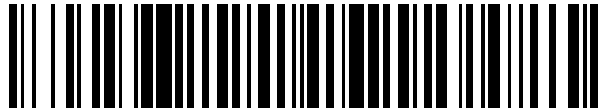


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 156**

51 Int. Cl.:

**D06L 4/15**

(2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.04.2015 PCT/EP2015/058147**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.10.2015 WO15162042**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2015 E 15717470 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019 EP 3143193**

54 Título: **Procedimiento para el aclarado de tejidos teñidos**

30 Prioridad:

**24.04.2014 DE 102014207727**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**30.10.2019**

73 Titular/es:

**CHT R. BEITLICH GMBH (100.0%)  
Bismarckstrasse 102  
72072 Tübingen, DE**

72 Inventor/es:

**GRUBER, MARTIN;  
APLAS, THOMAS y  
LUTZ, HARALD**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 729 156 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el aclarado de tejidos teñidos.

El objetivo de la invención es un procedimiento para aclarar tejidos teñidos.

5 Durante varios años, ha habido una tendencia continua y de moda hacia los efectos de lavado y de aspecto usado. Esto conduce a una creciente demanda de tejidos teñidos hechos de fibras de celulosa, en particular artículos de denim teñidos con índigo u otros tintes, que en etapas de procesamiento adicionales se aclaran o blanquean totalmente o en determinados lugares mediante procesos de lavado reforzados mecánicamente (lavado a la piedra), a menudo en combinación con tratamientos químicos.

10 La tela de Jean clásica, o también denim, es un tejido de hilado teñido en anillo y en su mayoría trama sin teñir. El teñido en anillo del tejido de hilado es la razón de los signos típicos de desgaste que dan a los jeans su aspecto individual en el curso de sus vidas. La única adherencia superficial al colorante del hilo (generalmente índigo solo o en combinación con negro de azufre) se elimina gradualmente mediante abrasión mecánica durante el lavado y el uso y el núcleo de fibra blanca emerge cada vez más. Especialmente en las zonas expuestas como crestas de costura y pliegues de desgaste este es cada vez más el caso

15 Dado que existe una gran necesidad por parte del consumidor de comprar prendas con aspecto desgastado como nuevas, la disposición del llamado aspecto vintage o usado es ahora uno de los efectos de moda comercialmente más importante en el sector del ocio.

20 Para este propósito, los artículos hechos de telas teñidas en anillo se someten a lavado abrasivo con enzimas y/o piedras pómez, que producen abrasión en todas partes sobre el artículo en el tambor de lavado. Este tratamiento a menudo se realiza en combinación con un segundo baño que contiene un blanqueador para aclarar aún más el color y realzar los contrastes claros y oscuros. Además, sin embargo, el aclarado local y específico de los artículos en las áreas expuestas correspondientes se utiliza como un medio esencial para dar a los jeans un aspecto realmente auténtico. Para este propósito, la superficie del denim se limita localmente en primer lugar, por ejemplo, en los muslos y las nalgas, y se raspa mecánicamente mediante lijado manual. Posteriormente, se rocía en estos puntos con una solución blanqueadora que destruye el tinte más o menos, según la intensidad deseada del efecto de blanqueamiento. Esto crea una impresión engañosamente genuina de signos de uso o desgaste en un artículo nuevo de denim.

30 En general, es habitual llevar a cabo el tratamiento para aclarar la superficie de tejidos teñidos en un baño acuoso en un licor prolongado con hipocloritos, por ejemplo, hipoclorito de sodio. Con el blanqueador de cloro, se encuentra disponible un agente blanqueador fácil de usar, económico y eficiente, con los que pueden decolorarse oxidativamente una gran cantidad de tintes, entre otros tintes índigo o indigoides. Sin embargo, este procedimiento tiene la desventaja de que se generan grandes cantidades de aguas residuales contaminadas con AOX (halógenos adsorbibles ligados orgánicamente), que a menudo tienen que tratarse posteriormente para cumplir con los valores límite prescritos oficialmente. El cloro es muy tóxico para los organismos acuáticos. Por lo tanto, el uso de químicos a base de cloro en organizaciones ambientales y de consumidores es muy criticado. En principio, el uso de hipocloritos también es posible para el aclarado local, por ejemplo, mediante aspersion. Sin embargo, en la práctica, este método generalmente no se usa debido a los fuertes efectos de corrosión y ataque químico, así como a la poca capacidad de control del efecto de blanqueo.

40 Para el blanqueo parcial de artículos de denim en el proceso de rociado, el uso de permanganato de potasio es el estado del arte. Sin embargo, mientras tanto, también aquí han surgido graves desventajas. Por ejemplo, el permanganato de potasio exhibe una alta toxicidad para los organismos acuáticos y su uso masivo conduce a altos niveles de metales pesados en las aguas residuales. Según la Ordenanza de prohibición química (ChemVerV), la liberación de permanganato de potasio en Alemania requiere una prueba de uso para evitar el uso indebido en la producción de explosivos o drogas. Existen restricciones similares en muchos otros países, lo que dificulta la compra de permanganato de potasio y dificulta el almacenamiento. Además, también en el tratamiento de rociado, es necesario un paso de proceso adicional para eliminar el dióxido de manganeso resultante.

Como alternativas para el hipoclorito y el permanganato de potasio, se han propuesto diversos enfoques, los que también tienen serias desventajas y no podrían prevalecer en la práctica.

50 Así, entre otros, los tintes de tanque, especialmente el índigo, se convierten en la forma leuco soluble mediante agentes reductores, se eliminan de la fibra y el tejido se aclara. Para este propósito se conoce, entre otros, el uso de azúcares como la glucosa, como se describe en el documento EP 0 654 557 A. Sin embargo, estos procesos tienen la desventaja de que es necesario trabajar a altas temperaturas (> 80°C) y alta alcalinidad (pH > 11). Además, se acumulan grandes cantidades de aguas residuales, que también tienen una mayor demanda biológica y química de oxígeno debido a la alta carga orgánica. Este problema también ocurre de manera análoga cuando se usan otros agentes reductores, como los compuestos ceto, por ejemplo, hidroxiacetona. Además, los procesos de reducción para producir efectos de blanqueo local son fundamentalmente inadecuados, ya que no es posible, como en un

tambor de lavado cerrado, crear un ambiente reductor general, y por lo tanto la forma leuco producida localmente es reoxidada rápidamente por el oxígeno atmosférico.

5 Además, se conoce el uso del ozono como agente oxidante para aclarar tejidos de algodón teñidos (documento EP 0 554 648 A), en el que este método tiene la desventaja de que el ozono es un gas muy tóxico y corrosivo. Como resultado, el manejo del ozono en los procedimientos técnicos de producción es difícil, ya que el ozono gaseoso producido que se administra en forma controlada a la unidad de tratamiento y el exceso de ozono debe eliminarse nuevamente. Los tratamientos locales por ejemplo de artículos de denim no son posibles de esta manera.

10 También se conoce el uso de peróxido de hidrógeno o ácido peracético en el aclarado de tejidos teñidos. Sin embargo, estas sustancias no sirven como agente de blanqueo primario sino, por ejemplo, para neutralizar un tejido de algodón que ya ha sido aclarado con permanganato de potasio o para eliminar el residuo formado de MnO<sub>2</sub> (compárese con el documento WO 92/13987 A).

El documento US 3.384.596 C describe el uso de ácidos peroxicarboxílicos tales como ácido monoperoxiftálico y ácido m-cloroperoxibenzoico en presencia de sales alcalinotérricas como agente blanqueador a pH alcalino.

15 El documento US 4.443.352 C propone el uso de ácido monoperoxiftálico y sus sales solubles en agua como un componente potenciador del blanqueo de una formulación de detergente en polvo. Como procedimiento se menciona el blanqueador de manchas en el lavado doméstico a pH alcalino. En el documento EP 0 027 693 A se reivindica un uso análogo de la sal de magnesio del ácido monoperoxiftálico.

20 El documento DE 34 00 950 A describe el uso de la sal de magnesio del ácido monoperoxiftálico en combinación con un bromuro alcalino y sulfonamidas en una formulación detergente también para el blanqueo de manchas en el lavado doméstico a pH alcalino.

25 El documento WO 95/25195 A propone el uso de una fuente de peróxido de hidrógeno en combinación con una sal de hierro a un pH fuertemente ácido para blanquear tejidos teñidos con índigo. Esta combinación ha sido conocida como reactivo de Fenton. El proceso es muy complejo y no es económicamente viable en la práctica, porque la sal de hierro se debe aplicar en una etapa de tratamiento aguas arriba y se debe eliminar en una etapa de tratamiento posterior utilizando grandes cantidades de agentes complejantes nuevamente. Para lograr buenos efectos, también es necesario un mayor tiempo de tratamiento a temperaturas de 70°C y más, lo que hace que este proceso sea muy intensivo en energía.

30 Esto también se aplica a una propuesta adicional para el aclarado de tejidos teñidos: el documento WO 95/20643 A propone el uso de peroxodisulfatos como fuente de oxígeno en combinación con un catalizador de metal de transición. Sin embargo, los peroxodisulfatos están sujetos a las mismas restricciones que el agente oxidante de acuerdo con ChemVerV, como el permanganato y, por lo tanto, no son adecuados como alternativa en este aspecto. Además, las soluciones de peroxodisulfato, así como las soluciones de Fenton, no son adecuadas para lograr efectos locales mediante la aplicación por aspersión o pincelado.

35 El documento EP 0 176 124 A2 (AT 44 763 E) se refiere al uso de una suspensión en agua que contiene como componente blanqueador un ácido peroxicarboxílico derivado de un ácido dicarboxílico que tiene 8 a 13 átomos de carbono como agente blanqueador vertible.

El documento DT 26 20 723 A1 se refiere a agentes de blanqueo o limpieza, en particular con una acción de blanqueo a bajas temperaturas.

40 El documento DT 26 12 587 A1 se refiere a preparaciones de blanqueo que comprenden un compuesto de peroxi alifático soluble en agua y un espesante.

El documento EP 0 160 342 A2 describe soluciones blanqueadoras líquidas que comprenden compuestos peroxi alifáticos como constituyentes sólidos, particulados, sustancialmente insolubles en agua.

45 También se conoce el aclarado de los tejidos teñidos en presencia de una enzima. Algunos ejemplos son el uso de enzima lacasa y una fuente de peróxido de hidrógeno como agente oxidante (documentos US 5,851,233 C, WO 96/12846 A). Estos métodos se utilizan en la práctica, pero tienen una serie de desventajas. Por ejemplo, solo el contenido de índigo se blanquea en los artículos de denim, pero no el negro de azufre que se usa con frecuencia. Para lograr un aclarado fuerte, se necesitan varios baños de tratamiento, lo que también hace que este proceso sea muy costoso. Además, este tratamiento debe llevarse a cabo en un licor prolongado y no es posible un aclarado parcial, por ejemplo, mediante aspersión.

50 Actualmente no existe un método alternativo de uso de permanganato de potasio para el tratamiento de blanqueo local de artículos de denim, que encuentre una aplicación en la práctica.

El objetivo de la presente invención es, por lo tanto, proporcionar un método para blanquear tejidos teñidos, que por un lado permita aclarar el tejido de forma plana o uniforme en el tono deseado, pero por otro lado también limite localmente la intensidad libremente seleccionable para blanquear, por ejemplo, mediante aspersión o aplicación con

píncel. El método debe permitir resultados comparables en su efecto aclarante a los que utilizan los agentes de blanqueo a base de cloro o permanganato de potasio, y al tiempo reducir significativamente las posibles desventajas y riesgos para el medio ambiente. En particular, no se deben usar productos químicos peligrosos para el medio ambiente y se debe excluir la entrada de AOX o metales pesados en las aguas residuales.

- 5 Sorprendentemente, se ha encontrado que los ácidos peroxicarboxílicos orgánicos, en particular ciertos ácidos peroxicarboxílicos alifáticos o aromáticos alifáticos o lineales cíclicos o ácidos dicarboxílicos que contienen grupos laterales hidrófobos, preferentemente radicales alquilo que tienen al menos 5 átomos de carbono, particularmente preferentemente con 5 a 30 átomos de carbono y más preferentemente longitudes de cadena de 6 a 10 átomos de carbono, tienen un efecto blanqueador muy alto en los tejidos teñidos. En particular, los tintes índigo e indigoides se pueden blanquear en condiciones moderadas, de modo que se puede llevar a cabo un tratamiento local, por ejemplo mediante aspersión, de manera simple y práctica.

El término "hidrófobo" generalmente se refiere a la asociación de grupos o moléculas no polares de un ambiente acuoso. Esto caracteriza las sustancias que no se mezclan con el agua y usualmente adoptan "forma de perla" sobre las superficies.

- 15 Las sustancias no polares, como las grasas, ceras, alcoholes con radicales alquilo largos-es decir, *con la excepción* del metanol, el etanol y el propanol- los alcanos, los alquenos, etc. son hidrófobas. La disolución de sustancias hidrófobas en agua generalmente produce el llamado *efecto hidrófobo* y en algunas especies pequeñas e hidrófobas, como el metano o el xenón, incluso se forman estructuras de clatrato entrópicamente desfavorables. Por lo tanto, la solubilidad de estas sustancias en agua es generalmente baja.

- 20 Las sustancias hidrófobas son casi siempre lipófilas, es decir, se disuelven bien en grasa y aceite. Las superficies que tienen un ángulo de contacto mayor que 90° con respecto al agua también se conocen como hidrófobas. Los radicales hidrófobos en el contexto de la presente invención incluyen así, en particular, un radical contiguo de al menos 5 átomos de carbono, una cadena de carbono, que está preferentemente saturada con átomos de hidrógeno para formar un radical alquilo o un radical arilo.

- 25 Los agentes de blanqueo según la invención son ácidos peroxicarboxílicos aromáticos que consisten en uno o más anillos aromáticos fusionados, opcionalmente sustituidos con uno o más grupos de ácido peroxicarboxílico adicionales en cualquier posición. Estos ácidos peroxicarboxílicos aromáticos de la invención pueden sustituirse adicionalmente con al menos un grupo funcional seleccionado de grupos alquilo, arilo, carboxilato, sulfonato, haluro, nitro o hidroxilo en cualquier punto del sistema de anillo aromático. Los ejemplos preferentes son: ácido mono- o diperoxo-orto-, -meta o para-ftálico, ácido mono- o diperoxo-4-metil-o-ftálico, ácido mono- o diperoxo-1,8-naftalénico.

Los ácidos peroxicarboxílicos pueden usarse tanto en forma ácida como en forma de sales o también pueden generarse in situ mediante la adición de derivados de ácido carboxílico activados (por ejemplo, como anhídridos) y una fuente de peróxido de hidrógeno o de otro modo en el proceso. Las sales utilizadas son preferentemente sales de metales alcalinos o alcalinotérreos, por ejemplo, sales de Li, Na, K, Mg o Ca.

- 35 Se ha encontrado, particularmente sorprendentemente, que el tratamiento en condiciones de pH ácido puede llevarse a cabo de manera particularmente eficiente, aunque el experto en la técnica sabe que los ácidos peroxicarboxílicos, por ejemplo, ácido peracético, tienen la mayor eficiencia de blanqueo a un pH cercano al valor pKa, es decir, en un valor neutro a débilmente alcalino. En el contexto de la presente invención, los tejidos textiles se tratan en condiciones de pH ácido. Preferentemente, el pH de la solución está en el rango de pH 1 a pH 5, más preferentemente en el rango de pH 1,5 a pH 3,5.

- 40 Como aditivos adicionales se agregan al licor de aplicación espesantes naturales y sintéticos, sales como sulfatos alcalinos y alcalinotérreos, fosfatos y, si es necesario, tintes de marcado, por ejemplo, tintes, agentes humectantes, humidificantes como glicerol, urea o dispersantes u otros adyuvantes. El uso de tintes (marcadores) sirve para la mejor trazabilidad visual del curso de rociado. Esto es particularmente significativo en la práctica ya que el permanganato violeta colorea fuertemente la solución de rociado, mientras que la solución de rociado de acuerdo con la invención es básicamente incolora.

- 45 Los rangos de pH mencionados anteriormente se establecen automáticamente por los reactivos utilizados, pero también pueden ajustarse mediante otros aditivos. Para los fines de la presente invención, el pH de la solución se ajusta de manera particularmente preferente con ácidos minerales o ácidos orgánicos. Muy particularmente preferentes en este sentido son los ácidos de baja volatilidad, es decir, ácidos que tienen una presión de vapor <20 Pa a 20 °C, tales como ácido cítrico, ácido maleico, ácido láctico, ácido ftálico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico o sulfatos de hidrógeno.

- 50 Varios métodos para poner en contacto las sustancias coloreadas con el ácido peroxicarboxílico están disponibles para el experto en la materia en este campo. Particularmente preferentes en este sentido, las sustancias coloreadas se ponen en contacto con una solución que contiene todo o parte del ácido peroxicarboxílico o sus sales por medio de un proceso de aspersión, de inmersión o de golpe.

- Con la ayuda de la presente invención, una amplia variedad de tejidos o materiales textiles pueden ponerse en contacto con los ácidos peroxicarboxílicos. Particularmente preferentes en este sentido son las telas tejidas hechas de fibras de celulosa o fibras de celulosa en mezcla con fibras naturales o sintéticas, que se tiñen con una amplia variedad de tintes. Particularmente preferentes de acuerdo con la presente invención, estos colorantes se seleccionan de entre los grupos de colorantes de tanque, directos o de azufre.
- El procedimiento de la presente invención es particularmente adecuado para materiales textiles teñidos con índigo, tintes indigoides o negro de azufre, así como con combinaciones de estos tintes.
- También se describen tejidos blanqueados que pueden obtenerse mediante un método como se define anteriormente. Los jeans, como se define por estos tejidos blanqueados, son particularmente preferentes.
- El efecto de los licores según la invención en el tratamiento de blanqueo local se determinó en comparación directa con el permanganato de potasio del estado del arte. Todos los ácidos peroxicarboxílicos se usaron en una concentración que corresponde a aproximadamente tres veces la normalidad de una solución de permanganato de potasio al 2 % utilizada hoy en promedio.
- El efecto de blanqueo se determinó en dos productos de denim diferentes, cada uno con la determinación de los valores de Y según CIE con Datacolor International SF 600 Plus- CT, apertura de 30 mm LAV, medición de 4 veces, luz estándar de calibración D 65.
- Como resultado del blanqueo, según la invención, preferentemente se ha alcanzado > 40 % del efecto de blanqueo de una solución estándar de  $\text{KMnO}_4$ , particularmente preferentemente > 60 %, muy particularmente preferentemente > 80 %.
- Realizaciones a modo de ejemplo:
- Ejemplo de referencia 1:
- En dos productos de denim comercialmente disponibles (denim 1 = no lijado, tratamiento previo con raspado con papel de lija, denim 2 = lijado, tratamiento con lavado a la piedra) se marcó un área rectangular de  $120 \text{ cm}^2$  y se cubrió con una película adhesiva en los bordes contra las áreas adyacentes. Estas áreas se rociaron uniformemente con 2 g cada una de una solución acuosa de 20 g/l de permanganato de potasio (0,38 normal) y las muestras de tela se pesaron para controlar la cantidad aplicada. Después de un tiempo de reacción de 20 minutos a temperatura ambiente, las muestras de tejido se neutralizaron en una lavadora extractora junto con un tejido de denim sin tratar como lastre primero 10 minutos a  $50^\circ\text{C}$  y una relación de licor de 1: 8 con 4 g/l de bisulfito de sodio, luego se enjuagaron 3 veces frío en una proporción de licor de 1:10 y luego se secaron en una secadora. En cada una de las muestras así obtenidas se midió el valor de Y de acuerdo con CIE (Datacolor International SF 600 Plus-CT, apertura de 30 mm LAV, medición de 4 veces, calibración de luz estándar D 65) sobre y junto a la superficie tratada por aspersion y se determinó la diferencia en el grado de aclarado con  $\Delta Y$ .
- Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 19,2$  y para el denim 2 de  $\Delta Y = 35,0$ .
- Ejemplo comparativo 1:
- A partir del ácido monoperoxiglutarico (MPGS), se preparó una solución acuosa normal que contenía 15 % en peso de MPGS, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de espesante de xantano y se ajustó a pH 2,9 con ácido fosfórico. De esta solución, se aplicaron 2,0 g a ambos productos de denim estándar de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1. Después de un tiempo de contacto de 20 min a  $60^\circ\text{C}$ , la muestra de tejido se enjuagó de manera análoga al Ejemplo de referencia 1 sin neutralización 1 vez a  $40^\circ\text{C}$  y 1 vez en frío en una proporción de licor de 1:10 y luego se secó en una secadora. A partir de las muestras así obtenidas se midió el valor de Y según CIE en cada caso sobre y junto a la superficie tratada por aspersion de manera análoga como el Ejemplo de referencia 1, y se determinó la diferencia en el grado de aclarado con Y.
- Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 4,7$  y para el denim 2 de  $\Delta Y = 8,3$ .
- Ejemplo comparativo 2
- Se aplicó ácido monoperoximaleico (MPMS) como una solución acuosa 1 normal que contenía 13,8 % en peso de MPMS, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de espesante de xantano, en la misma cantidad a ambos productos estándar de denim de manera análoga al ejemplo comparativo 1, preparados y medidos de la misma manera.
- Se obtuvieron resultados para denim 1 de  $\Delta Y = 4,9$  y denim 2 de  $Y = 10,5$ .
- Ejemplo 1:
- Se aplicó hexahidrato de bis-monoperoxifalato de magnesio (MMPP) disponible comercialmente como solución acuosa 1 normal que contenía 25 % en peso de MMPP, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de

espesante de xantano, en la misma cantidad a ambos productos estándar de denim de manera análoga al ejemplo comparativo 1, preparados y medidos de la misma manera.

Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 18,7$  y los denim 2 de  $\Delta Y = 34,3$ .

Ejemplo 2:

- 5 Se aplicó ácido monoperoxiftálico (MPPS) como solución acuosa 1 normal que contenía 16,8 % en peso de MPPS, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de espesante de xantano, en la misma cantidad a ambos productos estándar de denim de manera análoga al ejemplo comparativo 1, preparados y medidos de la misma manera.

Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 18,1$  y para denim 2 de  $\Delta Y = 32,2$ .

10 Ejemplo 3:

De manera análoga a como en el Ejemplo 1, se aplicó ácido monoperoxi-cis-ciclohexano-1,2-dicarboxílico (MPDCS) como una solución acuosa 1 normal que contenía 17,5 % en peso de MPDCS, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de espesante de xantano, en la misma cantidad a ambos productos estándar de denim de manera análoga al ejemplo comparativo 1, preparados y medidos de la misma manera.

- 15 Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 12,4$  y para el denim 2 de  $\Delta Y = 24,5$ .

Ejemplo 4:

- 20 Análogamente al Ejemplo comparativo 1, la sal de Mg de ácido monoperoxi-4-metil-ftálico (MPMP) como una solución acuosa 1 normal, que contenía 18,4 % en peso de MPMP, 2,5 % en peso de sulfato de sodio, 0,4 % en peso de espesante de xantano así como 1 g/l de un tinte de marcado se aplicó en la misma cantidad en ambos productos estándar de denim. El tinte de marcado se eliminó en los pasos de enjuague subsiguientes y sólo sirvió para hacer más visibles el proceso de rociado y la uniformidad de la aplicación. La preparación y medición se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1.

Se obtuvieron resultados para el denim 1 de  $\Delta Y = 18,9$  y para el denim 2 de  $\Delta Y = 32,5$ .

Tabla 1: Aplicación por aspersión sobre denim 1 (no lijado, tratado con abrasivo)

	Valor de pH	Temperatura [°C]	Tiempo de exposición [min]	$\Delta$ CIE Y	Eficiencia relativa al $\text{KMnO}_4$
Sal de Mg del ácido monoperoxiftálico	2,8	60	20	18,7	93 %
Ácido monoperoxiftálico	2,8	60	20	18,1	90 5
Ácido monoperoximaleico	2,8	60	20	4,9	24 %
Ácido monoperoxi-cis-ciclohexano-1,2-dicarboxílico	2,8	60	20	12,4	61 %
Ácido monoperoxiglutarico	2,8	60	20	4,1	20 %
Sal de Mg del ácido monoperoxi-4-metilftálico	2,8	60	20	18,9	94 %
Referencia de permanganato de potasio	7,0	25	10	20,2	-

25

Ejemplo 5:

- 30 A partir del hexahidrato de bis-monoperoxifitalato de magnesio (MMPP) comercialmente disponible, se prepararon varias soluciones acuosas 1 normal que contenían 25 % en peso de MMPP, 2,5 % en peso de sulfato de sodio y 0,4 % en peso de espesante de xantano y se ajustaron a los valores de pH entre 5,5 y 2,5 con ácido fosfórico. De estas soluciones, se aplicaron 2,0 g al producto 2 de denim estándar de la misma manera que en el Ejemplo comparativo 1, se procesaron y se midieron de la misma manera.

## ES 2 729 156 T3

Los valores  $\Delta Y$  obtenidos se resumen en la Tabla 2.

Tabla 2: Aplicación por aspersión sobre denim 1 – Influencia del pH

	Valor de pH	Temperatura [°C]	Tiempo de exposición [min]	$\Delta$ CIE Y	Eficiencia relativa al $\text{KMnO}_4$
Sal de Mg del ácido monoperoxiftálico	5,5	60	20	10,4	30 %
	4,5	60	20	12,2	35 %
	3,5	60	20	24,5	70 %
	3,0	60	20	31,0	89 %
	2,5	60	20	34,1	97 %
Referencia de permanganato de potasio	7,0	25	10	35,0	-

Ejemplo de referencia 2:

- 5 El producto 2 de denim estándar se trató en una máquina lavadora centrífuga a una relación de licor de 1: 8 con un licor que contenía 15 ml/l de solución de hipoclorito de Na (120 g/l de cloro activo) durante 15 minutos a 50°C. Posteriormente, se enjuagó dos veces con agua blanda fría en una proporción de licor de 1:10 y finalmente se neutralizó en 2 pasos primero con 4 g/l de bisulfito de sodio y luego con 4 ml/l de peróxido de hidrógeno al 35 %
- 10 se determinó el valor Y de acuerdo con CIE (Datacolor International SF 600 Plus-CT, abertura de 30 mm LAV, medición de 4 veces, calibración de luz estándar D 65).

Esto resultó en un valor Y = 19,2

Ejemplo 6:

- 15 El producto 2 de denim estándar se trató durante 20 min a 60°C en una máquina lavadora centrífuga a una relación de licor de 1: 8 con un licor que contenía 20 g/L de magnesio bis-monoperoxiftalato hexahidrato (MMPP) ajustado con ácido cítrico a un valor de pH de 3,0. Posteriormente, se enjuagó dos veces con agua blanda a 40 °C con una relación de licor de 1:10. Después de secar en la secadora, se determinó el valor Y de acuerdo con CIE (Datacolor International SF 600 Plus-CT, abertura de 30 mm LAV, medición de 4 veces, calibración de luz estándar D 65).

Esto resultó en un valor Y = 17,8

20

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para aclarar telas textiles teñidas, **caracterizado porque** los tejidos se tratan en condiciones de pH ácido con una solución acuosa que contiene un ácido peroxicarboxílico orgánico aromático como el componente activo.
- 5 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** como ácido peroxicarboxílico se usa ácido carboxílico aromático que tiene uno o más grupos percarboxílicos, dado el caso sustituidos con otros grupos funcionales, por ejemplo, ácido monoperoxi-o-ftálico, ácido monoperoxi-m-ftálico, ácido monoperoxi-p-ftálico, ácido monoperoxi-4-metilftálico y/o ácido monoperoxi-1,8-naftálico.
- 10 3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** el aclarado se lleva a cabo a un valor de pH en el intervalo de pH 1 a pH 5, en particular de pH 1,5 a pH 3,5.
4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** los ácidos peroxicarboxílicos se usan directamente, en forma ácida o como sales, o mediante la adición de derivados de ácido carboxílico activados tales como anhídridos y una fuente de peróxido de hidrógeno.
- 15 5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el valor de pH de la solución se ajusta con ácidos minerales o ácidos orgánicos, en particular con ácidos de baja volatilidad que tienen una presión de vapor <20 Pa a 20°C, tales como ácido cítrico, ácido maleico, ácido láctico, ácido ftálico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico o sulfatos de hidrógeno.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** las telas teñidas se ponen en contacto con el ácido peroxicarboxílico o con una solución que contiene sus sales mediante un proceso de aspersión, inmersión o recubrimiento.
7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** se añaden espesantes, sales, tintes de marcado, agentes humectantes, humidificantes, dispersantes y/o otros adyuvantes como aditivos adicionales en los líquidos de aplicación.
- 25 8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** se usan telas textiles hechas de fibras de celulosa o fibras de celulosa mezcladas con fibras naturales o sintéticas, teñidas con tintes seleccionados de los grupos de tintes de tanque, tintes directos o tintes de azufre.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado porque** se usan telas textiles que se tiñen con índigo, tintes indigoides o negro de azufre, así como con combinaciones de estos tintes.