

Case CNY-31/CIP/E



339608

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR RESINAS SOLUBLES EN AGUA Y TERMOENDURECIBLES", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para preparar resinas solubles en agua y endurecibles térmicamente que son aptas para el empleo en la fabricación de papel.

5. La fabricación de papel que sea adsorbente y que tanto en estado húmedo como seco tenga buena resistencia al desgarrado resulta difícil, pues en general la capacidad de absorción y la resistencia al desgarrado en húmedo son propiedades contrapuestas. Por consiguiente, los papeles de los que
10. se exige gran capacidad de absorción (por ejemplo, las toa-

**POOR  
QUALITY**



339608

llas de papel) manifiestan resistencia insuficiente al desgarramiento en húmedo, y desgraciadamente es precisamente de este tipo de papel del que se exige una resistencia relativamente alta al desgarramiento en húmedo.

5. Otro problema de la fabricación de papel lo constituye el control del grado de deshidratación del papel que se produce. Cuanto más se muelen las fibras de papel, tanto más fuertes son las hojas de papel que de ellas se originan. Pero la molturación adicional ocasiona una deshidratación más lenta de las suspensiones acuosas de fibra, lo
10. cual obliga a una marcha más lenta de las máquinas papeleras y por tanto un aumento de los costes.

- Otro problema más de la fabricación de papel consiste en la retención de aditivos en forma de partículas
15. sólidas, por ejemplo pigmentos colorantes, agentes de relleno y agentes mejoradores de la opacidad, que la mayoría de las veces son relativamente caros. Por ello es importante que se retengan aparte de las hojas de papel listas cantidades considerables de estos aditivos. Sin embargo, como la
20. mayoría de estos aditivos carecen de afinidad o la tienen muy poca para las fibras de papel, se desperdician cantidades considerables de ellos con las primeras aguas residuales de tamiz (= "white waters") durante la fabricación del papel.

- Se ha propuesto ya la adición de productos de
25. condensación de urea y formaldehído o de melamina y formal-



339608



dehido para mejorar la resistencia al desgarró en húmedo y el poder de retención para ciertos aditivos, así como para mejorar el control de la deshidratación de las fibras de papel. Pero como estas resinas deben emplearse en medio ácido,

5. no son utilizables en papel alcalino, por ejemplo papel que contenga carbonato cálcico.

Para obviar este problema se han propuesto otras resinas termoendurecibles, por ejemplo resinas de polialquilonpoliamida. Estas resinas de polialquilonpoliamida son

10. inestables cuando están en forma concentrada, y por lo tanto deben suministrarse en solución diluída, por ejemplo al 10 %. En consecuencia deben mantenerse depósitos mucho mayores de solución de resina, los traslados son muy en general mayores y los costes asociados con ello, como por ejemplo los gastos
15. de expedición, aumentan notablemente.

Los intentos para preparar derivados de polialquilonpoliamina directamente a partir de una imina cíclica y un compuesto bifuncional, en la proporción molar aproximada de 1:1, habían resultado hasta hoy completamente inoperantes. En la patente belga 649 883 se describen, por ejemplo, productos de reacción a base de una imina cíclica monómera y un compuesto bifuncional (por ejemplo, epíclorohidrina) en la proporción molar 3:1. Estos productos, sin embargo, no se pueden endurecer muy bien en caliente y por lo tanto no confieren al

20. papel la resistencia óptima al desgarró en húmedo. Además, en

25. este procedimiento se obtienen con facilidad geles insolubles.

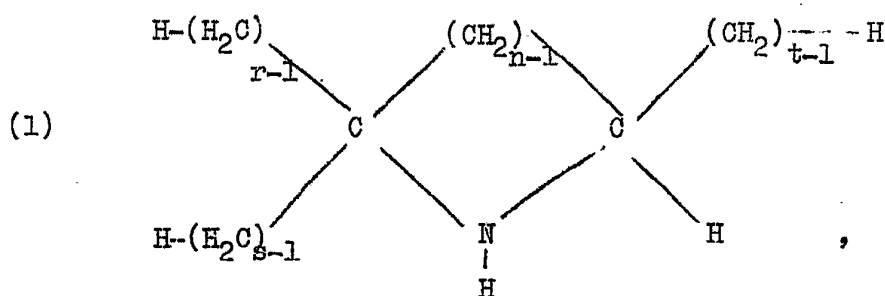


# 339608

Objeto del invento que ahora se expone es un procedimiento para preparar resinas solubles en agua y termendurecibles, aptas como aditivo para el papel, que se caracteriza por añadirse cantidades más o menos equimoleculares

5. de

a) una amina cíclica monómera de la fórmula



en la que

n, r, s y t significan números enteros positivos,

n es igual a 1 ó 2,

r, s y t son cada una iguales a 3 a lo sumo

15.

y la suma

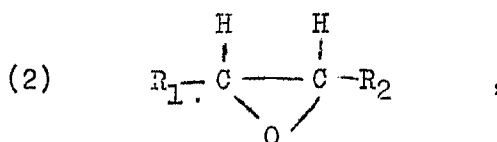
(n+r+s+t) importa 9 a lo sumo;

y de

b) un compuesto polifuncional de la fórmula



339608



5. donde
- $R_1$  significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquílico con 1 a 4 átomos de carbono y
- $R_2$  significa un grupo halogenmetílico o alfa-hidroxi-beta-halogenetílico,
10. a una solución acuosa, de preferencia a una con un contenido de agua que corresponda a la mitad hasta el triple del contenido de compuesto polifuncional b), que contenga una cantidad relativamente pequeña, suficiente para la formación de un gel a base del producto de la reacción de a) y b), de una
15. c) mono-, di- o hidroxialquilamina con 18 átomos de carbono a lo sumo en cada caso, de una trialquilamina con 22 átomos de carbono a lo sumo, de un N-heterociclo de 5 a 7 miembros, de un mono-/di-aminobenceno, de un compuesto del grupo de la
20. urea, de la tiourea o de la guanidina o de amoníaco por mantenerse la temperatura de la mezcla acuosa a nivel de 5 a 20° C durante 2 a 5 horas, por aumentarse luego la temperatura hasta 30 a 50° C y mantenerse a este nivel hasta



339608

que se jhaya originado un líquido límpido y por diluirse entonces éste con agua, inmediatamente, hasta un contenido de materia sólida de 20 a 45 % en peso.

5. Las iminas cíclicas monómeras a) de la fórmula (1) son 1,2-<sup>y</sup>/1,3-alquileniminas. Sumamente aptas son la propilenimina, la 1,2-butilenimina, la 1,3-butilenimina, la trimetilenimina y, sobre todo, la etilenimina.

10. Como halógeno en el grupo  $R_2$  de la fórmula (2) de los compuestos polifuncionales b) entran en cuenta el yodo, el bromo, y, sobre todo, el cloro. Compuestos polifuncionales particularmente idóneos son la 3-metil-epiclorohidrina, la 3-isopropil-epiclorohidrina, la epiyodohidrina y, en primer término, la epiclorohidrina.

15. Los aditivos de reacción c) contienen por lo menos un átomo de nitrógeno y son solubles o dispersables en agua, por lo menos parcialmente.

Aditivos de reacción c) apropiados son:

20. I) las mono-alquilaminas con grupos alquílicos, lineales, ramificados o cíclicos, de 18 átomos de carbono a lo sumo; por ejemplo, metilamina, etilamina, isopropilamina, butilamina terciaria, acrilamina, hexilamina, ciclohexilamina, heptilamina u octilamina;
25. II) las dialquilaminas con grupos alquílicos, lineales, ramificados o cíclicos, que contienen en total 18 átomos de carbono a lo sumo; por ejemplo, dimetil-

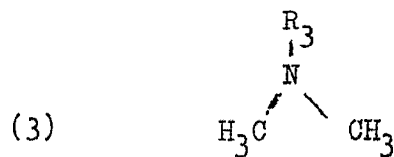


# 339608

amina, dietilamina, dinonilamina, dipropilamina, dibutilamina, diacrilamina, dihexilamina o di-(2-otilhexil)-amina;

5. III) las trialquilaminas con grupos alquílicos, lineales, ramificados o cíclicos, que contienen en total 22 átomos de carbono a lo sumo; por ejemplo, trimetilamina, trietilamina, tributilamina, metildietilamina o dimetiloctilamina; sumamente aptas son las aminas de la fórmula

10.

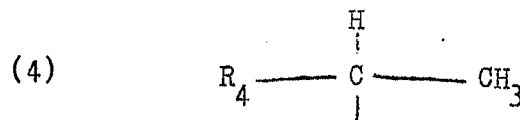


en que

15.

$R_3$  significa un radical alquílico, lineal, ramificado o cíclico, con 13 a 20 átomos de carbono o en particular un radical de la fórmula

20.



en que



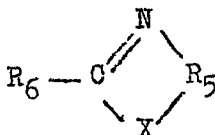
339608

R<sub>4</sub> significa una cadena alquílica con 13 a 20 átomos de carbono;

5. IV) las hidroxialquilaminas con un grupo hidroxílico por lo menos, y de preferencia 1 a 3 grupos hidroxílicos, y un grupo amínico ligados a un grupo alquílico, lineal o ramificado, que contiene a lo sumo 18 átomos de carbono; como, por ejemplo, mono-, di- y tri-etanolamina, 2-amino-butanol-1, 2-amino-2-metil-propandiol-1,3, 2-amino-2-etil-propandiol-1,3 o 2-amino-2-hidroximetil-propandiol-1,3;
10. V) los mono- o di-aminobencenos, que pueden estar sustituidos con un grupo alquílico que contenga de 1 a 4 átomos de carbono; por ejemplo, anilina, fenilendiamina o toluidina;
15. VI) los N-heterociclos de 5 a 7 miembros, como por ejemplo piperidina, piridina, picolina, piperacina, morfolina, N-aminoetilpiperacina, melamina, guanamina, caprolactamo y caprolactima. A estos heterociclos pertenecen también los compuestos de la fórmula

20.

(5)



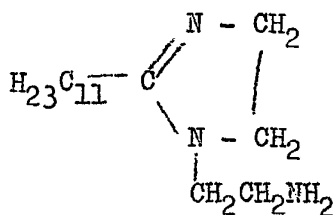
en que





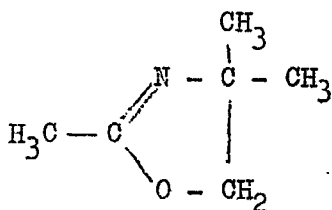
339608

(7)



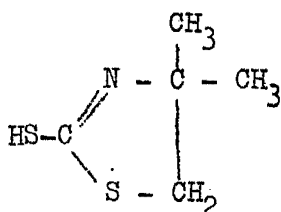
5.

(8)



10.

(9)



15. y VII) los compuestos del grupo de la urea, la tiourea o la guanidina o el amoníaco; por ejemplo, urea, etilenurea, cianamida, dicianidamida, guanidina, tiourea o etilentiourea. Pertencen también a este grupo. los productos de reacción de los compuestos anteriores con formaldehido o glioxal, como por ejemplo las metilolureas, las metilolmelaminas o sus



339608

éteres alquílicos, en particular los éteres metílicos.

Asimismo se engloban en esta clase de compuestos las alquilamidas inferiores, los isocianatos, los isotiocianatos y sus derivados.

5.

El representante principal de los aditivos de reacción c) que contienen nitrógeno es la urea.

Todos los compuestos que se han citado en a), b) y c) son conocidos y/o pueden prepararse por procedimientos conocidos.

10.

Con la máxima reticulación del aditivo para papel aquí expuesto se consiguen papeles con propiedades mejoradas en grado máximo. Para lograrlo, la imina cíclica monómera a) y el compuesto polifuncional b) deben utilizarse en cantidades aproximadamente equimolares, preferentemente en proporción molar de 1:0,8 a 1:1 de a) respecto a b).

15.

La cantidad del aditivo c) debe ser suficiente para impedir la formación de un gel a base del producto de reacción de a) y b), y depende por lo tanto en alto grado de la naturaleza de la imina a) empleada, del compuesto polifuncional b) y del propio aditivo c). La cantidad óptima puede averiguarse con facilidad mediante ensayos preliminares. Las cantidades de 5 a 15, y preferentemente 10, % en peso de aditivo c) respecto a la cantidad total de a) y b) han demostrado ser en general suficientes para impedir la formación

20.

25.



339608

- de gel durante la reacción. Dentro de límites razonables, los excesos de aditivo c) carecen de influencia perjudicial sobre el producto final. El agua sirve de medio para la reacción y la cantidad que de ella se emplee puede variar dentro de amplios límites. De preferencia se emplea, respecto a la cantidad de compuesto polifuncional b), la mitad hasta el triple de agua, y las cantidades iguales de compuesto polifuncional b) y de agua, han demostrado ser particularmente apropiadas. Las cantidades de agua excesivamente grandes retardan la reacción y eventualmente es necesario eliminarlas del producto final, por lo que es mejor evitarlas.

- El aditivo c) se agrega ventajosamente al medio reaccional antes de la imina cíclica monómera a) y del compuesto polifuncional b). Los aditivos c) se disuelven o dispersan en el medio reaccional, según la solubilidad, y mediante agitación continua se mantiene constante el grado de dispersión.

- La imina cíclica monómera a) y el compuesto polifuncional b) se añaden y se mezclan al medio reaccional lentamente, ya sea al mismo tiempo o por el orden de sucesión que se quiera. La temperatura de la mezcla así obtenida de los componentes a), b) y c) debe ser de 5 a 20°C, pues la mayoría de las iminas cíclicas empiezan a polimerizarse a más de 25°C en presencia de ácido. Cuando ya se han agregado al medio reaccional todos los componentes a), b) y c), se



339608

agita la mezcla y se la mantiene a temperatura de 5 a 20° C durante 2 a 5 horas, hasta que ha reaccionado prácticamente toda la cantidad del compuesto polifuncional b).

Luego se remonta la temperatura de la mezcla

5. hasta 30 a 50° C, para que el anillo de la imina pueda abrirse y la imina polimerizarse en presencia de ácido. La reacción es suficientemente lenta para que se la pueda controlar con facilidad. A fin de obtener un producto soluble en agua e impedir una reticulación importante, debe regularse la temperatura con mucha exactitud, ya que de otro modo se obtienen
10. cuerpos sólidos o gelos.

La mezcla reaccional se mantiene a temperatura de 30 a 50° C hasta que se ha conseguido un producto límpido, soluble en agua, lo que puede comprobarse fácilmente tomando

15. muestras con frecuencia. Por lo general, con una temperatura de reacción de 50° C se obtiene un producto líquido límpido al cabo de una hora aproximadamente.

- Tanto durante la etapa reaccional de 5 a 20° C como durante la etapa reaccional de 30 a 50° C, el pH de la
20. mezcla desciende lentamente, lo que cabría atribuir en parte a que el compuesto polifuncional b) desprende haluro de hidrógeno durante la reacción. Por lo general la reacción queda terminada tan pronto como el pH de la mezcla llega al punto neutro y se ha formado un producto reaccional líquida y límpido.
25. Se interrumpe entonces la reacción añadiendo 15 a 25 %



339608

de agua en relación al peso del producto reaccional limpio:

El contenido de materia sólida del producto de la reacción es de 50 a 80 % y se ajusta ventajosamente a un 20 a 50 % por dilución; las concentraciones de un 40 % aproximadamente se han revelado óptimas:

5.

Las resinas preparadas según el procedimiento de este invento se emplean como aditivos para el papel, que se añaden a la pasta de papel antes de la formación de la hoja.

10.

Las resinas se añaden ventajosamente en forma de soluciones acuosas al 1 a 10 % a la suspensión de pasta de papel en el curso de la fabricación. Los productos, sea cualquiera la forma en que se usen, se agregan a la pasta de papel en cantidad de un 0,1 a un 5,0 % respecto al peso de fibras secas. Las cantidades mayores no imparten ninguna mejora correspondiente de las propiedades.

15.

En los ejemplos que siguen, las partes y los porcentajes son unidades de peso.

#### EJEMPLO 1

20.

En un recipiente para reacción provisto de agitador se disuelven 4,07 partes de urea en 29,80 partes de agua. Se enfría la solución hasta 0° C y, en un período de 10 minutos, se le añaden con buena agitación 12,90 partes de etilenimina. Luego se aumenta la temperatura hasta 16° C



# 339608

- y, agitando intensamente, se agregan en un período de 3 horas 27,75 partes de piclorohidrina. Se mantiene la mezcla reaccional durante 2 horas más a temperatura de 15 a 18° C y luego se aumenta ésta hasta 50° C y se la mantiene a este nivel hasta obtener un producto líquido límpido. Inmediatamente después se diluye con 37,28 partes de agua que contienen 2,4 partes de ácido clorhídrico al 37 %. Con más ácido clorhídrico al 37 % se ajusta el pH a un índice de  $5 \pm 0,5$  y resulta un producto final que es un líquido límpido, de color verde amarillento claro y con un contenido de materia sólida del 40,5 %.
- 5.
- 10.

## EJEMPLO 2

- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, pero empleando 17,20 partes de propilcnimina en lugar de las 12,9 partes de otilonimina.
- 15.

## EJEMPLO 3

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, pero empleando 22,05 partes, en lugar de 27,75 partes, de epiclorohidrina.



339608

EJEMPLO 4

Se depositan 17,2 partes de diciandiamida y 185 partes de epiclorohidrina en un recipiente para reacciones provisto de agitador, que contiene 432,3 partes de agua. A temperatura de 18 a 20° C, se añaden en un período de 2 horas 86,0 partes de etilendiamina. Luego se mantiene la mezcla reaccional durante 2 horas más a temperatura de 18 a 20° C y a continuación se la calienta a 50° C en un período de 25 minutos. Se mantiene la mezcla reaccional a 50° C durante 40 minutos más y luego se la enfría hasta 25° C. El producto final es una solución límpida, de color amarillo verdoso claro, con pH de 6,5 y un contenido de materia sólida del 41,9 %.

EJEMPLO 5

En un recipiente para reacciones se disuelven 27,1 partes de acrilonitrilo en 198,7 partes de agua. Se añaden 86,0 partes de etilenimina en un período de 5 minutos y mientras se mantiene la temperatura a 15° C. A continuación se agregan uniformemente, en el curso de 3 horas y a 15° C, 185,0 partes de epiclorohidrina. Luego se mantiene la mezcla reaccional a 15° C y bajo agitación durante 2 horas más, se la calienta hasta 50° C y se la mantiene a esta temperatura



# 339608

5. durante 20 minutos. Se agregan seguidamente 248,5 partes de agua, se enfría la mezcla hasta 25° C y se la ajusta a pH 4,5 con 24,3 partes de ácido clorhídrico al 37 %. El producto final es una solución límpida hasta ligeramente turbia, con un contenido de materia sólida del 38,7 %.

## EJEMPLO 6

10. En un recipiente para reacciones se disuelven 27,1 partes de urea en 198,7 partes de agua. A esta solución se añaden, en el curso de 5 minutos, 86,0 partes de etilenimina, mientras se mantiene la temperatura a 15° C. Luego se agregan uniformemente y en el curso de 3 horas 185,0 partes de epí-clorohidrina, mientras se mantiene la temperatura constantemente a 15° C. Se agita la mezcla reaccional a 15° C durante 2 horas, se la calienta a continuación hasta 50° C y se la mantiene durante 30 minutos a este nivel. En el curso de 45 minutos se añaden luego uniformemente 248,5 partes de agua y la solución que se origina se agita durante 15 minutos a 50° C y seguidamente se enfría hasta 25° C. Se ajusta el pH a 4,5 con 16,0 partes de ácido clorhídrico al 37 %, y se obtiene un producto final que es una solución límpida, de color amarillo verdoso claro y con un contenido de materia sólida del 41 %.
- 15.
- 20.



339608

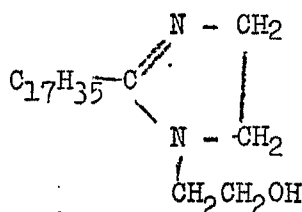
EJEMPLOS 7 a 22

Se preparan los productos de los Ejemplos 7 a 22 procediendo según el método del Ejemplo 6, pero reemplazando la urea por la misma cantidad de otro aditivo, que es,

5. respectivamente:

- |                |  |
|----------------|--|
| Ejemplo 7      | metilamina                             |
| Ejemplo 8      | isopropilamina                         |
| Ejemplo 9      | piperacina                             |
| Ejemplo 10     | sulfuro de bis(2-aminoetilo)           |
| 10. Ejemplo 11 | dietanolamina                          |
| Ejemplo 12     | melamina                               |
| Ejemplo 13     | éter hexamético de hexametilolmelamina |
| Ejemplo 14     | dimetilolurea                          |
| 15. Ejemplo 15 | 2-hidroximetil-2-amino-propandiol-1,3  |
| Ejemplo 16     | dimetiltetradecilamina                 |
| Ejemplo 17     | dimctilhexadecilamina                  |
| Ejemplo 18     | dimetiloctadecilamina                  |
| Ejemplo 19     |  |

20.





339608

Ejemplo 20	dimetilaminopropilamina
Ejemplo 21	N-metilglucamina
Ejemplo 22	tetrahidrofurfurilamina

EJEMPLO 23

5. Se muele hasta un grado de molturación de 420 a 425 cc, según norma canadiense, una pasta de papel de sulfito blanqueada. Después de la molturación, se añade a la pasta dióxido de titanio en la cantidad necesaria para que se obtenga una preparación de 90 % de fibras secas y 10 %
10. de dióxido de titanio. A la suspensión diluida de fibra de papel se añade en la máquina papelera el agente retentor del Ejemplo 6. El papel listo se corta en trozos de 10 g y se incinera a 925° C según la prescripción indicada en TAPPI T 413 m 58. Luego se calcula el contenido porcentual de capacidad retentora a base del contenido de cenizas
15. de la hoja dividido por el contenido de cenizas de la pasta de papel que se ha de elaborar. En la tabla que sigue se reseñan los porcentajes de capacidad retentora para las diversas concentraciones del producto de reacción según el Ejemplo 6.



339608

	Concentración del producto según el Ejemplo 6, % <sup>+</sup>	Capacidad de retención, %
	0,05	12
5.	0,1	19
	0,2	49
	0,25	57
	0,5	73
	0,75	79
10.	1,0	83
	0,0	9

<sup>+</sup> % calculado a base del peso de las fibras secas.

EJEMPLO 24

15. Se preparan muestras de suspensiones de pasta de papel mezclando la pasta con agua en una mezcladora corriente y moliéndola hasta un grado de molturación de 450 cc, según norma canadiense. Luego se diluye la pasta hasta una concentración de 1,25 partes de masa de papel seca por litro de preparación. A la pasta de papel se agregan los productos

20. de los Ejemplos 4 a 22 en las concentraciones que se indican en la Tabla II.



339608

Después de la adición de estos agentes auxiliares, se mezcla la pasta de papel durante unos 5 minutos y a continuación se preparan hojas de papel en una formadora de hojas para laboratorio. Unas 40 a 60 hojas se proveen de

5. hojas recubridoras y se comprimen durante 80 segundos en una prensa de laboratorio con una presión de 453,6 kg. Luego se retiran de la prensa las hojas, junto con las hojas recubridoras, y se secan a 135° C durante 3 minutos.

Las hojas secas se acondicionan durante 24 horas

10. a 50 % de humedad relativa del aire y se cortan en 6 tiras del mismo tamaño; 3 tiras se someten a ensayo de la resistencia al desgarro en seco y 3 tiras a ensayo de la resistencia al desgarro en húmedo, después de haberlas sumergido durante 10 segundos en agua destilada. Los resultados se indican en porcentaje de resistencia en húmedo referido a la

15. resistencia al desgarro en seco. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:



339608

Tabla II

Producto según el Ejemplo nº	% de resistencia al desgarro en húmedo con una concentración <sup>+</sup> del agente auxiliar de			
	0,2 %	0,5 %	1 %	
5.				
	4	20,3	23,3	26,1
	5	14,1	18,2	22,0
	6	20,5	24,7	25,9
	7	13,4	21,0	20,7
10.	8	19,4	23,1	23,9
	9	13,7	19,4	20,1
	10	16,9	24,3	27,2
	11	14,0	21,2	23,2
	12	15,2	19,8	22,3
15.	13	23,2	26,9	25,7
	14	19,6	25,7	27,7
	15	16,4	23,8	25,4
	16	18,1	26,0	28,6
	17	18,9	26,9	27,3
20.	18	20,3	25,1	27,7
	19	16,8	21,9	26,4
	20	16,5	21,8	24,9
	21	16,4	24,2	27,8
	22	16,5	20,1	20,5

25.

<sup>+</sup> % calculado a base del peso de fibras secas.





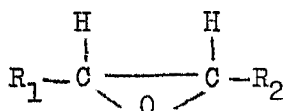
339608

r, s y t son cada una iguales a 3 a lo sumo  
y la suma

(n+r+s+t) importa 9 a lo sumo;

y de

5. b) un compuesto polifuncional de la fórmula



donde

10.  $\text{R}_1$  significa un átomo de hidrógeno o un grupo alquí-  
lico con 1 a 4 átomos de carbono y

$\text{R}_2$  significa un grupo halogenmetílico o alfa-hidroxi-  
-beta-halogenetílico,

15. a una solución acuosa - de preferencia a una con un contenido  
de agua que corresponda a la mitad hasta el triple del conte-  
nido de compuesto polifuncional b) - que contenga una canti-  
dad relativamente pequeña - suficiente para la formación de  
un gel a base del producto de la reacción de a) y b) - de una

20. c) mono-, di- o hidroxialquilamina con 18 átomos de  
carbono a lo sumo en cada caso, de una trialquil-  
amina con 22 átomos de carbono a lo sumo, de un  
N-heterociclo de 5 a 7 miembros, de un mono- o di-



339608

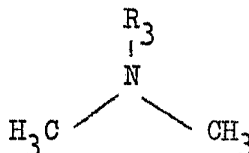
- aminobenceno, de un compuesto del grupo de la urea, de la tiourea o de la guanidina o de amoníaco, por mantenerse la temperatura de la mezcla acuosa a nivel de 5 a 20° C durante 2 a 5 horas, por aumentarse luego la temperatura hasta 30 a 50° C y mantenérsela a este nivel hasta que se haya originado un líquido límpido y por diluirse entonces éste con agua, inmediatamente, hasta un contenido de materia sólida de 20 a 45 % en peso.
- 5.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de amina cíclica monómera a), propilenimina, 1,2-butilenimina, 1,3-butilenimina, trimetenilnina o, en particular, etilenimina.
- 10.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que los compuestos polifuncionales b) contienen grupos clorometílicos o alfa-hidroxi-beta-cloroetílicos.
- 15.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por emplearse, en calidad de compuesto polifuncional b), epiclorohidrina.
- 20.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse urea en calidad de aditivo de reacción c).



339608

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse como aditivo de reacción c) una trialquilamina de la fórmula

5.



donde

$R_3$  significa un radical alquílico, lineal, ramificado o cíclico, con 13 a 20 átomos de carbono.

10. 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 5 y 6, caracterizado por emplearse de 5 a 15 % - calculado respecto al peso de la imina a) empleada y del compuesto polifuncional b) - del aditivo de reacción c).

15. 8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse: a) etilenimina, b) epiclorohidrina c) urea, en una proporción molar de a) : b) de 1: 0,8 a 1:1.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por mantenerse primeramente la temperatura entre 5 y 20° C hasta que toda la epiclorohidrina haya reaccionado.



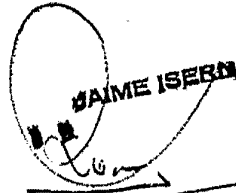
339608

10. Procedimiento para preparar resinas solubles en agua y termoendurecibles.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 27 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 21 de Abril de 1967

p.a.

  
**JAIME ISERN**  

---

**Firmado: JOSE RODRIGUEZ**