



374568

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C-07</u>
SUBCLASE <u>C</u>

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES APTAS PARA EL TRATAMIENTO DE LOS GENEROS TEXTILES", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a procedimientos para preparar composiciones aptas para el tratamiento de los géneros textiles.

5. La N,N'-bis-(hidroximetil)-urona, conocida también como 3,4-dimetiloltetrahydro-oxadiazin-4-ona, se suele preparar por reacción de urea con cuatro proporciones molares, a lo menos, de formaldehído acuoso (formalina), en condiciones alcalinas. El producto impuro puede utilizarse para impartir a los géneros textiles acabados "wash-wear" y
10. tiene la ventaja sobre las alquilenureas N,N'-bis-(hidroxi-

374568



- metil)-cíclicas, que también se usan para esta finalidad, de ser considerablemente menos caro. Sin embargo, no es enteramente apto a causa de sus propiedades de retener el cloro. Como se sabe, si un género textil se trata con una
5. substancia que contiene átomos libres de amido hidrógeno y luego con un blanqueador que contenga cloro, como el hipoclorito, se forman compuestos N-clorados y éstos pueden descomponerse al calentar intensamente el género textil, por ejemplo al plancharlo, desprendiendo cloruro de hidrógeno, el cual ataca el género. La reacción con que se forma
10. na N,N'-bis-(hidroximetil)-urona no llega a completarse, y el rendimiento de la urona raramente excede del 80% se cree que se forma una cantidad considerable de ureas no ciclizadas N-hidroximetiladas, en particular dimetilolurca, y precisamente estas ureas no ciclizadas, al paso que imparten un acabado de "wash-wear", tienen asimismo propiedades retentoras del cloro. Con frecuencia, para favorecer la
15. formación de la urona, se utilizan más de cuatro proporciones molares de formaldehído. El producto es entonces de manejo ingrato a causa de la gran cantidad de formaldehído que contiene, por lo que a veces se le somete a una reacción ulterior con urea; pero esto aumenta todavía la proporción de N-hidroximetil-urea no ciclizada.
20. Dado que es difícil eliminar de la N,N'-bis-(hidroximetil)-urona bruta la urea hidroximetilada no ciclizada, se ha usado el producto metilado, o sea la N,N'-bis-(metoximetil)-urona, porque se le puede separar de la urea metoximetilada y no ciclizada por destilación fraccionada bajo presión reducida. Este método es dispendioso, por
25. cuanto se desechan las fracciones de urea metilada y no ciclizada, y otra objeción sería es que la N,N'-bis-(metoximetil)-urona cura únicamente en condiciones tan severas que el
- 30.

374568



género textil se debilita y decolora.

- Estas dificultades pueden superarse en extensión considerable con el uso de composiciones preparadas por reacción con glioxal de la N,N'-bis-(hidroximetil)-urona. En
5. tales composiciones, los productos secundarios, o sea las ureas metiloladas y no ciclizadas, están convertidas en sustancias que son también útiles para el acabado de "wash-wear", pero que tienen menor tendencia a causar daños con retención de cloro. Sin embargo, cuando se utiliza un exceso de
10. formaldehído para promover la formación de la urona, el producto resulta, como ya se ha dicho, ingrato para el manejo.

- Este invento proporciona en consecuencia un procedimiento para preparar composiciones aptas para el tratamiento de los géneros textiles, el cual comprende someter
15. una mezcla que contiene N,N'-bis-(hidroximetil)-urona, un derivado de urea N-hidroximetílico y formaldehído, por cualquier orden de sucesión, a:

- (a) reacción con glioxal,
- (b) eliminación de parte, a lo menos, del formaldehído por destilación o por reacción con urea, con
20. una alquilenurea cíclica o con un éster de carbamato.

- También se proporciona un método para tratar los géneros textiles, el cual comprende impregnar un género
25. textil con una composición preparada según este invento y curar dicha composición.

- La mezcla de derivado de urea N-hidroximetílico y N,N'-bis-(hidroximetil)-urona se obtiene convenientemente por reacción en solución acuosa de urea con un máximo de 10,
30. y en especial un máximo de 7,5, proporciones molares de formaldehído, a pH de 9 a 14 y a temperatura de 25°C a 110°C, y especialmente de 50°C a 100°C. La urea se trata

374568



374568

con formaldehido por 30 minutos a 24 horas o más (la duración del tratamiento depende de la temperatura empleada), se enfría si es necesario y se neutraliza. De preferencia, la mezcla utilizada contiene, a base molar, más N,N'-bis-

5. -(hidroximetil)-urona que urea no ciclizada N-hidroximetilada, especialmente una en la que el 60% en peso, a lo menos, de los productos de reacción de urea-formaldehido es N,N'-bis-(hidroximetil)-urona.

10. Como se ha indicado antes, el rendimiento de N,N'-bis-(hidroximetil)-urona raramente excede del 80% del valor teórico: así, alrededor del 20% o aún más de la urea utilizada puede ser convertida en ureas no ciclizadas metiloladas. Por lo general, se añaden de 0,2 a 0,9, y en especial de 0,2 a 0,5, moles de glioxal por mol de urea utilizada. El tratamiento con glioxal se efectúa preferentemente a temperatura entre 0°C y 90°C, y en especial de 50°C a 80°C, por 1 a 24 horas, y en general por 2 a 12 horas, y con pH de 3 a 9, especialmente de 4,5 a 6 o 7,5.

20. La eliminación del exceso de formaldehido puede efectuarse antes o después de la reacción con el glioxal. El formaldehido puede eliminarse simplemente por calentamiento, bajo presión reducida si se desea; pero de preferencia se convierte in situ, por reacción con urea, una alquilenurea cíclica o un éter de carbamato, en un derivado N-metilólico de urea, de dicha alquilenurea cíclica o de dicho carbamato. Ejemplos de ureas cíclicas apropiadas son la etilenurea (imidazolidin-2-ona), la dihidroxietilenurea (4,5-dihidroxiimidazolidin-2-ona), la hidantoina, la 1,2-propilenurea (4-metilimidazolidin-2-ona), la 1,3-propilenurea (hexahidro-2H-pirimid-2-ona), la hidroxipropilenurea (5-hidroxihexahidro-2H-pirimid-2-ona), la dimetilpropilenurea (5,5-dimetilhexahidro-2H-pirimid-2-ona) y la

30.

374568



- dimetilhidroxipropilenurea o dimetilmetoxipropileunurea (4-hidroxi- o 4-metoxi-5,5-dimetilhexahidro-2H-pirimid-2-ona). Los carbamatos apropiados incluyen el carbamato de metilo, el carbamato de etilo, el carbamato de isopropilo, el carbamato de 2-hidroxietilo y el carbamato de 2-metoxietilo, lo mismo que los carbamatos de 2-hidroxi-n-propilo y 3-hidroxi-n-propilo y el dicarbamato de etilenglicol. De ordinario se utiliza urea, urea cíclica o carbamato suficiente para proporcionar 1 equivalente de amido-hidrógeno por 0,75 a 1,25 moles de formaldehído libre, y la reacción se efectúa a temperatura de 0°C a 110°C, y especialmente de 35°C a 75°C, y con pH de 7 a 12. Con tal de que se utilice una proporción relativamente pequeña de urea, no aumenta materialmente la posibilidad de daño por retención de cloro del género textil tratado, verosimilmente a causa de que las sustancias obtenidas en el tratamiento con el glioxal reaccionan con la urea no ciclizada y metilolada, especialmente cuando se calienta el género textil tratado, para formar productos exentos de grupos -NH.
20. Las composiciones preparadas según este invento se diluyen de ordinario con agua, para formar el líquido del baño de impregnación, y, o bien se añade al líquido un catalizador de curado, o bien se aplica éste al género textil impregnado después de sacarlo del baño.
25. Los catalizadores que pueden usarse incluyen los ácidos orgánicos, los compuestos ácidos latentes, las sales metálicas o mezclas respectivas. Ácidos orgánicos apropiados son el ácido cítrico, el ácido maleico y el ácido tartárico. Las sales amónicas que son ácidos latentes, desarrolladores de acidez en la mezcla con el calentamiento, incluyen el cloruro de amonio, el dihidrofosfato amónico, el sulfato amónico y el tiocianato amónico. Pueden usarse también sales amónicas; por ejemplo, el clorhidrato de
- 30.

374568



2-amino-2-metilpropanol. Entre las sales metálicas apropiadas figuran el nitrato de zinc, el fluoroborato de zinc, el cloruro de zinc, el oxiclорuro de circonio, el cloruro de magnesio, el fluoroborato de magnesio o el dihidro-ortofosfato de magnesio. Un catalizador particularmente eficaz es una mezcla de cloruro de magnesio y ácido cítrico. Estos catalizadores son por lo general de la máxima eficacia cuando se los usa en concentraciones de 0,3% a 5%. Pueden usarse asimismo ácidos más fuertes, como el ácido clorhídrico o el sulfúrico, los cuales pueden utilizarse en forma de una solución acuosa (por ejemplo, soluciones 4 a 8 normales) o pueden disolverse en una mezcla de agua y un disolvente que sea inmisible o solo parcialmente miscible con el agua y también gases ácidos.

15. A la solución impregnante pueden añadirse agentes auxiliares del acabado, tales como ablandadores, abrillantadores ópticos y retardadores de la combustión y, si se desea, pueden incluirse otras resinas textiles, tales como productos de condensación de melamina-formaldehido (en especial la hexametilolmelamina o sus éteres metílicos).

20. Las composiciones pueden aplicarse ventajosamente no solo a los materiales textiles celulósicos de toda clase, con inclusión de filamentos, fibras, hilos, géneros tejidos, sin tejer y de punto y artículos hechos totalmente o en parte de celulosa natural o regenerada, sino también a géneros textiles hechos de materiales sintéticos, como poliamidas, poliésteres o poliacrilonitrilos. En el acabado de telas que contengan fibras celulósicas, son particularmente aptas para impartir efectos antiarrugantes, estabilidad dimensional, efectos durables de plegamiento y gofrado, tales como efectos de rizado, Schreiner o de tornasol y efectos de calandrado. Además, en muchos casos carecen de efecto per-

374568



- judicial sobre la fijez a de los colorantes a la luz. Asimismo se las puede usar para fijación s3lida al lavado de los acabados de almid3n, en las operaciones de estampaci3n y teñido para efectos de colorido s3lido al lavado y para
5. producir acabados r3gidos y s3lidos al lavado sobre las fibras de poliamida.

- Estas composiciones se aplican por rociadura, inmersi3n o fulardeo; el 3ltimo procedimiento es por lo general el m3s conveniente. El material impregnado se hace
10. pasar por rodillos exprimidores u otros dispositivos, con el fin de eliminar el exceso de la composici3n y proporcionar el grado deseado de absorci3n seg3n el g3nero textil y el efecto que se requiera. Para los g3neros de algod3n, la gama preferida en la cantidad aplicada del producto obtenido
15. por el procedimiento de este invento abarca el 5% aproximadamente a 40% aproximadamente, mientras que para el rayon es del 5% aproximadamente a 60% aproximadamente, calculado respecto al peso del g3nero textil completamente seco.

- La composici3n puede curarse despu3s de secar el g3nero textil impregnado o, alternativamente, en condiciones
20. de humedecimiento o mojadura, con calentamiento si es necesario, o con irradiaci3n. El g3nero textil impregnado y secado puede plisarse o percharse y/o modelarse en una prenda, antes de curar la composici3n; en las operaciones
25. de rizamiento, el curado puede efectuarse despu3s de haber formado los rizos o mientras se est3n formando. Una vez curada la composici3n, la tela o la prenda pueden lavarse para quitar el catalizador que no haya reaccionado.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento.

30. La expresi3n "contenido de materia no vol3til" denota, en la forma como aqu3 se usa, el porcentaje en peso del residuo que queda despu3s de calentamiento a 110°C, por

374568



90 minutos, de una muestra de 3 gramos de la composición.

A menos que se indique otra cosa, las partes y las proporciones se entienden en peso.

EJEMPLO I

5. Se preparó una mezcla de N,N'-bis-(hidroximetil)-  
-urona y urea N-metilolada, mezcla que a continuación se  
llamara "dimetilolurona A", procediendo así:

10. Se añadió urea (0,5 kg), con agitación, a 4 kg  
de solución acuosa de formaldehído al 37% (5,94 proporciones  
molarcs) y se calentó la mezcla mientras se le añadian  
137,2 cc de solución acuosa de hidróxido sódico al 20%.  
Se mantuvo la mezcla a 60°C y, al cabo de 15 minutos, se  
agregó una porción de 27,2 cc de solución acuosa de hidróxi-  
do sódico al 20%. En intervalos de 15 minutos se efectua-  
ron 6 adiciones más, cada una de 27,2 cc de solución acuo-  
sa de hidróxido sódico al 20%, y después de calentar la mez-  
cla por un total de 2 horas a 60°C se la enfrió y se la  
ajustó a pH 7 (azul de bromotimol) con unos 60 cc de ácido  
clorhídrico concentrado (34%). El rendimiento fue de  
4,95 kg. Este producto contenía alrededor de 10% de formal-  
dehído libre.

15.  
20.  
25. Se calentaron a 40°C durante una hora urea  
(25,9 g, 0,43 g-mol) y 1,4 cc de solución acuosa al 20% de  
hidróxido sódico con 270 g de dimetilolurona A (preparada  
a partir de 0,45 g-mol de urea) y luego se ajustó el pH de  
la mezcla a 7 por adición de unos 0,9 cc de ácido clorhí-  
drico concentrado. A continuación se agregó solución acuo-  
sa al 40% de glioxal (81,9 g 0,565 g-mol), se ajustó el  
pH a 5 con 0,7 cc aproximadamente de ácido clorhídrico  
concentrado y se calentó la mezcla a 60°C por 6 horas. Lue-  
go se ajustó el producto a pH 7 por adición de 0,5 cc de

30.



hidróxido sódico acuoso al 20% y se le enfrió hasta la temperatura ambiente.

EJEMPLO II

5. Se ajustó a pH 5 una mezcla de dimetilolurona A (325 g; preparada a partir de 0,55 g-mol de urea) y una solución acuosa al 40% de glioxal (23,9 g, 0,165 g-mol), por adición de unos 3 cc de ácido clorhídrico (al 10%), y se la calentó a 60°C por 4 horas. Luego se añadió etilenurea (43 g, 0,5 g-mol), se ajustó la mezcla a pH 8,5 por adición de 1,8 cc aproximadamente de hidróxido sódico acuoso al 20% y se la mantuvo a 60°C por 2 horas más. Se ajustó el producto a pH 7 por adición de 0,5 cc aproximadamente de ácido clorhídrico concentrado y luego se le enfrió.
- 10.

EJEMPLO III

15. Después de haberla ajustado a pH 5 por adición de ácido clorhídrico al 10%, se calentó a 60°C por 6 horas una mezcla de dimetilolurona A (325 g) y una solución acuosa al 40% de glioxal (23,9 g, 0,165 g-mol). A continuación se agregó propilenurea (57 g, 0,57 g-mol) y se ajustó el pH de la mezcla a 9 por adición de 1,8 cc aproximadamente de hidróxido sódico acuoso al 20%. Se mantuvo la mezcla a 60°C por una hora más, se ajustó el pH a 7 por adición de 0,3 cc de ácido clorhídrico concentrado y luego se la enfrió.
- 20.

25. EJEMPLO IV

30. Se ajustó a pH 8,5, por adición de 0,8 cc aproximadamente de hidróxido sódico acuoso al 20%, una mezcla de dimetilolurona A (800 g; preparada a partir de 1,36 moles de urea) y 73 g (0,85 g-mol) de etilenurea y luego se la calentó por 2 horas a 60°C. Se añadió glioxal en forma de una solución acuosa al 40% (59, g 0,408 g-mol), seguido por ácido clorhídrico concentrado suficiente (alrededor de 5 cc)

374568



para ajustar el pH a 5. Se mantuvo la mezcla a 60°C por cuatro horas más, se ajustó el pH a 7 por adición de 2,2 cc aproximadamente de hidróxido sódico acuoso al 20% y luego se la enfrió.

5. EJEMPLO V

Para destilar el formaldehído, se calentó a 95-105°C, bajo presión atmosférica, una muestra de "dimetilolurona A" preparada sin neutralización; el contenido de materia no volátil del residuo, "dimetilolurona B", fue del 85%.

10.

Este material (594 g; preparado a partir de 180 g, 3 g-mol, de urea) se calentó a 50°C, por 3 horas, con una solución acuosa al 40% de glioxal (133 g, 0,9 g-mol), mientras se mantenía el pH de la mezcla a 7 por adición de solución acuosa al 10% de hidróxido sódico.

15.

EJEMPLO VI

Se repitió el Ejemplo V utilizando 88 g (0,6 g-mol) de una solución acuosa al 40% de glioxal.

EJEMPLO VII

20.

Se fulardearon unas muestras de un poleín de algodón, blanqueado (108 g por metro cuadrado), con una solución acuosa que contenía 18 g/litro de hexahidrato de cloruro magnésico y los productos de los Ejemplos II y IV en la concentración indicada en la Tabla I, hasta que la absorción de solución acuosa fue del 70%. Las proporciones tomadas de los productos de este invento variaron según su contenido de materia no volátil (definida tal como se ha expuesto antes) para que las soluciones fueran de concentración comparable. Se secaron las muestras a 80°C por 10 minutos sobre bastidores hasta sus dimensiones originales y luego se curaron las composiciones por calentamiento a

25.  
30.

374568



- 160°C durante 3 minutos, es decir, en las condiciones normales para el tratamiento convencional antiarrugante; o, para simular las condiciones más severas que se usan en los procedimientos de cura diferida, por 8 minutos a 165°C. Con
5. fines de comparación, se trataron otras muestras de la misma manera con dimetilolurona A o con N,N'-dimetilol-1,3-propileneurea. Esta última sustancia imparte excelentes acabados de "wash-wear" y el daño que causa por retención de cloro es despreciable, pero resulta muy cara.
10. Se midieron por el método Monsanto, los ángulos de arrugamiento en seco de las muestras tratadas, empleando doce piezas (seis plegadas en el sentido de la urdimbre y seis plegadas en el sentido de la trama) en cada prueba. Las piezas se arrugaron bajo una carga de 2 kg por 3 minutos y se dejaron recuperar suspendidas sobre un alambre por
15. 3 minutos antes de medir los ángulos de arrugamiento. Los valores indicados en la Tabla son el promedio de los seis obtenidos añadiendo al valor de la muestra de urdimbre el correspondiente al de la muestra de trama y dividiendo por
20. dos. La resistencia al desgarramiento se determinó por el método de Almdndrof, según TAPPI, norma T414 n-49. Se utilizaron tres muestras, cada una de 63 mm x 63 mm, y la resistencia al desgarramiento se midió en el sentido de la urdimbre. Para medir la resistencia a la tracción, se siguió
25. el procedimiento expuesto en la norma ASTM D-1682: los valores indicados, que son el promedio de tres resultados, se midieron en el sentido de la urdimbre sobre muestras de 15 cm x 2,5 cm.
30. El perjuicio por la retención de cloruro se determinó según la norma 92-1967 de la A.A.T.C.C. (American Association of Textile Chemists and Colorists). Las columnas señaladas "A", "B" y "C" muestran, respectivamente, la resistencia a la tracción antes de la cloración, después de la cloración y después de cloración y socarrado.



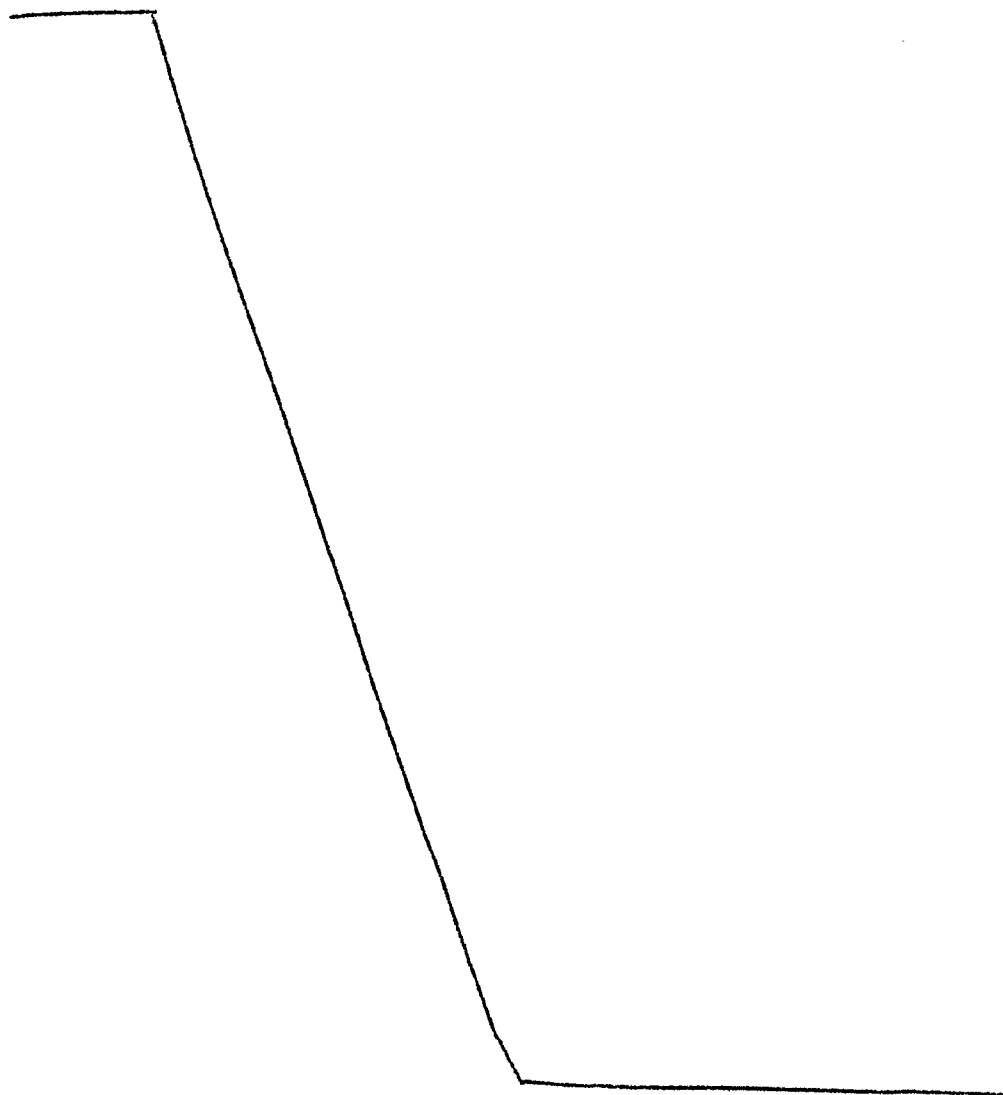
374568

374568



La tabla II muestra los resultados obtenidos del mismo modo con producto de los Ejemplos V y VI y también algunos datos comparativos. Las composiciones se curaron por calentamiento durante 3.1/2 minutos a 160°C o durante

5. 8 minutos a 170°C. "Catalizador I" significa que la solución impregnante contenía 18 g/litro de hexahidrato de cloruro de magnesio, igual que antes, mientras que "Catalizador II" indica que la solución impregnante contenía 9 g/litro de ácido cítrico y 9 g/litro de hexahidrato de cloruro de magnesio.
- 10.



**POOR  
QUALITY**



TABLA II

Reactivo	Contenido no volátil (%)	Concentración empleada (g/litro)	Propiedades después de curado por 8 minutos a 170°C										Catalizador
			3.1/2 minutos a 160°C					3 minutos a 170°C					
			Angulo de arrugamiento (°)	Resistencia al desgarro (g)	Resistencia a la tracción A (kg)	Resistencia a la tracción B (kg)	Resistencia a la tracción C (kg)	Angulo de arrugamiento (°)	Resistencia al desgarro (g)	Resistencia a la tracción A (kg)	Resistencia a la tracción B (kg)	Resistencia a la tracción C (kg)	
Dimetilolurona B	85	70,5	87	496	23,5	33,5	7	94	288	22,5	28	8,5	I
Dimetilol dihidroxi-etilenurea	50,0	120	92	336	25,5	21	11,8	99	224	19,2	17,8	18,2	II
Dimetilolurona A y dimetilol dihidroxi-etilenurea †	50,0	120	101	336	25	26,5	14,1	109	192	20	18,5	18	I
Producto del Ejemplo V	66,6	90	90	496	30,5	30,5	6,8	91	308	23,3	27,9	10,9	I
Producto del Ejemplo VI	75,0	80	95	336	26	26,8	16,1	97	256	21,3	20,8	21,3	II
			85	528	32,3	33,6	9,4	91	400	24,3	27,7	11,6	I
			95	336	26	23,7	16,2	97	240	18,8	21,3	20,3	II

† Mezcla 2:1 molar de dimetilolurona A y dimetilol dihidroxi-etilenurea

5972  
= 15 =

374568



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente británica nº 59726/68, depositada el 16.12.68 y completada el

5. 1.- Procedimiento para preparar composiciones aptas para el tratamiento de los géneros textiles, caracterizado por someterse una mezcla que contiene N,N'-bis-(hidroximetil)-urea, un derivado de urea N-hidroximetílico y formaldehído, por el orden de sucesión que se quiera, a:
10. a) reacción con gloxial y  
(b) eliminación de parte, a lo menos, del formaldehído por destilación o por reacción con urea, con una alquilenurea cíclica o con un éster de carbamato.
15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que dicha mezcla se obtiene por reacción, en solución acuosa, de urea con 10 proporciones molares, a lo sumo de formaldehído.
20. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que dicha mezcla se obtiene por reacción de urea con 7,5 proporciones molares, a lo sumo, de formaldehído.
- 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que dicha mezcla se obtiene por reacción de urea con formaldehído a pH de 9 a 14.
25. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado en que dicha mezcla se obtiene por tratamiento de la urea con formaldehído a temperatura de 25°C a 110°C.

374568



- 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado en que dicha mezcla se obtiene por calentamiento de urea con formaldehído a temperatura de 50°C a 100°C.
- 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado en que dicha mezcla contiene, a base molar, más N,N'-bis-(hidroximetil)-urona que urea no ciclizada N-hidroximetilada.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizada en que el 60% en peso, a lo menos, de los productos de reacción de urea-formaldehído en dicha mezcla está constituido por N,N'-bis-(hidroximetil)-urona.
- 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por usarse de 0,2 a 0,9 moles de glioxal por mol. de urea que se toma para formar la citada mezcla.
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por usarse de 0,2 a 0,5 moles de glioxal por mol de urea utilizada.
- 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por tratarse dicha mezcla con glioxal a temperatura de 0°C a 90°C.
- 12.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por calentarse juntamente dicha mezcla y el glioxal a temperatura de 50°C a 80°C.
- 13.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por tratarse dicha mezcla con el glioxal por 1 a 24 horas.
- 14.- Procedimiento según la reivindicación 13 caracterizado por tratarse dicha mezcla con el glioxal por 2 a 12 horas.



- 15.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por tratarse dicha mezcla con el glioxal a pH de 3 a 9.
- 16.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado por tratarse dicha mezcla con el glioxal a pH de 4,5 a 7,5.
- 17.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado por tratarse dicha mezcla con el glioxal a pH de 4,5 a 6.
10. 18.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por someterse dicha mezcla a reacción con urea, con una alquilenurea cíclica o con un éster de carbamato antes de la reacción con el glioxal.
15. 19.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por someterse dicha mezcla a reacción con el glioxal antes de la reacción con urea, con una alquilenurea cíclica o con un éster de carbamato.
20. 20.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado por tratarse dicha mezcla con urea, alquilenurea cíclica o éster de carbamato suficientes para proporcionar 1 equivalente de amido-hidrógeno por 0,75 a 1,25 moles de formaldehído libre en dicha mezcla.
25. 21.- Procedimiento según la reivindicación 19, caracterizado por tratarse el producto de la reacción de dicha mezcla y el glioxal con urea, alquilenurea cíclica o carbamato suficientes para proporcionar 1 equivalente de amido-hidrógeno por 0,75 a 1,25 moles de formaldehído libre en dicho producto de reacción.
30. 22.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 18 a 21, caracterizado por efectuarse el tratamiento a temperatura de 0°C a 110°C.



374568

23.- Procedimiento según la reivindicación 22, caracterizado por efectuarse el tratamiento a temperatura entre 35°C y 75°C.

24.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 18 a 23, caracterizado por efectuarse el tratamiento a pH de 7 a 12.

25.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por separarse por destilación parte, a lo menos, del formaldehído.

10. 26.- Procedimiento para preparar composiciones aptas para el tratamiento de los géneros textiles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 18 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 15 de Diciembre de 1969

p.a.

JAIME ISERN

Firmado: JOSE RODRIGUEZ

mpc.