavado del tinte, por un tratamiento posterior con el producto de condensación solo.

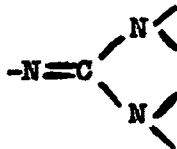
5. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar 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, con prioridad suiza nº 8949 del 9 de Agosto de 1954.

15. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos productos de condensación de aldehído, caracterizado porque se condensa compuestos no cíclicos que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica



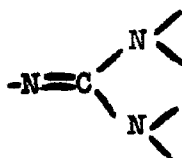
20. en una primera fase con aldehídos y sales de aminos alifáticos que presentan a lo menos 2 grupos amino primarios o secundarios, a una temperatura situada por encima de 100°, y porque se sigue condensando después los productos así obtenidos, en una segunda fase, con aldehídos y sales de amonio



e amina hidrosolubles en presencia de disolventes.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aldehído para la condensación de la primera fase, es formaldehído en forma de paraformaldehído.

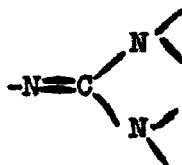
5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo la condensación de la primera fase de tal modo que se transponen los compuestos no cíclicos que contienen a lo menos una vez la agrupación atómica



10. primero con sales de aminas alifáticas que presentan a lo menos dos grupos amino primarios o secundarios, después de lo cual los productos de condensación así obtenidos, son llevados entonces a transposición con aldehídos a una temperatura situada por encima de 100°.

15. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque se calienta a 150-260° los compuestos no cíclicos con las sales de las aminas alifáticas.

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el compuesto no cíclico que contiene la agrupación atómica



20. es diciandiamida.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se hace reaccionar 2 moles de diciandiamida por mol de diclorhidrato de etilendiamina.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6,



223535

caracterizado porque se calienta a 150-260° 1 mol de diclorhidrato de etilendiamina con 2 moles de diciandiamida, y porque seguidamente se condensa a una temperatura situada por encima de 100° con a lo menos 0.5 mol de paraformaldehido.

5. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la condensación a llevar a cabo con paraformaldehido a una temperatura situada por encima de 100° es efectuada en presencia de disolventes.

10. 9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el disolvente es ácido acético glacial.

10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se lleva a cabo la condensación de la primera fase en presencia de ácido bórico.

15. 11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque se elige la cantidad de ácido bórico de tal modo que a cada grupo amino primario o secundario libre, de las sales amónicas empleadas en la primera fase, le corresponde un equivalente.

20. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se calienta a 180-260° 1 mol de diclorhidrato de etilendiamina con 2 moles de diciandiamida, condensando seguidamente a 110-150° con a lo menos 0.5 mol de paraformaldehido en presencia de ácido acético glacial y 0.7 mol de ácido bórico.

25. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el aldehido para la condensación de la segunda fase es formaldehido.

30. 14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque en la segunda fase se condensa sales de di- o poliaminas alifáticas.

223535



15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque en la segunda fase se condensa halogenuros de amonio.
5. 16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, y 15, caracterizado porque en la segunda fase se condensa cloruro de amonio.
10. 17. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, 15 y 16, caracterizado porque en la segunda fase se condensa 4 a 8 moles de cloruro amónico por cada dos moles de diciandiamida empleada en la primera fase.
15. 18. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque se lleva a cabo la condensación de la segunda fase de tal manera que se hace reaccionar con los productos de condensación de la primera fase, primero formaldehído acuoso y, solamente después las sales amónicas o amínicas.
20. 19. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 18, caracterizado porque se lleva a cabo la condensación de la segunda fase de tal modo que se hace reaccionar con los productos de condensación de la primera fase, primero formaldehído acuoso, y solamente después las sales amónicas o amínicas, a cuyo efecto en la última condensación aun interviene formaldehído adicional.
25. 20. Procedimiento según las reivindicaciones 1-19, caracterizado porque se calienta a 180-260° 1 mol de diclorhidrato de etilendiamina con dos moles de diciandiamida y se condensa seguidamente a 110-150° con a lo menos 0.5 mol de paraformaldehído en presencia de ácido acético glacial y 0.7 mol de ácido bórico, y porque se transpone el producto de condensación de la primera fase en la segunda fase, primero
- 30.



223035

con aproximadamente 1.5 moles de formaldehído acuoso y, seguidamente, con 5 moles de cloruro de amonio y 5 moles de formaldehído.

5. 21. Procedimiento para la preparación de nuevos productos de condensación de aldehído.

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

Barcelona, para Madrid, a 8 de Agosto de 1955.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.