



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	A1
	21	- 452.324	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		11.10.76	

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	633.239		19.11.75		EE.UU.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			D06P		

54	TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA TEÑIR FIBRAS TEXTILES DE ALGODON O DE CELULOSA REGENERADA"	

71	SOLICITANTE (S)
OLIN CORPORATION	(USSN 633.239)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
275 Wichester Avenue, New Haven, Connecticut 06504, Estados Unidos de América.

72	INVENTOR (ES)
Richard Lyman Doerr	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ	(P.- 64.067)

BAD ORIGINAL

IFG

1 El presente invento se refiere a la técnica de
teñir tejidos con tintes de tina o al azufre. Más parti-
cularmente, el invento se refiere a nuevas composiciones
y al empleo de estas composiciones en un procedimiento
5 mejorado para oxidar tintes de tina o al azufre que es-
tén presentes en forma reducida sobre una tela o tejido
con el fin de desarrollar y mejorar las características
y solidez del color y retardar la corrosión de tipo cra-
teriforme de los aparatos empleados en las operaciones
10 de fijación. Más particularmente, el invento implica una
nueva composición que comprende una solución acuosa que
contiene: (a) una sal bromato o yodato soluble en agua;
(b) una sal vanadato soluble en agua; y (c) un nitrato
soluble en agua e implica el empleo de la composición en
15 el procedimiento de oxidación.

Es una práctica convencional aplicar un tinte
de tina o al azufre a una tela y a continuación poner en
contacto el tinte en su forma reducida o leuco con un a-
gente oxidante adecuado para fijar el mismo sobre la te-
20 la. Se han empleado o sugerido un número de agentes oxi-
dantes en la técnica de teñido para oxidar y por lo tan-
to fijar los tintes de tina o al azufre. De los oxidan-
tes analizados a continuación, solamente el cromo y áci-
do han sido empleados ampliamente a escala comercial. El
25 agente oxidante tradicional para los tintes de tina y al
azufre es una mezcla de dicromato de sodio y ácido acéti-
co, denominada generalmente "cromo y ácido". La desventa-
ja principal de emplear cromo y ácido es que produce con-
taminación de metales pesados en las corrientes del e-
30 fluyente. Debido al creciente control gubernamental sobre

1 dichos efluentes, los usuarios se ven forzados a limpiar
dichas corrientes de efluentes o a interrumpir completa-
mente el empleo de cromo y ácido. Como resultado, el di-
cromato de sodio pierde rápidamente su posición de prefe-
5 rencia en la industria del teñido.

Aunque el tratamiento con cromo y ácido impar-
te generalmente características excelentes de color y so-
lidez de color a los tejidos en los que se emplea, tiene
ciertas desventajas además del problema de contaminación
antes citado. Los tejidos tratados con cromo y ácido ge-
neralmente no son fácilmente rehumectables y esto necesi-
ta el empleo de agentes humectantes en operaciones de ac-
10 bado subsiguientes. También el cromo residual es difícil
de eliminar de los tejidos requiriéndose por lo tanto un
tratamiento de enjabonado antes de que se complete el pro-
ceso. Para encontrar agentes adecuados que sustituyan cro-
mo y ácido, la industria del teñido ha vuelto a los oxi-
dantes que contienen halógenos. Por ejemplo, la patente
de EE.UU. nº 2.382.188 de Vicent y otros, describe y rei-
20 vindica el empleo de clorito de sodio como oxidante para
los tintes de tina o al azufre. Sin embargo, el clorito
de sodio no ha conseguido aceptación comercial principal-
mente debido a que se ha demostrado que el clorito de so-
dio no oxida o fija algunos de los tintes de tina o mu-
25 chos tintes al azufre en un grado comercialmente acepta-
ble.

La patente de EE.UU. 3.716.325 enseña el empleo
de una solución acuosa de bromito de sodio como oxidante
para los tintes al azufre. El bromito de sodio ha encon-
30 trado mucha mayor aceptación que el clorito de sodio de-

1 bido al hecho de que es sustancialmente más eficaz para
fijar tintes de tina y al azufre que el clorito de so-
dio. Sin embargo, el bromito de sodio reacciona con la
celulosa originando un consumo indeseado de oxidante.

5 También, el bromito de sodio puede emplearse
sólo en condiciones alcalinas que tiende a hacer deste-
ñir los tintes.

10 La patente de EE.UU. 3.715.047 describe que
es adecuado como oxidante para los tintes al azufre una
solución acuosa ácida de yodato de sodio o potasio. Sin
embargo, ni los yodatos ni los bromatos son eficaces pa-
ra oxidar todos los tintes de tina o al azufre y esto es
una seria desventaja en una operación de teñido comer-
cial. El otro único empleo conocido de los bromatos o
15 yodatos fue descrito en la patente británica 657.273 que
se refiere a un método de estampar pasta con ésteres de
ácido sulfúrico de tintes de tina leuco por el método de
desarrollo de vapor. Una pasta que contiene el éster del
ácido sulfúrico de un tinte de tina leuco, un disgrega-
20 dor ácido, un bromato, un vanadato y otros varios ingre-
dientes se aplicó primero a una tela. Después de la apli-
cación, la tela se trató con vapor con el fin de liberar
el ácido del éster y liberar el tinte de tina leuco. Cuan-
do se liberó el tinte de tina leuco, se oxidó por el va-
25 por y los oxidantes presentes en la pasta. Esta patente
enseña el estampado con pasta en lugar de una oxidación
con una solución oxidante acuosa y sólo por esta razón
es un procedimiento comercialmente inaceptable.

30 Se describe en la solicitud de patente de EE.
UU. de continuación en parte pendiente N° 468.703, pre-

1 sentada el 10 de Mayo de 1.974, por el inventor de la pre-
sente, que la eficacia de los bromatos y yodatos se mejo-
ra sustancialmente empleando una sal vanadato junto con
bromatos o yodatos en una solución oxidante acuosa. Ac-
5 tualmente se ha descubierto que la corrosión de los apa-
ratos de las operaciones de fijación puede retardarse
sustancialmente por la inclusión de una sal nitrato en
la solución oxidante acuosa. De acuerdo con este descu-
brimiento se proporciona una mejora en el procedimiento
10 para oxidar tintes de tina o al azufre presentes en for-
ma reducida sobre fibras textiles de algodón o de celulo-
sa regenerada por el nuevo procedimiento y con la nueva
composición del presente invento.

De acuerdo con las etapas seguidas generalmente
15 cuando se tinte con un tinte de tina o el azufre, se apli-
ca un tinte deseado de tinte a una tela adecuada. El tin-
te puede tratarse previamente con un agente reductor an-
tes de la aplicación a la tela o después de la aplicación
pero antes de la etapa de oxidación. Esta etapa de reduc-
20 ción puede realizarse por cualquiera de los medios cono-
cidos, por ejemplo, pasando el tejido teñido a través de
una solución acuosa de un agente reductor apropiado tal
como hidrosulfito de sodio o sulfuro de sodio. El propó-
sito de la etapa de reducción es convertir el tinte a su
25 forma reducida o leuco y por lo tanto solubilizar comple-
tamente el tinte con el fin de hacer máxima la penetra-
ción en el tejido.

Después de la reducción, el tejido se somete
generalmente a uno o más lavados con agua para eliminar
30 el tinte en exceso y el agente reductor sin reaccionar.

1 La tela se somete luego a una etapa de oxidación seguida
por varios lavados adicionales, secado y otras etapas de
acabado deseables.

5 El presente invento se dirige a una mejora en
la etapa de oxidación del procedimiento antes descrito
de modo general. El fin de la etapa de oxidación es al
menos doble. Primero, la oxidación desarrolla el color
del tinte puesto que el color del tinte reducido es por
lo general sustancialmente diferente del color del tinte
10 oxidado. Segundo, se requiere la oxidación completa con
el fin de hacer máxima la solidez al lavado de la tela
teñida. La eficacia del oxidante en la etapa de oxidación
es crítica en el procedimiento de teñido puesto que el
color final de la tela dependerá de la mayor parte del
15 grado de oxidación. Empleando un oxidante adecuado, se evitan ajustes costosos de color.

En el presente procedimiento, como en la técnica anterior, se emplea una solución acuosa de un agente oxidante como baño oxidante y la tela teñida, con el tinte en forma reducida sobre ella, se pasa a su través o de otro modo se pone en contacto con la solución acuosa del agente oxidante. Sin embargo, de acuerdo con el presente invento, la solución acuosa del agente oxidante contiene un oxidante de bromato o yodato así como una sal vanadato que funciona como catalizador en la oxidación y un nitrato que actúa como un inhibidor de la corrosión.

25 En las composiciones del presente invento, el oxidante es una sal bromato o yodato soluble en agua y los otros dos componentes esenciales son una sal vanadato soluble en agua y una sal nitrato soluble en agua. Como
30

1 se emplean en esta memoria, las expresiones "soluble en
agua" y "sales solubles en agua" se refieren tanto a sa-
les inorgánicas como a sales orgánicas que son solubles,
5 en soluciones oxidantes acuosas e incluyen sales de me-
tales alcalinotérreos, sales de metales alcalinos, sales
de amonio, y sus equivalentes, así como sales orgánicas
tal como sales de dietanolamina y similares. Desde el
punto de vista económico, son deseables las sales de me-
tales alcalinotérreos, las sales de metales alcalinos y
10 las sales de amonio. Se prefieren las sales de metales
alcalinos y las sales de amonio, especialmente las sales
de sodio, potasio y amonio.

En el procedimiento del presente invento, los
bromatos ó yodatos, utilizados como oxidantes en una so-
15 lución acuosa, se emplean en concentraciones desde apro-
ximadamente 0,01 a aproximadamente 10% en peso. Se pre-
fiere emplear bajas concentraciones dentro de este inter-
valo en interés de la economía y por lo tanto es preferi-
ble una concentración de aproximadamente 0,01 a aproxima-
20 damente 5% en peso. Además de acuerdo con el presente in-
vento, también se emplea un vanadato en la solución oxi-
dante acuosa. La sal vanadato se emplea preferiblemente
en cantidades más pequeñas que el oxidante y a una con-
centración en el intervalo de aproximadamente 0,005 a a-
25 proximadamente 5% en peso, puede emplearse preferiblemen-
te desde aproximadamente 0,01 a aproximadamente 2%. La
cantidad de vanadato puede basarse también en la cantidad
de oxidante empleado si se desea y, cuando así se mide,
una relación en peso adecuada de oxidante a vanadato es
30 desde 1:1 a 100:1, preferiblemente 1:1 a 25:1. Aunque

1 pueden emplearse relaciones mayores o más pequeñas, no es
generalmente económico emplear relaciones fuera de estos
límites.

5 El mecanismo de acción de la sal vanadato en
las características oxidantes de la solución oxidante
cuando se refiere a tintes de tina o al azufre no es co-
nocido actualmente. Sea cual fuere el mecanismo, la pre-
sencia de vanadato en la solución oxidante potencia el
10 efecto oxidante de la solución sobre los tintes de tina
o al azufre como se muestra en los ejemplos que se acom-
pañan. Extrañamente sin embargo, este efecto potenciador
no aumenta sustancialmente el efecto oxidante de los clo-
ratos en un intervalo de pH adecuado para la mayoría de
los procedimientos de teñido. Así los cloratos permane-
15 cen inadecuados para empleo al menos con los tintes que
han sido ensayados. También se ha observado que el vana-
dato no potencia el efecto de los bromatos y cloritos de
la técnica anterior en los tintes oxidantes de tina o al
azufre.

20 Además del bromato o yodato oxidante seleccio-
nado y de los componentes de vanadato, las nuevas compo-
siciones del presente invento contienen un componente in-
hibidor de la corrosión en la solución acuosa que es un
nitrato. En la solución el nitrato actúa como un inhibi-
25 dor de la corrosión cuando se emplea en los aparatos de
operaciones de fijación, por ejemplo, en equipos de acero
inoxidable, y es particularmente ventajoso en inhibir la
corrosión de tipo crateriforme. En general, la cantidad
de nitrato empleada puede basarse en el peso total de la
30 solución acuosa y en general se emplea desde aproxima-

1 mente 0,05 hasta aproximadamente 10%, preferiblemente desde 0,1 a aproximadamente 5% de nitrato en peso de la solución.

5 En la práctica del presente invento, como en la técnica anterior es deseable que la solución oxidante sea ligeramente ácida. El grado deseado de acidez se proporciona preferiblemente utilizando una cantidad adecuada de ácido acético en el baño oxidante como es bien conocido en la técnica. Sin embargo el ácido acético por
10 si mismo, no tiene un efecto oxidante evidente como se muestra en los ejemplos que se acompañan. Evidentemente, podrían también emplearse otros ácidos débiles y varios ácidos minerales. Sin embargo se desea evitar una acidez en exceso puesto que puede perjudicar a los tejidos. Por
15 ejemplo, no es deseable utilizar un pH menor que aproximadamente 3 ni mayor que aproximadamente 6 y se prefiere un pH desde aproximadamente 3 a aproximadamente 4.

La solución oxidante acuosa del presente invento puede emplearse a cualquier temperatura deseada empleada actualmente por los tintoreros. Las temperaturas más
20 adecuadas varían desde aproximadamente 16°C hasta aproximadamente 96°C o así y pueden emplearse preferiblemente desde 24 a aproximadamente 94°C. Con telas que son menos susceptibles a la coloración, por ejemplo nylon, acrílicas y acetato de celulosa, se prefiere utilizar la solución de oxidación a una temperatura en la parte superior
25 del intervalo preferido, por ejemplo desde aproximadamente 60°C hasta aproximadamente 94°C.

30 El procedimiento del presente invento puede emplearse en la fijación de tintes de tina o al azufre que

1 son bien conocidos para los expertos en la técnica. Sin
embargo con fines de ilustración, los tintes de tina ade-
cuados incluyen pero no están limitados a Vat Orange 15
(C.I. 69025), Vat Green 1 (C.I. 59825), Vat Red 1 (C.I.
5 73360), Vat Violet 13 (C.I. 68700), Vat Blue 20 (C.I.
59800), Vat Yellow 13 (C.I. 65425). Los tintes al azufre
similarmenete adecuados incluyen pero no están limitados
a Sulfur Yellow 2 (C.I. 53120), Sulfur Red 10 (C.I.
10 53228), Sulfur Blue 7 (C.I. 53440), Sulfur Green 2 (C.I.
53571), Sulfur Brown 10 (C.I. 53055), y Sulfur Black 2
(C.I. 53195). Los códigos de color dados entre paréntesis
indican patrones para los colores recogidos en "CO-
LOUR INDEX", Segunda Edición, suplemento 1973, publica-
da por The Society of Dyers and Colourists, Yorkshire,
15 Inglaterra.

El procedimiento y composición del presente in-
vento puede emplearse para el teñido de todos los teji-
dos que son susceptibles de coloración por tintes de ti-
na o al azufre. Por ejemplo, el algodón y la celulosa re-
20 generada son los materiales textiles principales sobre
los que se emplean generalmente los tintes de tina o al
azufre. Sin embargo, puede emplearse cualquier tejido
que tenga algodón o celulosa regenerada en combinación
con fibras que no son fácilmente teñidas con tintes de
25 tina o al azufre si la parte de algodón o la celulosa re-
generada del tejido constituye más que una pequeña parte,
por ejemplo, más del 20% de las fibras presentes en la
tela. Las telas de algodón/poliéster, por ejemplo, tie-
nen generalmente alrededor de 25 a 50% de algodón y pue-
30 den teñirse adecuadamente con los tintes de tina o al

1 azufre. Ciertas fibras acrílicas, solas o en combinación
con algodón o celulosa regenerada pueden también teñirse
con tintes de tina o al azufre, por ejemplo, CHEMSTRAND'S
ACRILON^(R) y Dow's Zephran^(R). Finalmente, pueden teñirse
5 con estos tintes el nylon o sus combinaciones con otras
fibras susceptibles. Por lo tanto se prefiere utilizar
tejidos de algodón o celulosa regenerada o combinaciones
de fibras en las que el algodón o la celulosa regenerada
es más que un constituyente menor del tejido.

10 El procedimiento del presente invento es apli-
cable al teñido de las fibras antes identificadas o com-
binaciones de fibras independientemente de la forma. Por
ejemplo, pueden emplearse de acuerdo con el presente in-
vinto hilos, telas tejidas o no tejidas. El presente in-
15 vinto puede emplearse igualmente bien con diversos méto-
dos de teñido. Se recomienda emplear en los procedimien-
tos de teñido en bobina, teñido continuo y teñido discon-
tinuo en jigger. Puede ser necesario sin embargo en el
teñido en bobina ajustar la concentración de oxidante por
20 encima de los mínimos preferidos pero no se requieren ge-
neralmente otros ajustes.

25 Cuando se practica de acuerdo con los princi-
pios antes expuestos, el presente procedimiento propor-
ciona el tinte con un oxidante para tintes de tina y al
azufre que tienen características oxidantes inesperada-
mente mejoradas, no es caro y es eficaz con tintes de ti-
na o al azufre que fueron difíciles de oxidar en un gra-
do aceptable con yodatos o bromatos solos y se retarda
sustancialmente la corrosión de los aparatos de las opera-
30 ciones de fijación.

1 Habiendo pues descrito completamente el presen-
te invento, los ejemplos siguientes ilustrarán la prácti-
ca y sus ventajas. En estos ejemplos, se emplea SODYESUL
LIQUID Brown 7RCF como tinte en el que se demuestra el
5 efecto de vanadato en el baño oxidante. Es uno de los tin-
tes que origina dificultades con los bromitos, cloritos,
bromatos y yodatos, y experimenta un cambio de color de-
finido durante la oxidación que hace fácil determinar el
10 grado de oxidación por examen visual y/o lecturas de re-
flectancia. Los ejemplos desde el 1 a 35 ilustran el pro-
cedimiento de fijación y los ejemplos 36 a 47 muestran la
ventajosa inhibición de la corrosión lograda.

Ejemplo 1

15 Una formulación de tinte que contiene 90 g/l
de SODYESUL Liquid Brown 7RCF, SOUTHERN Dyestuff Co., Di-
vision Martin Marietta Corporation, (Sulfur Red 10, C.I.
53228) y 30 g/l de solución de sulfuro de sodio y SODYE-
FIDE B (también Southern Dyestuff Co) se prepara y apli-
ca a una muestra de tela de cruzado de algodón al 100%
20 finamente tejida empleando una impregnadora de laborato-
rio. La tela se trata con vapor durante un minuto y lue-
go se sumerge en agua caliente para eliminar el exceso
de tinte y se escurre para eliminar el exceso de agua.
La tela se sumerge luego dos veces en una solución oxi-
25 dante acuosa que contiene 7,5 g/l de dicromato de sodio
y 7,5 g/l de ácido acético, se aclara y se seca con la
plancha. La oxidación parece esencialmente completa des-
pués de dos inmersiones por observación visual. La reflec-
tancia de la tela secada resultante se mide (después de
30 10 inmersiones) y se ajusta a una lectura de 50 ± 5 en

1 una escala de 1-100 como patrón para los ejemplos si-
guientes.

Ejemplo 2

5 Se repite en el Ejemplo 1 excepto que se in-
cluyen 1,5 g/l de NaNO_3 en la solución oxidante acuosa
y se encuentra que la reflectancia es idéntica al pa-
trón, estableciendo que la sal nitrato no tiene efecto
perjudicial sobre las propiedades reflectantes obteni-
das.

10 Ejemplo 3

Se repite el Ejemplo 1 utilizando una solución
oxidante acuosa que comprende 0,45 g/l de bromato de so-
dio, 0,1 g/l de vanadato de sodio y 7,5 g/l de ácido a-
cético. Después de 3 ó 4 inmersiones aparece la oxidación
15 consistentemente completa. Una lectura de reflectancia
de 53 ± 5 se obtiene después de 10 inmersiones confirman-
do la observación visual.

Ejemplo 4

20 Se repite el Ejemplo 3 excepto que se incluye
1,5 g/l de NaNO_3 en la solución oxidante acuosa. Se en-
cuentra una reflectancia de 55 ± 5 , confirmando la obser-
vación visual de oxidación completa.

Ejemplos 5 y 6

25 Se repite dos veces el Ejemplo 3 reemplazando
el vanadato de sodio por vanadato de amonio una vez y
una vez sin estar presente NaNO_3 (1,5 g/l) en la solución
oxidante para los Ejemplos 5 y 6 respectivamente. La oxi-
dación se completa de nuevo después de 3 ó 4 inmersiones
y esto se confirma después de 10 inmersiones por lectu-
30 ras de reflectancia de 52 ± 2 y 53 ± 2 para los Ejemplos 5

1 y 6 respectivamente.

Ejemplos 7 y 8

5 Se repite el Ejemplo 1 empleando un agente oxidante acuoso que comprende 0,45 g/l de clorato de sodio y 7,5 g/l de ácido acético, con y sin 1,5 g/l de NaNO_3 para los Ejemplos 7 y 8 respectivamente. Después de 10 inmersiones la oxidación es incompleta en ambos ejemplos. Se obtienen lecturas de reflectancia de $100+$ para ambos Ejemplos, confirmando las observaciones visuales.

10 Ejemplos 9 y 10

15 Se repite el Ejemplo 1 utilizando una solución oxidante acuosa que comprende 0,45 g/l de clorato de sodio, 0,1 g/l de vanadato de sodio y 7,5 g/l de ácido acético, con o sin 1,5 g/l de NaNO_3 para los ejemplos 9 y 10 respectivamente. Después de 7 inmersiones parece que ha tenido lugar poca, o ninguna oxidación. Se obtienen lecturas de reflectancia de 98 y $100+$ después de 10 inmersiones confirmando esta observación visual para ambos Ejemplos 9 y 10.

20 Ejemplos 11 y 12

25 Se repite el Ejemplo 1 utilizando una solución oxidante que comprende 0,45 g/l de yodato de sodio y 7,5 g/l de ácido acético, con y sin 1,5 g/l de NaNO_3 para los Ejemplos 11 y 12 respectivamente. Después de 10 inmersiones la oxidación se completa sólo parcialmente en ambos ejemplos. Se obtienen lecturas de reflectancia de 90 y 85 para los Ejemplos 11 y 12 respectivamente, confirmando las observaciones visuales.

Ejemplos 13 y 14

30 Se repite el Ejemplo 1 empleando una solución

1 oxidante acuosa que comprende 0,45 g/l de yodato de sodio, 0,1 g/l de vanadato de sodio y 7,5 g/l de ácido acético, con y sin 1,5 g/l de HNO_3 para estos dos ejemplos. Después de 5 a 6 inmersiones parece que la oxidación es sustancialmente completa en ambos casos. Se obtienen lecturas de reflectancia de 77 y 74 después de 5
10 inmersiones confirmando las observaciones visuales.

Ejemplos 15 a 35

Se repite el Ejemplo 1 empleando soluciones oxidantes acuosas que contienen 7,5 g/l de ácido acético y otros componentes como se muestra en la Tabla I, para los ejemplos 15 a 35. Las lecturas de reflectancia correspondientes obtenidas de acuerdo con el procedimiento expuesto en el Ejemplo 1 se dan en la Tabla I siguiente:
15

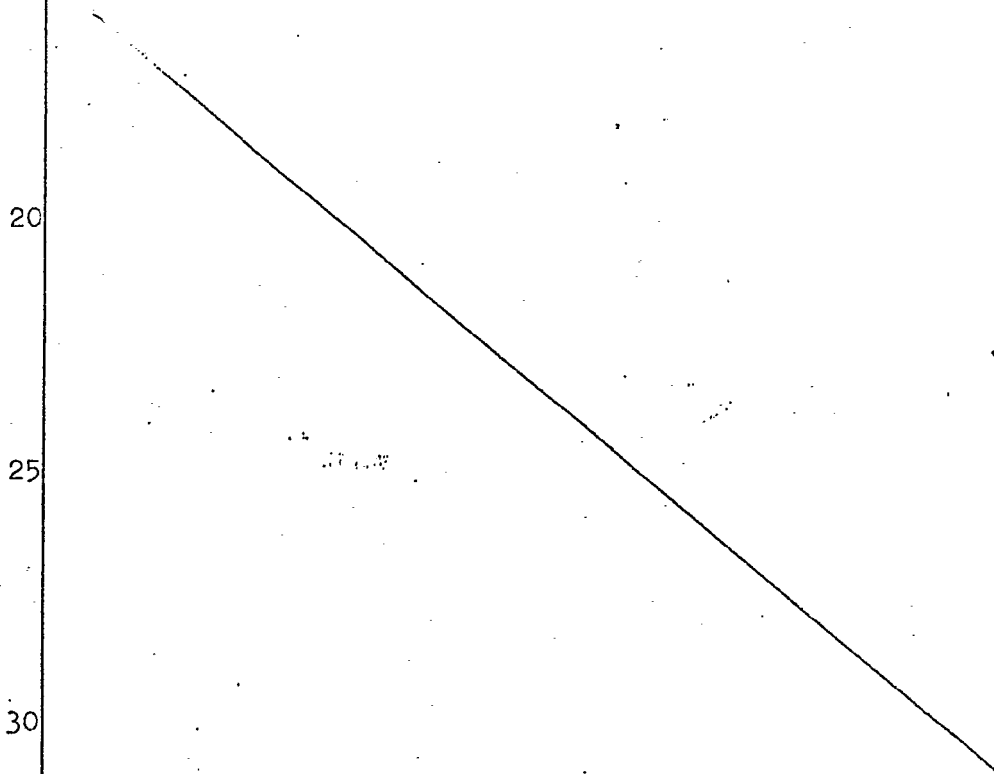


TABLA I

<u>Ejemplo</u>	<u>Solución oxidante</u>			<u>Resultados de la oxidación</u>	
	<u>0,45 g/l</u>	<u>0,04 g/l</u>	<u>1,5 g/l</u>	<u>Número de inmersiones</u>	<u>Reflectancia</u>
	<u>Bromato</u>	<u>Vanadato</u>	<u>Nitrateo</u>		
15	Na	NH ₄	Mg	2-3	58
16	Na	Ca	Na	3-4	57
17	Na	Ca	Mg	3-4	57
18	Na	Mg	Na	2-3	54
19	Na	Mg	Mg	3-4	59
20	Ca	Na	Mg	3-4	58
21	Ca	Na	Mg	3-4	58
22	Ca	NH ₄	Na	3-4	57
23	Ca	NH ₄	Mg	3-4	58
24	Ca	Ca	Na	3-4	58
25	Ca	Ca	Mg	3-4	58

TABLA I (Continúa de la página anterior)

Ejemplo	Solución oxidante			Resultados de la oxidación		
	0,45 g/l Bromato	0,04 g/l Vanadato	1,5 g/l Nitrate	Número de inmersiones	Reflectancia	Reflectancia
26	Ca	Mg	Na	3-4		57
27	Ca	Mg	Mg	3-4		57
28	Mg	Na	Na	3-4		54
29	Mg	Na	Mg	3-4		57
30	Mg	NH ₄	Na	3-4		60
31	Mg	NH ₄	Mg	3-4		60
32	Mg	Ca	Na	4-5		58
33	Mg	Ca	Mg	4-5		54
34	Mg	Mg	Na	3-4		57
35	Mg	Mg	Mg	3-4		58

Ejemplo 36

Se prepara una solución acuosa que contiene 6% en peso de NaBrO_3 (oxidante), 12% en peso de NaCl (componente corrosivo), 0,5% en peso de NaVO_3 sin estar presente nitrato. Esta solución que contiene oxidante se combina subsiguientemente con ácido acético glacial y agua para formar una formulación de oxidación de tinte que contiene 8 gramos por litro de ácido. La formulación se ensaya en cuanto a las propiedades de corrosión como se discute más adelante.

Ejemplos 37 a 41

Se repite el Ejemplo 36 excepto que se añaden aproximadamente 5%, 10%, 15%, 20% y 25% de NaNO_3 a la solución que contiene oxidante anterior a la formulación para los Ejemplos 37 a 41 respectivamente.

Ejemplos 42 a 47

Se repiten los Ejemplos 36 al 41 para los ejemplos 42 al 47 excepto respectivamente que se emplean formulaciones que contiene 32 g por litro de la solución que contiene oxidante y 32 gramos por litro del ácido.

Las formulaciones anteriores de los Ejemplos 36 a 47 se ensayan como sigue: muestras para pruebas de acero inoxidable 304 y acero inoxidable 316 para el material del aparato de las operaciones de fijación se sumergen totalmente en cada formulación a aproximadamente 60°C y se observan en cuanto a signos de corrosión a un nivel macroscópico. Se anota el intervalo de tiempo en el que ocurre la aparición visual de la corrosión y las muestras para pruebas se retiran después de 60 minutos. La Tabla II siguiente muestra los resultados del ensayo

1 e ilustra el carácter inhibitor de la corrosión de la
presencia de nitrato en el sistema:

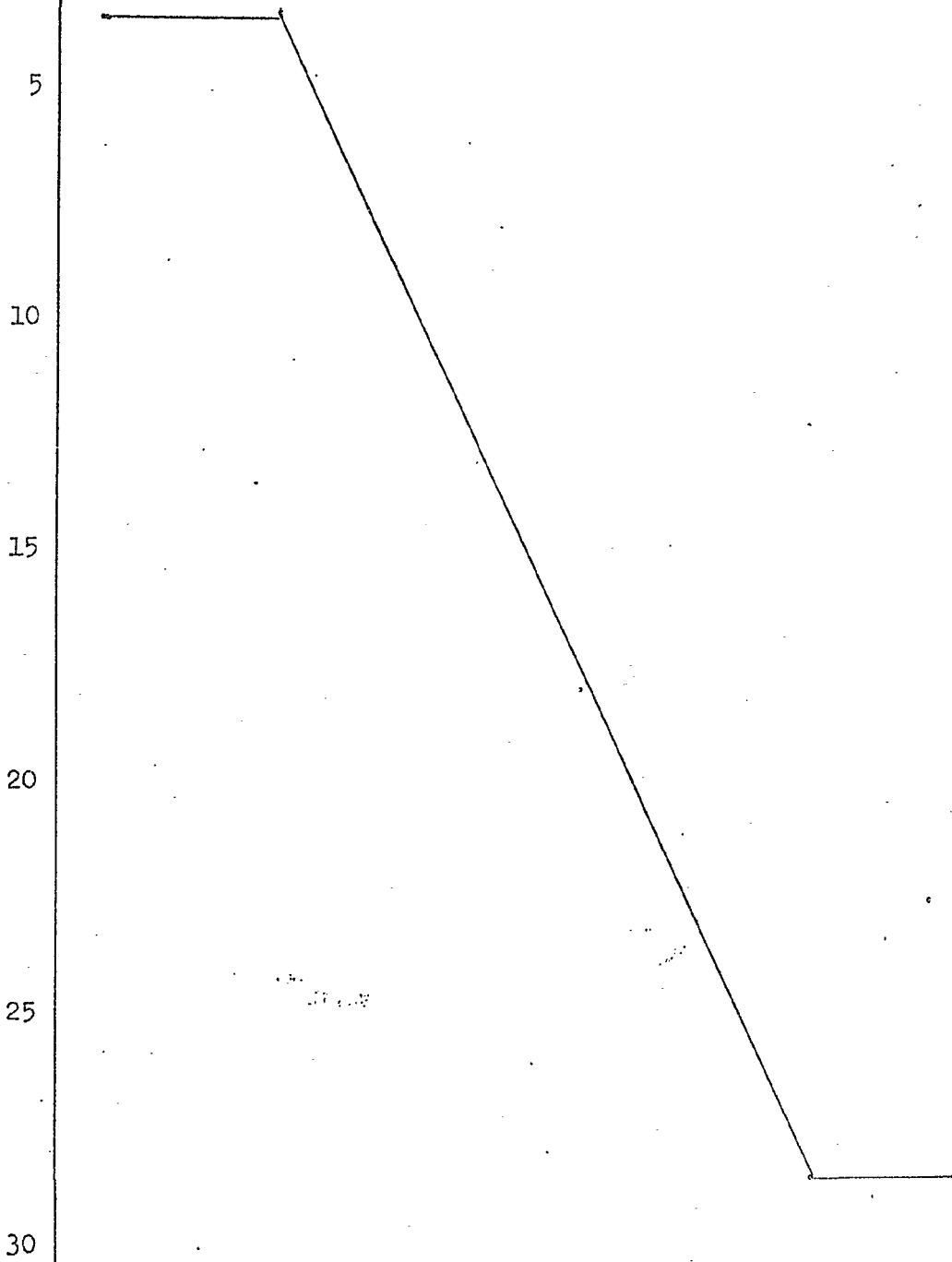


TABLA II

Tiempo antes de la aparición visual de la corrosión

Formulación	Acero inoxidable 304 (min.)	Acero inoxidable 316 (min.)
<u>Ejemplo</u>		
36	10	15
37	10	10
38	10	15
39	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)
40	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)
41	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)
42	15	15
43	15	20
44	25	ninguno (60 min.)

TABLA II (Continúa de la página anterior)
 Tiempo antes de la aparición visual de la corrosión

Formulación	<u>Acero inoxidable 304</u>	<u>Acero inoxidable 316</u>
<u>Ejemplo</u>	(min.)	(min.)
45	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)
46	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)
47	ninguno (60 min.)	ninguno (60 min.)

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Invención en España, por VEINTE años, son los que se reco-
gen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento mejorado para teñir fibras
textiles de algodón o de celulosa regenerada, que compren-
de las operaciones de: aplicar un tinte de tina o al azu-
fre de un color deseado a las fibras textiles; convertir
el tinte en su forma leuco soluble para hacer máxima la pe-
15 netración en los textiles tratando las fibras textiles te-
ñidas con un agente reductor; y poner en contacto las fibras
textiles que contienen el tinte de tina o al azufre reduci-
do con una solución oxidante acuosa que contiene (a) apro-
ximadamente 0,01% a aproximadamente 10% en peso de un oxi-
dante seleccionado de sales yodato solubles en agua y sa-
20 les bromato solubles en agua; (b) aproximadamente 0,005% a
aproximadamente 5% en peso de una sal vanadato soluble en
agua; y (c) aproximadamente 0,05% a aproximadamente 10% en
peso de una sal nitrato soluble en agua.

25 2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª,
en el que dichas sales solubles en agua se seleccionan de
sales de metales alcalinotérreos, sales de metales alcali-
nos, sales de amonio y sus equivalentes.

30 3ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª,
en el que dichas sales solubles en agua se seleccionan de
sales de metales alcalinos y sales de amonio.

4ª.- El procedimiento de la reivindicación 3ª, en el que dicho oxidante se selecciona de yodato o bromato de sodio, de potasio y de amonio.

5 5ª.- El procedimiento de la reivindicación 4ª, en el que dicha sal nitrato se selecciona de nitrato de so dio, de potasio y de amonio.

6ª.- El procedimiento de la reivindicación 5ª, en el que dicha sal vanadato se selecciona de vanadato de sodio, de potasio y de amonio.

10 7ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que dicha solución acuosa contiene: (a) aproximada- mente 0,01 a aproximadamente 5% en peso de dicho oxidante; (b) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 2% en peso de dicha sal vanadato; y (c) aproximadamente 0,1 a aproximada mente 5% en peso de dicha sal nitrato.

15 8ª.- El procedimiento de la reivindicación 7ª, en el que dichas sales solubles en agua se seleccionan de sales de metales alcalinotérreos, sales de metales alcali nos, sales de amonio y sus equivalentes.

20 9ª.- El procedimiento de la reivindicación 7ª, en el que dichas sales solubles en agua se seleccionan de sales de metales alcalinos y sales de amonio.

25 10ª.- El procedimiento de la reivindicación 9ª, en el que dicho oxidante se selecciona de yodato o bromato de sodio, de potasio y de amonio.

11ª.- El procedimiento de la reivindicación 10ª, en el que dicha sal nitrato se selecciona de nitrato de so dio, de potasio y de amonio.

30 12ª.- El procedimiento de la reivindicación 11ª, en el que dicha sal vanadato se selecciona de vanadato de

sodio, de potasio y de amonio.

13ª.- Un procedimiento mejorado para teñir fibras textiles de algodón o de celulosa regenerada.

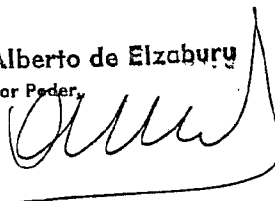
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 24. SET. 1977

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.



10

15

20

25

30

21097

MPB.-