

346535

PATENTE DE INVENCION

Case 2552

51/Dr.J./HI.



346535

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de derivados de melamina"

Solicitante: SANDOZ, A.G.,

entidad suiza, residente en

Basilea, Suiza.

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de derivados de melamina endurecibles, solubles o dispersables en agua, que contienen restos de ácido monocarboxílico con 1 hasta 30 átomos de carbono, restos de alcoxi con 12

5.



346535

hasta 30 átomos de carbono y átomos de nitrógeno cuaternarios.

- Este procedimiento se caracteriza porque 1 mol de hexametilolmelamina, ampliamente eterada
5. con un alcohol de bajo peso molecular, se hace reaccionar simultáneamente o en secuencia arbitraria con
- a) uno o varios ácidos monocarboxílicos orgánicos con 1 hasta 30 átomos de carbono,
- b) 0,5 hasta 1,2 moles de una amina terciaria, que,
10. por lo menos, contiene un radical hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, y
- c) 0,5 hasta 2,5 moles de un alcohol graso con 12 hasta 30 átomos de carbono o de una mezcla de tales alcoholes graso, empleándose por lo menos un 80% de la amina terciaria como sal del ácido monocarboxílico, o
15. bien de los ácidos monocarboxílicos, y ascendiendo la cantidad total del ácido monocarboxílicos, o bien de los ácidos monocarboxílicos empleados a 0,4 hasta 2,5 moles, proporcionándose la parte en ácidos monocarboxílicos con 12 - 30 átomos de carbono de manera que la suma del alcohol graso y el ácido monocarboxílico con 12 - 30 átomos de carbono ascienda como
20. mínimo a 1 mol y como máximo a 2,5 moles, y haciéndose reaccionar los participantes en la reacción simultáneamente o en secuencia arbitraria, y el producto de reacción se trata con un agente de cuaternización.
25. Como alcoholes de bajo peso molecular adecuados para la eteración de la hexametilolmelamina entran, por ejemplo, en consideración: el alcohol metílico,
- 30.



346535

5. etílico, propílico y butílico o sus mezclas. El grado de eteración deberá ascender aquí, por lo menos, a un 80%, preferentemente a más de un 90%. Como ejemplos sean mencionados el hexametilolmelaminapentaretiléter y especialmente el hexametilolmelaminahexametiléter, así como sus mezclas.

10. Como ácidos monocarboxílicos orgánicos con 1 hasta 30 átomos de carbono entran en consideración tanto los insaturados, los de cadena recta, como los ramificados, los naturales y los sintéticos; entre los de bajo peso molecular se pueden mencionar el ácido fórmico, el acético y el propiónico, especialmente el acético y el propiónico, entre los de elevado peso molecular el ácido laúrico, mirístico, palmítico, es
15. teárico, araquídico, behénico, oleico, elaidico, ricinoleico, linoleico, y linolénico, así como los ácidos monocarboxílicos que se obtiene por la oxidación de cera o de otra manera sintética.

20. Se pueden emplear individualmente o en mezclas entre sí, por ejemplo como mezcla de ácido palmítico, esteárico y oleico, o de ácido esteárico, araquídico y behénico, o también, por ejemplo, como mezcla de ácido acético y esteárico o behénico, en una ó dos, o varias porciones.

25. Los alcoholes grasos con 12 hasta 30 átomos de carbono pueden poseer una cadena ramificada o sin ramificar, ser de origen natural o sintético y estar sustituidos por átomos de oxígeno o de azufre. Las pre-
30. feridas son el alcohol laurílico, miristílico, palmití-

346335



-4-

lico, estearílico, araquidílico, behénico, oleílico así como el octadecadienol y -trienol del ácido linoleico y linólenico.

- Como aminas terciarias que contienen como mínimo un radical hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, sean mencionadas: la dimetil- ó dietil-etanolamina, la metil- ó etil-dietanolamina y especialmente aquellas aminas terciarias que contienen 3 radicales hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, por ejemplo, aquellas que se derivan del amino-tris-hidroximetil-metano, tales como el dimetilamino-tris-hidroximetil-metano, además la tris-(2'-hidroxipropil)- ó tris-(3'-hidroxipropil)-amina y, ante todo, la trietanolamina.
5. Como aminas terciarias que contienen como mínimo un radical hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, sean mencionadas: la dimetil- ó dietil-etanolamina, la metil- ó etil-dietanolamina y especialmente aquellas aminas terciarias que contienen 3 radicales hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, por ejemplo, aquellas que se derivan del amino-tris-hidroximetil-metano, tales como el dimetilamino-tris-hidroximetil-metano, además la tris-(2'-hidroxipropil)- ó tris-(3'-hidroxipropil)-amina y, ante todo, la trietanolamina.
10. Como aminas terciarias que contienen como mínimo un radical hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, sean mencionadas: la dimetil- ó dietil-etanolamina, la metil- ó etil-dietanolamina y especialmente aquellas aminas terciarias que contienen 3 radicales hidroxialquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, por ejemplo, aquellas que se derivan del amino-tris-hidroximetil-metano, tales como el dimetilamino-tris-hidroximetil-metano, además la tris-(2'-hidroxipropil)- ó tris-(3'-hidroxipropil)-amina y, ante todo, la trietanolamina.
15. Los agentes de cuaternización adecuados son los usuales, especialmente el sulfato dimetílico y el sulfato dietílico.
- El procedimiento se puede realizar de distintas formas. Se puede, por ejemplo, hacer reaccionar la hexaalcoximetilmelamina simultáneamente con el ó los ácidos monocarboxílicos, la amina terciaria y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, o primeramente condensar con el ó los ácidos monocarboxílicos y la amina terciaria y después con el alcohol graso ó con la mezcla de alcohol graso, o hacer reaccionar primero con el ó los ácidos monocarboxílicos y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, y después con una sal monocarboxílica de la amina terciaria.
20. El procedimiento se puede realizar de distintas formas. Se puede, por ejemplo, hacer reaccionar la hexaalcoximetilmelamina simultáneamente con el ó los ácidos monocarboxílicos, la amina terciaria y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, o primeramente condensar con el ó los ácidos monocarboxílicos y la amina terciaria y después con el alcohol graso ó con la mezcla de alcohol graso, o hacer reaccionar primero con el ó los ácidos monocarboxílicos y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, y después con una sal monocarboxílica de la amina terciaria.
25. El procedimiento se puede realizar de distintas formas. Se puede, por ejemplo, hacer reaccionar la hexaalcoximetilmelamina simultáneamente con el ó los ácidos monocarboxílicos, la amina terciaria y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, o primeramente condensar con el ó los ácidos monocarboxílicos y la amina terciaria y después con el alcohol graso ó con la mezcla de alcohol graso, o hacer reaccionar primero con el ó los ácidos monocarboxílicos y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, y después con una sal monocarboxílica de la amina terciaria.
- 30.4 La reacción se puede realizar mediante fu-

346535

-5-



- sión de los componentes de reacción, sin disolvente, o en presencia de un disolvente, tal como xileno, mono- ó diclorobenceno, parafina o aceite de parafina, a temperaturas de 100° hasta 200°C, preferentemente a
5. 120-180°C, retirándose de la mezcla de reacción los alcoholes de bajo peso molecular que se forman de la hexaalcoximetilmelamina. Para ello se puede trabajar bajo presión reducida, por ejemplo, 10 - 200 mm Hg ó a presión normal.
10. Esto último es ventajoso cuando como sal monocarboxílica de la amina terciaria se emplea el acetato, ya que de esta manera se evita ampliamente una separación por destilación de ácido acético.
15. Al emplear simultáneamente todos los componentes de reacción, se continúa la condensación hasta que una muestra del producto de reacción se disuelva o se disperse en forma opalescente en ácido acético 2N.
20. Cuando la hexaalcoximetilmelamina se hace reaccionar primero con el o los ácidos monocarboxílicos y la amina terciaria, se efectúa la condensación entre estos compuestos hasta que el producto de reacción se disuelva en ácido acético 2N caliente, seguidamente se agrega el alcohol graso o la mezcla de alcohol graso y todo ello se calienta hasta que una
25. muestra del producto se disperse finamente en forma opalescente en ácido acético 2N caliente.
30. Aquellos productos que suministran, como tales o en combinación con parafina, soluciones o emulsiones particularmente estables, se consiguen cuando



346535 -6-

se emplea para su obtención un mínimo de 0,4 moles de ácido acético o propiónico por mol de hexametilmelamino-alquiléter.

5. Si la hexaalcoximetilmelamina se hace reaccionar primero con el o los ácidos monocarboxílicos y el alcohol graso ó la mezcla de alcohol graso, se continúa la condensación hasta alcanzar un índice de acidez inferior a 10 y a continuación se hace reaccionar el producto de reacción con una sal monocarboxílica de la amina terciaria, hasta que una muestra del producto se pueda dispersar en forma opalescente en ácido acético 2N caliente.
- 10.

15. La proporción molar entre los componentes a emplear puede variar entre los límites arriba indicados y esto de acuerdo con la finalidad de empleo del producto final y según se emplee como sal amínica terciaria la sal de una amina terciaria con un ácido monocarboxílico orgánico de bajo o de elevado peso molecular o una mezcla de ambos.

20. Por 1 mol de la hexaalcoximetilmelamina se emplea ventajosamente de 0,8 hasta 1,2 moles de amina terciaria, 0,6 hasta 1,2 moles de ácido ó ácidos monocarboxílicos, al emplear ácidos monocarboxílicos de elevado peso molecular, ó bien 0,6 hasta 1,5 moles al emplear ácidos monocarboxílicos de bajo peso molecular, ó mezclas de ácidos monocarboxílicos de bajo y de elevado peso molecular y 0,8 hasta 2,2 moles de alcohol graso.
- 25.

30. La transformación de los productos de condensación básicos, así obtenidos, en compuestos amó-

346535

-7-



28 OCT. 1967

nicos cuaternarios se efectúa según métodos conocidos, mediante tratamiento con los agentes de alquilización usuales, preferentemente a temperatura más elevada.

- Los nuevos productos según la presente invención representan unos cuerpos en forma de cera que se pueden disolver o dispersar en agua. Son adecuados como emulsionadores así como reblandecedores y antiestáticos en la industria textil, del papel y del cuero y como emulsionadores, especialmente para parafina en agua para la preparación de agentes de hidrofobización. Sorprendentemente se ha demostrado también que tales emulsiones se pueden obtener de manera sencilla en forma muy fina y altamente concentrada y que también en la zona pH ácida (5-7) muestran una muy buena estabilidad al almacenamiento a temperaturas más elevadas, por ejemplo a 40°C.
- 5.
- 10.
- 15.

- Este hallazgo es muy digno de destacar ya que los derivados reactivos, de melamina similares, cuya obtención se describe en la patente alemana 956.990 del 19.8.1952, sólo se pueden transformar en forma muy incómoda en dispersiones acuosas las cuales son muy limitadamente estables al almacenamiento. La misma desventaja la muestran también los productos de condensación que se obtienen según la patente suiza 405.226 del 15.1.1966, tal y como se obtienen por ejemplo de hexametilolmelamina, un ácido graso y una sal trietanolamínica.
- 20.
- 25.

- En los ejemplos siguientes las partes significan partes en peso, los porcentajes son en peso y las temperaturas se indican en grados centígrados.
- 30.

346535

-8-



Ejemplo 1 -

5. 390 partes (1 mol) de hexametilolmelamina-hexametiléter se calientan junto con 419 partes de estearato de trietanolamina (compuesta de 149 partes (1 mol) de trietanolamina y 270 partes (1 mol) de ácido esteárico industrial agitando y bajo separación por destilación de metanol en el plazo de unas 4 horas a 150°C. Después, tan pronto como una muestra del producto de reacción se disuelva claramente en ácido acético 2N caliente, se agregan 270 partes (1 mol) de alcohol estearílico y la condensación se continúa aumentando la temperatura ulteriormente hasta 175°C. El preparado se deja que termine de reaccionar a esta temperatura, hasta que ya no destile más metanol y
10. hasta que una muestra del producto de reacción en ácido acético 2N caliente forme una solución opalescente.
- 15.

20. 192,5 partes (0,2 moles) del producto de reacción así obtenido se mezclan a 70° bajo agitación en el plazo de 25 minutos con 17,6 partes (0,14 moles) de sulfato dimetilico y todo ello se sigue agitando durante una hora. El producto de cuaternización que así se forma representa, después del enfriamiento, una masa blanda, ligeramente marrón, que se recibe en agua caliente para formar una solución opalescente.
- 25.

30. El producto sirve, por ejemplo en cantidades de 0,1 hasta 5 g/l aplicado, en presencia de un agente endurecedor, para lograr efectos reblandecedores sólidos al lavado, sobre materiales textiles.

346535-9-



Un producto de cuaternización con propiedades similares se obtiene si, en lugar de 17,6 partes de sulfato de dimetilo, se emplean 30,8 partes (0,2 moles) de sulfato de dietilo, efectuándose la cuaternización a unos 100°C.

5.

Ejemplo 2 -

Se procede como se ha señalado en el ejemplo 1, pero en lugar de estearato de trietanolamina se emplean 422 partes de behenato de trietanolamina (compuesto de 129 partes (1 mol) de trietanolamina y 273 partes (0,8 moles de ácido behénico).

10.

El producto de cuaternización así obtenido representa una masa marrón, dispersable en agua. Tiene una capacidad de dispersión muy buena para, por ejemplo, cera o parafina. Si se emplean en lugar de alcohol estearílico, 186 partes (1 mol) de alcohol laurílico ó 268 partes (1 mol) de alcohol oleílico se obtienen productos con propiedades más hidrófilas.

15.

Ejemplo 3 -

195 partes (0,5 moles) de hexametilolmelamina-hexametiléter se calientan junto con 270 partes (1 mol) de alcohol estearílico y 104 partes de acetato de trietanolamina (compuesto de 74,5 partes (0,5 moles) de trietanolamina y 30 partes (0,5 moles) de ácido acético) agitando y bajo separación por destilación de metanol, en el plazo de unas 5 horas a 170-175°C. Después de unas 3 horas (a 170-175°C) deja de destilar metanol y la condensación está esencialmente completada. El producto se puede dispersar opalescentemente en ácido acético 2N caliente y muestra un índice de

20.

25.

30.

346535 -10-



acidez de 2,8.

100 partes (0,1 moles) del producto de condensación así obtenido se disuelven en 16 partes de metanol y a 67° se cuaternizan con 9,35 partes (0,07 moles) de sulfato dimetilico.

5.

El producto de cuaternización representa una masa blanda, marrón, que se recibe en agua caliente para formar una solución opalescente. 1 parte del producto de cuaternización se disuelve en 2 partes de parafina, de punto de fusión 56-58°C. que fundida con la misma forma una solución clara que agitando en 9 partes de agua de unos 70° dá una dispersión líquida, muy fina, concentrada y estable al almacenamiento. Para lograr un efecto de hidrofobización sólido al lavado

10.

por ejemplo, sobre tejido de algodón se pasan por ejemplo popelines de algodón en una proporción de flota de 1:10, a 20-25°C durante 1 minuto en un baño que por 1000 partes contiene 20-160 partes de la dispersión arriba descrita y 0,25-2 partes de sulfato de aluminio como endurecedor. Después se exprime el tejido hasta un aumento de peso del 80 - 100%, se seca durante 30 minutos a 80°C y se trata ulteriormente aún durante 10 minutos a 130°.

15.

20.

Los tejidos así tratados muestran buenos, hasta excelentes, efectos de hidrofobización sólidos al lavado.

25.

Además, tales dispersiones parafinicas también son adecuadas, en combinación con aprestos antiarrugables, para la hidrofobización y apresto inarrugable simultáneo de textiles.

30.

346535

-11-



Ejemplo 4 -

5. Si se trabaja bajo las mismas condiciones que en el ejemplo 3, pero en lugar de 270 partes de alcohol estearílico se emplean 297 partes (1,1 moles) y en lugar de acetato de trietanolamina se utiliza una mezcla de 104,5 partes (0,5 moles) de acetato de trietanolamina y 97,5 partes (0,5 moles) de formiato de trietanolamina y el producto de condensación se hace reaccionar con 100,8 partes (0,8 mol) de sulfato dimetilico, se obtiene el producto de cuaternización como masa frágil, amarilla clara, que se disuelve en agua casi clara y que por lo demás muestra propiedades similares como el producto que se obtiene empleando algo menos de alcohol estearílico y solo acetato de trietanolamina.
- 10.

15. Ejemplo 5 -

- 390 partes (1 mol) de hexametilolmelaminahexametiléter se calientan junto con 540 partes (2 moles) de alcohol estearílico, 167,2 partes de acetato de trietanolamina (compuesto de 119,2 partes (0,8 moles) de trietanolamina y 48 partes (0,8 moles) de ácido acético) y 29,8 partes (0,2 moles) de trietanolamina libre, agitando a 130° iniciándose la condensación bajo destilación de metanol. Se aumenta entonces la temperatura lentamente en el plazo de unas 6 horas a 150° y entonces se realiza el vacío en el recipiente de reacción a 155 mm Hg. El preparado se calienta en el plazo de unas 2 horas a 175-180° y se deja a esta temperatura hasta que ya no salga más destilado, lo cual tiene lugar después de una hora aproximadamente. Después de enfriar el producto representa una masa frágil, ligeramente
- 20.
- 25.
- 30.

346535₁₂₋



28 OCT. 1951

marrón, que en ácido acético 2N caliente se puede dispersar en forma opalescente.

5. 100,4 partes (0,1 moles) del producto de condensación así obtenido se disuelven en 16 partes de metanol a 66° y en el plazo de 15 minutos se mezcla agitando con 7,6 partes (0,06 moles) de sulfato dimetílico y después se sigue agitando durante una hora.

10. El nuevo producto de cuaternización representa una masa marrón que en agua caliente se recibe, formando una solución opalescente. Mezclada con parafina en proporción 1:2 se pueden preparar, en forma similar a como se ha descrito en el ejemplo 3, unas dispersiones muy finamente dispersas, concentradas y estables al almacenaje que, por ejemplo, en combinación con polímeros de fluorocarbono, tales como Scotchgard FC 208 ó Zepel B se pueden emplear para aprestar textiles en forma impermeable al agua y aceite.
- 15.

Ejemplo 6 -

20. 196 partes (0,5 moles) de hexametilolmelamina-hexametiléter se calientan junto con 245 partes de behenato de trietanolamina (compuesto de 74,5 partes (0,5 moles) de trietanolamina y 170,5 partes (0,5 moles) de ácido behénico) bajo agitación y vacío del recipiente de reacción a 150 mm Hg en el plazo de 6 horas a 155°, separándose por destilación continuamente el alcohol metílico que se forma durante la condensación. Después de este tiempo muestra el producto un índice de acidez de 15 y se disuelve claramente el ácido acético 2N. Se agregan ahora 135 partes (0,5 moles) de alcohol estearílico y se aumenta la temperatura, en el plazo de unas
- 25.
- 30.

346535

-13-



2 horas y efectuando el vacío nuevamente a 150 mm Hg a 175°C. Después de 3 horas ha terminado la condensación, separándose por destilación 95 partes (aprox. 3 moles de metanol) y alcanzado el índice de acidez un valor de 5,2.

5.

103,5 partes (0,1 moles) del producto de condensación así obtenido se mezclan agitando, a 70-75°C, en el plazo de 20 minutos con 11,3 partes (0,09 moles) de sulfato dimetílico. Se obtiene el producto de cuaternización como una masa ligeramente marrón, dispersable en agua caliente, que fundida con parafina del p.f. 50-52° a 60-65° forma una solución clara. El producto se puede disolver especialmente en combinación

10.

con parafina en agua caliente a dispersiones opalescentes muy finas que, en forma concentrada, por ejemplo con un contenido del 25% de materia seca, muestran una estabilidad al almacenamiento muy buena. Se pueden emplear como agentes de hidrofobización para textiles o en combinación con agentes protectores contra la putrefacción para el apresto simultáneo hidrófobo y anti-putrefactor de textiles.

15.

20.

Ejemplo 7 -

390 partes (1 mol) de hexametilolmelaminahexametiléter se calientan junto con 540 partes (2 moles) de alcohol estearílico y 221 partes de acetato de trietanolamina (compuesto de 149 partes (1 mol) de trietanolamina y 72 partes (1,2 moles) de ácido acético) en el plazo de unas 6 horas, bajo agitación y separación por destilación de metanol, a 173° y se mantiene aún durante 2 horas a esta temperatura.

25.

30.

346535-14-



Después de enfriar se obtiene el producto de condensación como masa marrón-amarillenta, frágil e insoluble en agua, con un índice de acidez de 3,4.

5. 100 partes (0,1 moles) del producto de condensación así obtenido se disuelven en 16 partes de metanol y a 64-66°C se mezcla, en el plazo de unas dos horas, con 10,08 partes (0,08 moles) de sulfato de dimetilo.

10. El nuevo producto de cuaternización representa una masa marrón-amarillenta ligeramente frágil, que en agua caliente forma soluciones opalescentes.

Ejemplo 8 -

15. Se prepara un producto de cuaternización siguiendo el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 3, pero en lugar de acetato de trietanolamina se emplean 179 partes (1 mol) de acetato de metildietanolamina y como agente de cuaternización 113,4 partes (0,9 moles) de sulfato de dimetilo. Se obtiene una masa marrón, frágil, que se puede dispersar fácilmente en
20. agua caliente.

Ejemplo 9 -

25. 390 partes (1 mol) de hexametilolmelaminahexametiléter se calientan junto con 270 g de alcohol estearílico y una mezcla de 167,2 partes de acetato de trietanolamina (compuesto de 119,2 partes (0,8 moles) de trietanolamina y 48 partes (0,8 moles) de ácido acético) y 83,8 partes de estearato de trietanolamina (compuesto de 29,8 partes (0,2 moles) de trietanolamina y 54 partes (0,2 moles) de ácido estearílico) en el plazo de
30. 5 horas, bajo agitación y separación por destilación

346535



28 OCT. 1967

-15-

5. del metanol, a 162°. Después de este tiempo se han destilado 85 partes y el producto se disuelve claramente en ácido acético 2N caliente. Muestra un índice de acidez de 10,2. A 161 partes (0,2 moles) del producto de condensación así obtenido se gotean a 73-75° bajo agitación, en el plazo de 15 minutos, 20,14 partes (0,16 moles) de sulfato dimetílico y se agita durante unas 2 horas.

10. El nuevo producto de cuaternización representa una masa blanda, marrón-amarillenta, que se disuelve casi claramente en agua caliente.

Ejemplo 10 -

15. 195 partes (0,5 moles) de hexametilolmelamina-hexametiléter se calientan junto con 136,5 partes (0,4 moles) de ácido behénico y 135 partes (0,5 moles) de alcohol estearílico en el plazo de 6 horas bajo evacuación lenta a 30 mm Hg a 180° y a continuación se deja aún durante 2 horas a esta temperatura.

20. Después de este período de tiempo prácticamente ya no se destila ningún metanol y el producto ha alcanzado un índice de acidez de 3,5.

25. Después de enfriar a unos 130° se vierte una mezcla de 74,5 partes (0,5 moles) de trietanolamina y 24 partes (0,4 moles) de ácido acético. Después se aumenta la temperatura de la mezcla de reacción en el plazo de 3 horas a 152° recogiendo el alcohol metílico que se separa por destilación. Después de este período de tiempo, el producto de reacción se disuelve casi claramente en ácido acético 2N caliente y muestra un índice de acidez de 21,6.

30.

28001

346535 -16-

97,5 partes (0,1 moles) del producto de condensación así obtenido se disuelven en 16 partes de metanol y a 64-65° se cuaterniza con 8,82 partes (0,07 moles) de sulfato dimetilico.

5. Se obtiene el producto de cuaternización como una masa marrón que en agua se dispersa opalescentemente hasta ligeramente turbio.

10. En los ejemplos anteriores se entenderá bajo formiato, acetato, estearato y behenato de trietanolamina las sales de trietanolamina con ácido fórmico, acético, esteárico y behénico.

15. Sustituyendo en estos ejemplos el hexametilol y melamina hexametiléter por una cantidad equivalente de hexametilolmelaminahexaetil-, -propil- ó -butiléter se obtienen productos con propiedades similares como las de los obtenidos en forma correspondiente del hexametiléter.

20. Si se substituye, en los antedichos ejemplos números 3, 4, 5, 7, 8, 9 y 10 el acetato de trietanolamina por la cantidad equivalente de propionato de trietanolamina, se obtienen productos de propiedades similares.

N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento
30. corresponde a una Solicitud de Patente presentada en

346535

-17-

28 OCT



- Suiza nº 15728/66 de 31 de octubre de 1.966 acogién-
dose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los
Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que cons-
tituye la esencia del referido invento y por lo que se
solicita Patente de Invención por 20 años en España:
5. "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE
MELAMINA"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª - Procedimiento para la preparación de
derivados de melamina, endurecibles, solubles o dis-
persables en agua, que contienen restos de ácido mono-
carboxílico con 1 hasta 30 átomos de carbono, restos
alcoxi con 12 hasta 30 átomos de carbono y átomos de
nitrógeno cuaternarios, caracterizado porque en una
primera etapa, un mol de hexametilolmelamina, amplia-
mente eterada con un alcohol de bajo peso molecular,
se hace reaccionar simultáneamente o en secuencia arbi-
traria, con uno o varios ácidos monocarboxílicos orgá-
nicos de 1 hasta 30 átomos de carbono, con 0,5 hasta
1,2 moles de una amina terciaria, que, por lo menos,
contenga un radical hidroxialquilo de 2 a 4 átomos de
carbono, y con 0,5 hasta 2,5 moles de un alcohol graso
o de una mezcla de alcoholes grasos que contengan 12
hasta 30 átomos de carbono, empleándose, por lo menos,
un 80% de la amina terciaria como sal del ácido ó áci-
dos monocarboxílicos y siendo la cantidad total del
ácido o ácidos monocarboxílicos empleados del orden
de 0,4 hasta 2,5 moles, proporcionándose la parte en
ácidos monocarboxílicos con 12 a 30 átomos de carbono,
de manera que la suma del alcohol graso y el ácido
monocarboxílico ascienda como mínimo a un mol y como
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

346535

-18-



máximo a 2,5 moles, y en una segunda y última etapa el producto de reacción resultante se trata con un agente de cuaternización.

5. 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la reacción con el ácido monocarboxílico, la amina terciaria y el alcohol graso se realiza simultáneamente.
10. 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque primeramente se hace reaccionar con el ácido monocarboxílico y la amina terciaria, y ulteriormente con el alcohol graso.
15. 4ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque primero se hace reaccionar con el ácido ó ácidos monocarboxílicos libres y a continuación con una sal del ácido ó ácidos monocarboxílicos y la amina terciaria.
20. 5ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la amina terciaria contiene 3 radicales hidroxialquilo, cada uno con 2 a 4 átomos de carbono.
25. 6ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque como amina terciaria se emplea la trietanolamina.
- 7ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque por mol de amina terciaria se emplean 0,8 hasta 1,5 moles de ácido monocarboxílico orgánico.
30. 8ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque por mol de derivado de melamina se emplean 1,0 hasta 2,2 moles de alcohol graso.

346535



-19-

9ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque se emplea una mezcla de un ácido monocarboxílico de bajo peso molecular y de un ácido monocarboxílico de elevado peso molecular.

5. 10ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque como ácido monocarboxílico se emplea el ácido behénico.

10. 11ª - Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque como alcohol graso se emplea el alcohol estearílico.

12ª - Procedimiento para la preparación de derivados de melamina, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

28 OCT. 1967

Madrid,

SANDOZ, A.G.,

GOMEZ ACEBO Y MODEI
p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz