





átomos de C.

258557

- Se realiza la transformación mezclando estas conexiones con alcoholes alifáticos monovalentes con 1-4 átomos de C, y recalentando lentamente dicha mezcla, removiendola continuamente y sacanda por destilación el alcohol bajo hasta
- 15.- que se haya clarificado la mezcla de reacción. Despues de añadir convenientemente un hidrocarburo clorado bajo se remueve la masa hasta que esté fria. Se puede mezclar con parafinas óceras las que, como se sabe, aumentan aún más el efecto
- 20.- hidrofobo, hasta que se obtengan soluciones homogéneas, siendo perfectamente solubles en los solventes corrientes para la impregnación en seco, tales como el tricloretileno o percloretileno. Se aplican los productos en la forma acostumbrada, pero a pesar de su caracter resinoso sintético no necesitan ningún medio endurecedor ni ningún tratamiento posterior especial por calor, para conseguir los efectos hidrofobos. Los medios producidos de acuerdo con el invento proporcionan a los téxtiles, además, cierta inarrugabilidad.
- 25.-
- 30.- Todavía no se ha verificado la constitución de estos componentes. Para producirla es conveniente emplear por un mol de melamina por lo menos la cantidad de paraformaldehidos necesaria para la formación de hexametilolmelamina. Las cantidades de anhídrido de ácido ftálico y de alcohol con un mínimo de 8 átomos de C, pueden oscilar dentro de amplios
- 35.- límites. Las cantidades de 0,5 mol de anhídrido de ácido ftálico y de 0,75 mol de alcohol por mol de melamina resultan o dan a estàs productos unos efectos hidrofobos muy buenos, y con 10 mol de ambas conexiones siguen obteniendose todavía efectos útiles.
- 40.- Es conveniente que la cantidad de los alcoholes alifáticos bajos ascienda a aproximadamente el decuple de la can-



25857

tividad de peso de la melamina empleada. Durante la fabricación de los productos se vuelve a sacar o separar por destilación la mayor parte del alcohol.

45.- Los alcoholes con un mínimo de 8 átomos de C, son del tipo alifático monovalente conteniendo preferiblemente de 16 hasta 18 átomos de C. Sin embargo también se prestan igualmente bien los alcoholes cicloalifáticos tales como el etilciclohexanol.

50.- Los productos de condensación son insolubles en agua o ácidos acuosos, pero muy solubles en los solventes orgánicos empleados para la impregnación en seco. También se pueden diluir con una pequeña cantidad de tales solventes, los productos de condensación recientemente fabricados según el invento, antes de que se enfrien.

55.- Al recalentar la mezcla de reacción durante más tiempo de lo que es necesario para clarificarla, se pueden formar en algunos casos productos que no son solubles en solventes orgánicos o solamente muy poco solubles, y en tal caso no se pueden mezclar con parafinas, etc., para obtener masas homogéneas. Además, puede reducirse notablemente el efecto hidrófobo por el recalentamiento de los productos, especialmente al emplearse cantidades más elevadas de anhídrido del ácido ftálico y alcoholes con un mínimo de 8 átomos de C.

60.- Sin embargo se puede volver a compensar casi totalmente esta desventaja condensando adicionalmente unos ácidos monocarbónicos alifáticos con un mínimo de 16 átomos de C. preferiblemente de 0,2 a 0,6 mol por mol de aminotriazina.

65.- Se añaden aproximadamente un 50 a 150 % de parafina, cera, etc., por peso de los productos de condensación.

70.- Si los textiles, antes de la impregnación en seco, han sido sometidos a una limpieza química por medio de algún intensificador de limpieza, es decir algún producto sintético



- 75.- de limpieza orgánicamente soluble, corrientemente puede tener un efecto hidrófugo posterior. Sin embargo, añadiendo al baño de impregnación, además, unos alcoholatos de aluminio o especialmente de circonio, con alcoholes alifáticos monovalentes de 1 a 4 átomos de C., se puede volver a eliminar la desventajosa influencia del intensificador de limpieza sobre el efecto hidrofobo. Reemplazando total o parcialmente la melamina por medio de urea, dicianidamina u otras conexiones de nitrógeno que formen resinas sintéticas con el formaldehído, se obtendrán también productos utilizables, pero los productos obtenidos a base de melamina, por regla general, surten mejores efectos.
- 80.-
- 85.-

- Ya es conocida la forma en que se puede transformar la urea de metilol, en la presencia de alcoholes monovalentes bajos, junto con productos de condensación de ácidos policarbónicos y alcoholes polivalentes, en las llamadas resinas alquídicas. Sin embargo, tales productos no proporcionan cualidades hidrofugas a los textiles por lo que se emplean como barnices (Patente de la República Federal Alemana nº. 741.091). Lo mismo cabe decir en cuanto a la producción, también conocida, de tales productos de mezcla utilizando resinas aminotriazinaldehído (Patente de la República Federal Alemana nº. 751.600). También se ha hecho la experiencia de transformar ácidos carbónicos aromáticos polibásicos, así como sus anhídridos, con éteres de las metilolaminotriazinas (Patente Austriaca nº. 167.124). Sin embargo, tales productos tampoco tienen ningún efecto hidrófobo sobre los textiles.
- 90.-
- 95.-
- 100.-

- En la patente alemana nº. 870.544, se encuentra una descripción de la impregnación hidrófuga de textiles con soluciones orgánicas de metilolaminotriazinas que contienen por lo menos un resto alifático con un mínimo de 4 átomos de C. Este resto puede ser ácido graso en forma de ester o un al-
- 105.-



cohol graso en forma ligada similar al eter. Sin embargo, estos productos, también junto con la parafina , y comparandolos con los obtenidos según el invento, solo proporcionan unos efectos de impregnación muy modestos .

110.- La hexametilmelamina no es soluble en los solventes orgánicos. Ciertamente se disuelven en gasolina, tricloretileno, etc., y sus productos de esterificación con alcoholes alifáticos monovalentes bajos, pero tambien junto con la parafina solo producen unos efectos hidrófobos muy pequeños

115.- (aproximadamente de un 60% de recogida de agua al rociarlos sobre el aparato Bundesmann y falta de capacidad de goteo). Los mismos defectos presentan los productos obtenidos por recalentamiento del anhídrido del ácido ftálico y de alcoholes monovalentes superiores.

120.- A pesar de todo esto nos sorprende el hecho de que los medios obtenidos según el invento tienen excelentes efectos, hasta llegar a valores parciales de recogida de agua de solo un 10% (medidos según Bundesmann) y una excelente capacidad de goteo en textiles de toda clase.

125.- EJEMPLO 1

Se introducen en un recipiente agitador calentable que va conectado con un efriador descendente , 300 ml. de metanol, a los cuales se añaden 25 gramos de melamina, 48 gramos de paraformaldehido, 59 gramos de anhídrido de ácido ftálico y 45 gramos de octadecilalcohol. Se recalienta la mezcla removiendo hasta que empiece a destilarse el metanol. Después de otro recalentamiento de 45 minutos se clarifica la mezcla alcanzando una temperatura de 100 grados aproximadamente. Entonces se han destilado aproximadamente 200 ml.

135.- El producto de reacción que sigue conteniendo metanol destilable se puede enfriar como tal formandose una resina que es soluble en gasolina, así como en percloroetileno



140.- y otros hidrocarburos clorados similares. Para facilitar la solubilidad o diluibilidad en estos solventes se puede añadir al producto de reacción, antes de removerlo hasta que éste frío, por ejemplo, tanta cantidad de un hidrocarburo clorado que produzca una solución al 50%, que es incolora, clara y ligeramente viscosa y puede diluirse, también, después de haber reposado durante varias semanas, sin dificultades en los solventes empleados para la impregnación en seco.

145.- Se puede disolver en el hidrocarburo clorado que se presta a la confección de dicha solución al 50%, la parafina, cera, etc., y también con anterioridad, que sirven para reforzar el efecto hidrófobo. De la misma forma también se puede disolver en dicha cantidad del hidrocarburo clorado el alcoholato de circón, que se presta para eliminar posibles influencias desventajosas de los restos de los intensificadores de limpieza sobre el efecto hidrófobo. Sin embargo, se puede añadir la parafina, etc., o el alcoholato de circón

150.-

155.- junto con el solvente que sirve para la preparación del baño.

Para la hidrofobación se prepara un baño que contenga 30 gramos de la solución arriba descrita al 50% del producto de reacción y de 40 gramos de parafina (Pf. 52-54<sup>a</sup>) por litro de tricloretileno. Por medio de éste baño se impregna durante cinco minutos en una máquina de limpieza química, por ejemplo, un abrigo de popelín de algodón, se centrifuga y se seca a 70 - 100 grados. El abrigo tiene entonces una excelente capacidad de goteo y una recogida a agua muy pequeña en caso de ser rociado.

160.-

165.-

Si el abrigo contiene aun restos de un intensificador de limpieza, procedentes de una limpieza química anterior, se añaden al baño de impregnación de 5 á 15 gramos de isopropilato de circón por litro. De ésta forma se eliminará

= 7 - 250007



170.- la desventajosa influencia del intensificador de limpieza sobre el efecto hidrófugo, reduciéndose también un posible efecto de corrosión del producto de condensación sobre las piezas de la máquina a utilizar con tal fin.

EJEMPLO 2

175.- En el mismo aparato descrito en el ejemplo anterior se recalientan 25 gramos de melamina, 45 gramos de paraformaldehído, 29 gramos de anhídrido de ácido ftálico y 33 gramos de octanol, en la presencia de 400 ml. de metanol, hasta que se clarifique la masa, lo que ocurre de los 90 á los 100 gra-

180.- dos. La cantidad del destilado asciende aproximadamente a 300 ml. Al seguir calentando más allá del punto de clarificación dicha mezcla de reacción, y hasta los 135 grados, con el fin de eliminar tanto como sea posible el metanol (390 ml.), el producto resultante tiene unos valores hidrófobos algo infe-

185.- riores, los que sin embargo a su vez pueden mejorarse, antes de calentar la mezcla, por medio de la condensación, es decir añadiendo 35 gramos de ácido estearínico.

Este producto facilitará, disuelto en gasolina o percloretileno junto con la parafina, excelentes efectos hidrofobos.

190.- Se puede realizar la transformación también en la presencia de etanol o propanol, en lugar de utilizar el metanol. También se puede sustituir el octilalcohol u octanol por la cantidad equivalente de etilciclohexanol, empleándose así mismo,

195.- en lugar del anhídrido del ácido ftálico los de otros ácidos dicarbónicos, o también los alifáticos tales como por ejemplo el ácido malónico, el ácido succínico o el ácido maleínico.

EJEMPLO 3

200.- Se obtiene un producto igualmente útil transformando 126 gramos de melamina, 240 gramos de paraformaldehído,

258557



100 gramos de anhídrido del ácido ftálico y 270 gramos de alcohol octadécilico en 1.250 ml. de metanol, clarificandose la mezcla de reacción al calentarla hasta los 115 grados y destilandose aproximadamente 1.200 ml.

Se emplea el producto de condensación obtenido junto con parafina o también con butilato de bircón, en la forma descrita en el ejemplo 1.

EJEMPLO 4

210.- Si se transforma en la forma indicada un mol de melamina, 7 moles de paraformaldehido, 7 moles de anhídrido de ácido ftálico y 7 moles de alcohol octadécilico, en metanol, clarificandose la mezcla de reacción a aproximadamente los 100 grados, se formará también un producto que es facilmente soluble en gasolina o hidrocarburos clorados de buenos efectos hidrófobos, especialmente al emplearse la parafina, etc.

215.- Substituyendo la melamina por otras conexiones de nitrógeno que forman resinas con el formaldehido, tales como la urea, se disminuirá la cantidad de paraformaldehido debido a la reducida capacidad de fijación.

220.- Descrito el objeto de la patente que nos ocupa nos queda unicamente señalar se trata de varias formas de realización que podrán alterarse en la práctica, sin que sus modificaciones constituyan variaciones que modifiquen la esencialidad de la invención.

225.-

**N O T A**  
: : : : : : :

La patente de invención descrita recaerá, pues, sobre las siguientes reivindicaciones:

1a.-PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PRODUCTOS APROPIADOS PARA LA IMPREGNACION EN SECO O HIDROFUGACION DE TEXTILES", caracterizado por cuanto han de calentarse lentamente las conexiones de nitrógeno que forman aminoplastos con el formalde-



- hido, especialmente melamina, junto con el paraformaldehído en una cantidad mínima que sea suficiente para transformar
- 235.- todos los átomos de hidrógeno ligados en el nitrógeno, en conexiones de metilol, así como un anhídrido de ácido dicarbónico aromático o alifático en una cantidad de 0,5 á 10 moles por mol de melamina y un alcohol monovalente cicloalifático o alifático, teniendo por lo menos 8 átomos de carbono
- 240.- en una cantidad de 0,75 á 10 moles por mol de melamina, y en la presencia de aproximadamente el decuplo de la cantidad de peso de la melamina de un alcohol alifático monovalente con 1 hasta 4 átomos de carbono, hasta que se clarifique la mezcla de reacción y separandose por destilación
- 245.- dicho alcohol; y por cuanto el producto obtenido se disuelve convenientemente en los solventes corrientemente empleados para la impregnación en seco, junto con sustancias conocidas, tales como la parafina, que aumentan el efecto hidrófugo.
- 250.- 2a.-PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PRODUCTOS APROPIADOS PARA LA IMPREGNACION EN SECO O HIDROFUGACION DE TEXTILES, según la anterior reivindicación caracterizado por cuanto durante la fabricacion se añaden, si fuese necesario, ácidos carbónicos alifáticos monovalentes con un mínimo de 16 átomos
- 255.- de carbono, y antes del calentamiento, en una cantidad de 0,2 hasta 0,6 mol por mol de melamina.
- 3a.-PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PRODUCTOS APROPIADOS PARA LA IMPREGNACION EN SECO O HIDROFUGACION DE TEXTILES, según las dos anteriores reivindicaciones, caracterizado por
- 260.- cuanto podrá añadirse un contenido de conexiones de aluminio y especialmente de circón con alcoholes alifáticos monovalentes con 1 hasta 4 átomos de carbono.
- 4a.-PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PRODUCTOS APROPIADOS PARA LA IMPREGNACION EN SECO O HIDROFUGACION DE TEXTILES!



- 265.- Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado.  
Este memoria consta de diez hojas mecanografiadas y foliadas por una sola de sus caras conteniendo un total de
- 268.- doscientas sesenta y ocho lineas.

MADRID A 1 DE JUNIO DE 1960.  
P.A.  
MANUEL DE ARPE.

*Manuel de Arpe*

---