

Solubilidad alcalina de la lana*

por el Dr. D. José Cegarra Sánchez

1. PRINCIPIOS FUNDAMENTALES

La acción de los álcalis sobre la fibra de lana es más destructiva que la producida por los ácidos y mediante ella, algunos aminoácidos, tales como la cistina, arginina, istidina y serina, son destruidos. Esta acción destructiva sobre los aminoácidos se traduce en una disolución de la fibra en la solución alcalina, dependiendo la solubilidad del estado de la fibra de lana antes de ser sometida al tratamiento alcalino. Harris y Smith (1) propusieron un test para relacionar la solubilidad alcalina de la lana en hidróxido sódico 0,1 normal con el grado de alteración de la fibra.

El fundamento químico de la solubilidad de la lana en álcali no está completamente dilucidado y la cantidad de lana que se solubiliza en álcali, depende de las condiciones en las que se efectúa la reacción, pareciendo que el primer 10 % puede ser extraído mucho más fácilmente que el resto. Se ha podido observar que al relacionar las alteraciones de la fibra con la solubilidad en álcali, ésta aumenta en aquellos casos en donde ha existido una hidrólisis de la cadena polipeptídica o se han roto los puentes disulfuro, fig. 1.

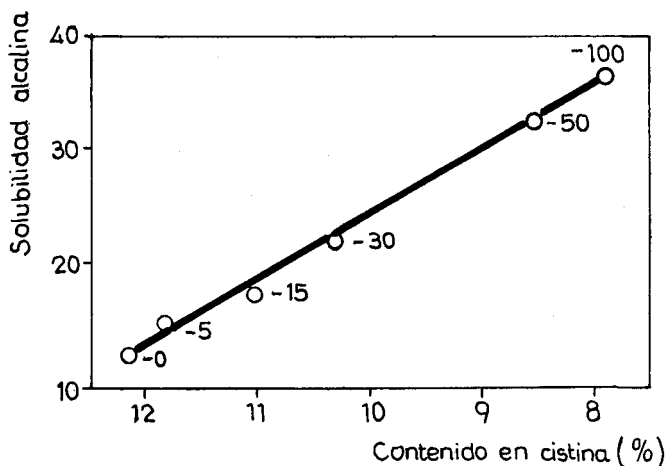


Fig. 1. Relación entre el contenido de cistina y solubilidad alcalina de la lana expuesta a radiación de luz ultravioleta. Los números sobre las curvas representan la duración de la exposición en horas.

En cierto modo, se puede decir que se obtiene un aumento de la solubilidad alcalina siempre que se crea un determinado grado de desorientación en la estructura macromolecular de la fibra, bien sea éste producido por la rotura de enlaces hidrógeno o bien por la rotura de enlaces de tipo covalente. La sensibilidad en álcali es poco sensible a las alteraciones habidas en medio alcalino. Por otra parte,

(*) Conferencia pronunciada en el Instituto de Investigación dentro del Curso «Compra-Venta Técnica de Lanasy», celebrado del 6 al 10 de noviembre de 1972.

esta prueba ha sido usada para determinar el grado de reticulación de la fibra, ya que Harris mostró (1) que la solubilidad en álcali decrece grandemente cuando el enlace disulfuro se reemplaza por un enlace más estable. Es conveniente e importante indicar que el álcali mismo produce un tipo de enlace en la lana, denominado lantionina, y que la presencia de cantidades crecientes de este aminoácido formado por un tratamiento alcalino previo, disminuye la solubilidad alcalina de la lana, tal como ha sido demostrado por Parissot y colaboradores (2), según puede apreciarse en la fig. 2.

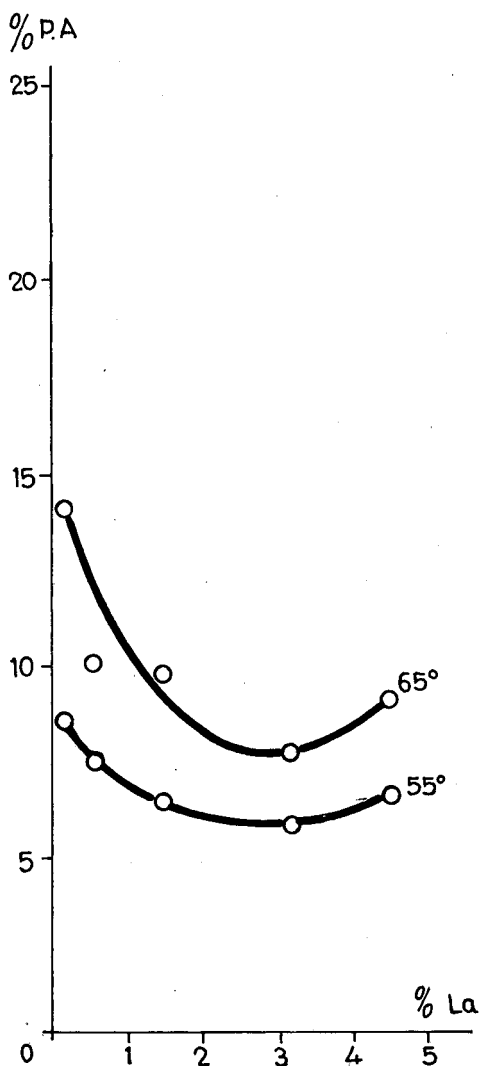


Fig. 2. % Pérdida alcalina, con relación a lana virgen, en función % S. A.

Por ello, la solubilidad en álcali no puede ser utilizada para investigar las alteraciones debidas a la hidrólisis de los enlaces péptidos que tienen lugar en medios alcalinos. En el caso de tratamientos alcalinos fuertes, en donde se ha producido una acción solubilizante, tampoco es adecuado este tipo de prueba, ya que la solubilidad de la lana residual en álcali ha quedado fuertemente disminuida.

En resumen, podemos indicar que los tratamientos a los cuales se somete corrientemente la fibra de lana, tales como tinturas en medio ácido, blanqueo, clorado, radiaciones ultravioletas producidas por exposición a la intemperie, etc., aumentan el valor de la solubilidad en álcali; sin embargo, las alteraciones producidas por una acción alcalina disminuyen el valor de la solubilidad en álcali de la lana.

2. DETERMINACION DE LA SOLUBILIDAD ALCALINA DE LA LANA

La prueba de la solubilidad alcalina de la lana es una de las más antiguas que se han venido empleando para determinar el grado de alteración producido por tratamientos sobre la fibra de la lana. Esta prueba ha sido objeto de muchos estudios por parte de los investigadores en el campo lanero para buscar las condiciones óptimas de su aplicación, a fin de que los resultados fuesen reproducibles y pudiesen dar una idea de la alteración sufrida previamente por la fibra de lana. Como factores importantes a tener en cuenta en la determinación de la solubilidad alcalina de la lana, hemos de citar el tiempo del tratamiento, la concentración del álcali y la temperatura a la que se efectúa la solubilización de la lana en el álcali. En la fig. 3 (1) puede apreciarse la influencia del tiempo de tratamiento sobre la solubilidad de la lana en hidróxido sódico y en la fig. 4 (3) la influencia de la concentración de sosa cáustica sobre el porcentaje de la lana disuelta.

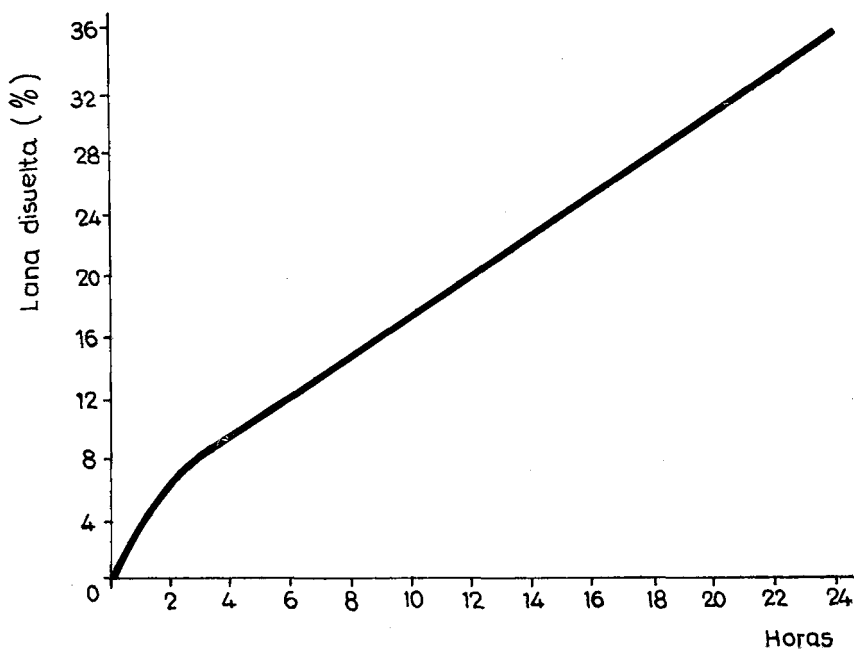


Fig. 3. Influencia del tiempo de tratamiento, 0,065 N hidróxido de sodio a 65°C.

Harris y Smith (1) usaron un tratamiento de la lana con solución 0,1 normal de hidróxido sódico a 65°C durante 1 hora, y Zahn (3) ha mostrado que se obtienen unos resultados similares usando 0,02 normal de hidróxido sódico para el mismo tiempo a 100°C, considerando esta temperatura más conveniente que la temperatura de 65° por cuanto que es más fácil su mantenimiento.

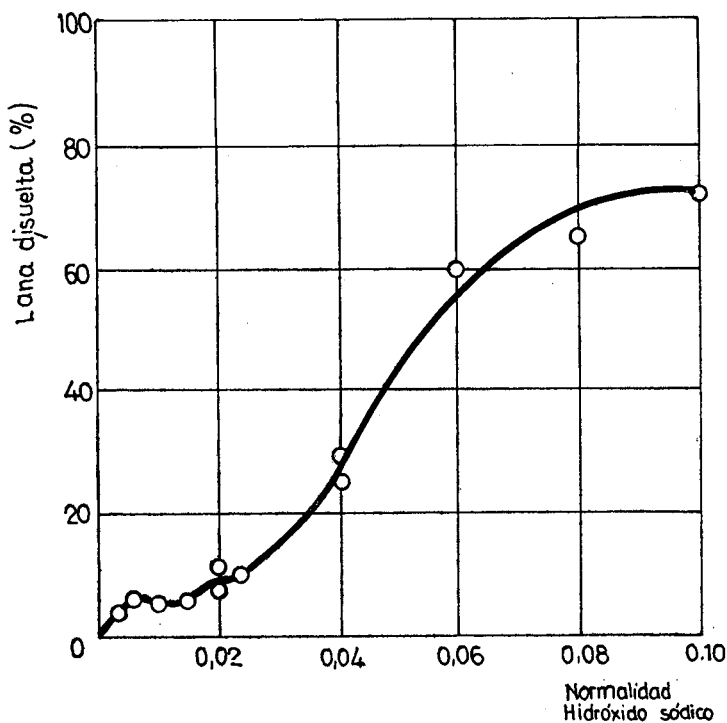


Fig. 4. Influencia de la concentración del hidróxido de sodio durante 1 hora a 100°C.

Van Oberbèke y colaboradores (4) han mostrado que la solubilidad alcalina, determinada según un proyecto de norma a la temperatura de 65°, puede variar según el diámetro de la fibra de lana, siendo menor a medida que aumenta dicho diámetro y habiendo encontrado un grado de correlación, entre las dos variables, altamente significativo ($-0,753$ para 29° de libertad). En la fig. 5 puede apreciarse la relación encontrada entre la finura de la lana y su solubilidad alcalina. Se cree que este diferente comportamiento es debido a que la penetración del reactivo alcalino a través de la cutícula de las lanas de mayor diámetro sería más difícil que en las lanas de diámetro más fino, ya que ha sido demostrado con los estudios al microscopio electrónico, efectuados por Kassenbeck, que el espesor de la cutícula aumenta a medida que el diámetro de la fibra de lana aumenta.

El conjunto de la influencia de todas estas variables que intervienen en la prueba y las que puede aportar la fibra de lana, ha hecho necesario un estudio profundo de esta determinación que ha sido plasmado en un método de determinación de la solubilidad alcalina de la lana, adoptado por el Comité Técnico de la F.L.I. en Venecia, en mayo de 1960, el cual transcribimos al final de esta conferencia, como norma hoy día empleada para efectuar este tipo de determinación.

3. VARIACIONES DE LA SOLUBILIDAD ALCALINA SEGUN LOS TRATAMIENTOS

3.1. Procedencia de la lana

Ha podido ser observado (5) que los valores de la solubilidad alcalina de la lana están en cierto modo influenciados por la procedencia de dicha fibra. Así se

han podido obtener los diferentes valores promedio que figuran en la adjunta tabla:

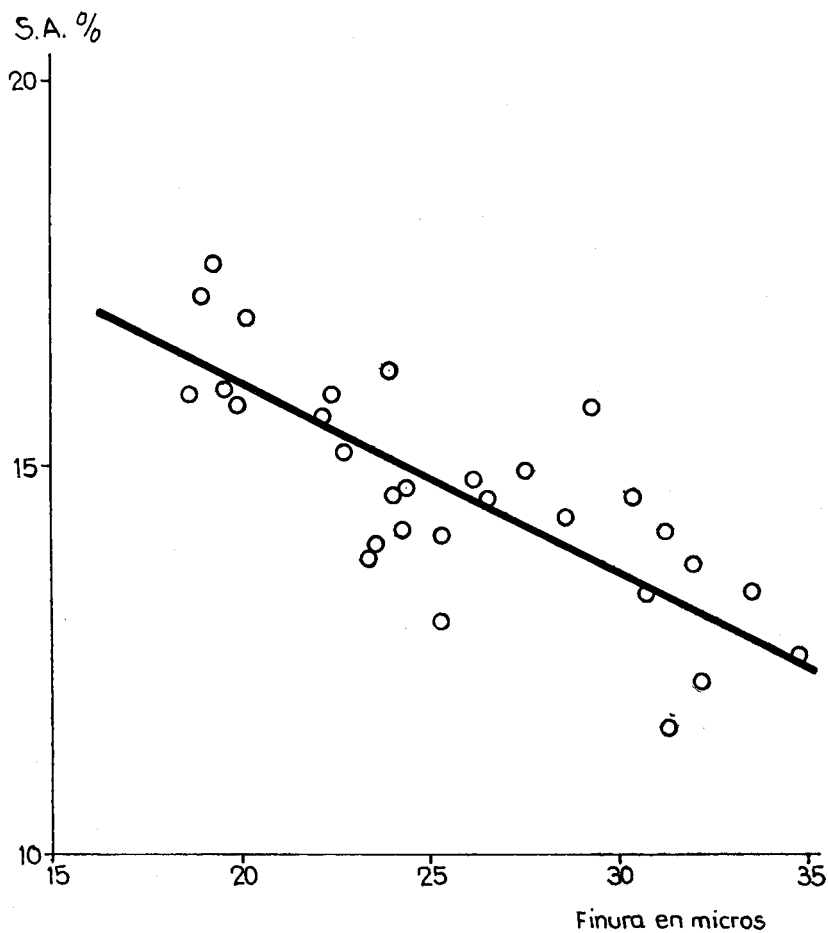


Fig. 5. Relación entre % solubilidad alcalina y finura de la lana.

TABLA I

Procedencia	% de solubilidad alcalina de lanas lavadas		
	Máximo	Mínimo	Medio
Cabo	13,5	17,5	15,58 ± 1,06
Australia	11,5	15,5	13,74 ± 1,26
Nueva Zelanda	11,0	17,0	13,95 ± 1,44
Sudamérica	16,5	19,5	18,01 ± 0,92
Españolas	23,6	7,6	12,20 ± 1,08

Puede apreciarse en esta tabla que el valor mínimo promedio de la solubilidad alcalina corresponde a las lanas españolas, lo cual puede ser indicio, al menos para los diferentes lotes incluidos en esta tabla, de que estas lanas han sido lavadas en medios alcalinos más enérgicos que las otras.

También ha sido investigada la influencia que ejerce el procedimiento de obtención de la fibra de lana, bien sea por corte o por deslanado, sobre la solubilidad alcalina. Satlow (7), después de un detenido estudio no ha encontrado ninguna diferencia significativa entre los resultados obtenidos sobre lanas cortadas en vivo o cortadas sobre piel y aquellas otras obtenidas por el procedimiento de deslanado. Idénticos resultados han sido obtenidos por L.E.C.A.R.I.M (8) entre lanas de diferentes procedencias, cortadas sobre pieles o bien obtenidas por deslanado de las pieles; observaron un aumento o disminución de la solubilidad alcalina, según el origen de la piel. En un detallado estudio efectuado por el Deutsches Wollforschungsinstitut de Aachen y por el Laboratorio de Ensayos y Control de Mazamet (9) para determinar la influencia que el sistema de obtención de la lana, por corte o por deslanado puede ejercer sobre la solubilidad alcalina, se han obtenido los resultados que aparecen en la Tabla II; estos resultados confirman las experiencias anteriormente indicadas y la poca influencia que el tiempo de calentamiento durante el deslanado ejerce sobre los valores de la solubilidad alcalina.

TABLA II

Influencia del modo de obtención de la lana sobre la S.A.

<i>Tipo de lana</i>	<i>Modo de obtención</i>	<i>Duración del deslanado en días</i>	<i>Solubilidad alcalina</i>
Merinos	Corte Calentamiento	—	15,0
		4	13,6
		8	13,4
		12	13,4
Cruzada fina	Corte Calentamiento	—	13,0
		4	13,7
		8	13,0
		12	12,4
Cruzada	Corte Calentamiento	—	10,7
		4	11,1
		8	11,1
		12	11,9

3.2. Diversos tratamientos

En este apartado nos proponemos indicar cuál es la influencia que ejercen sobre la solubilidad alcalina los diversos tratamientos de tipo químico a que puede someterse la fibra de lana durante su manufactura. Los valores que se indican pueden tomarse como pauta de la forma de variación de la solubilidad alcalina sin que ello quiera indicar que puedan ser tomados como tipos.

3.2.1. *Tratamientos alcalinos*

Los tratamientos alcalinos producen en la fibra de lana una solubilización de las proteínas y por consiguiente cuando una lana ha sido sometida a un tratamiento alcalino de determinada intensidad, al determinar su solubilidad en álcali ésta presenta unos valores inferiores a los normales. En la Tabla III puede verse la evolución de la solubilidad alcalina con respecto a la intensidad de un tratamiento (10).

TABLA III

<i>Tipo</i>	<i>Tratamiento</i>		<i>Solubilidad alcalina %</i>
	<i>Intensidad</i>		
Sin tratar			12,6
Carbonato sódico 5 g/l	30°C		—
	50°C		9,6
	90°C		6,4

Una disminución de la solubilidad alcalina de este tipo puede producirse durante el proceso de lavado de la lana en medio alcalino y durante el desgrasado de hilados y tejidos en condiciones demasiado enérgicas.

3.2.2. *Tratamientos ácidos*

La acción de los ácidos, cuando ésta es enérgica, se traduce en una hidrólisis de la cadena polipéptica, lo cual produce incremento de la solubilidad de la fibra de lana en el álcali. De los mismos autores (10) podemos ver en la Tabla IV la influencia que el ácido produce sobre la variación de la solubilidad alcalina.

TABLA IV

<i>Tipo</i>	<i>Tratamiento</i>		<i>Solubilidad alcalina %</i>
	<i>Intensidad</i>		
Sin tratar			12,6
Acido sulfúrico	1 g/l		26,4
	3 g/l		55,5
	9 g/l		78,2

Los procedimientos de tintura en medio débilmente o fuertemente ácido producen variaciones en la solubilidad alcalina del orden de los indicados, entre la 1.^a y la 2.^a intensidad de la Tabla IV.

3.2.3. *Carbonizado*

El tratamiento de carbonizado, empleado para eliminar las partículas vegetales que acompañan a la fibra de lana, no ejerce una acción muy significativa

sobre la solubilidad alcalina, ya que si bien se trata de un tratamiento de la lana en un medio fuertemente ácido, las condiciones en que se efectúa este tratamiento, dan origen a una serie de reacciones complejas que no afectan la solubilidad de la proteína en el medio alcalino. En la Tabla V (11) puede apreciarse la evolución de la solubilidad alcalina de diferentes tipos de lanas durante las etapas del carbonizado.

TABLA V

<i>Etapas de la transformación</i>	<i>% Solubilidad alcalina</i>		
	<i>Lana del Cabo</i>	<i>Lana Australiana</i>	<i>Lana de Buenos Aires</i>
Lana en suarda	16,5	16,0	11,0
Lana lavada	15,4	15,9	11,0
Lana ácida y centrifugada	14,7	15,8	14,5
Lana carbonizada	16,2	17,9	13,6
Lana desacidada y secada	15,6	17,3	16,8

Brach (12) ha analizado la influencia que ejerce el tiempo de almacenado de una lana carbonizada sin desacidar sobre la solubilidad alcalina de la lana; los valores hallados aparecen en la Tabla VI y son bien ilustrativos por sí mismos.

TABLA VI

<i>Tiempo en días</i>	<i>% Solubilidad alcalina</i>	
	<i>Carbonizador A</i>	<i>Carbonizador B</i>
1	14,8	21,1
2	15,0	24,4
6	17,2	31,9
13	19,0	40,3
30	25,6	54,0
49	28,1	60,2
78	33,5	65,0

3.2.4. *Tratamientos de blanqueo con oxidantes*

Los tratamientos de blanqueo con oxidante más empleados en la industria, usan el agua oxigenada en medio débilmente alcalino o a veces ligeramente ácido para conseguir aumentar el grado de blanco de la fibra. Un tratamiento de este tipo produce una ruptura del enlace disulfuro y además un determinado grado de hidrólisis en la cadena polipéptica, todo lo cual se traduce en un incremento de la solubilidad alcalina de la lana. Cegarra y colaboradores (13) han encontrado, al operar en condiciones similares a la industria y con baños de blanqueo de agua oxigenada perfectamente controlados con pirofosfato sódico, la siguiente variación de la solubilidad alcalina en función de la intensidad del blanqueo; en la Tabla VII aparecen los resultados hallados.

TABLA VII

<i>Tipo</i>	<i>Tratamiento</i>	<i>Intensidad</i>	<i>Solubilidad alcalina %</i>
Sin tratar			8,57
Agua oxigenada		0,5 Vol 0/1	12,71
a 60°C, 6 h		1 »	13,97
pH 9		3 »	17,97
		3 »	23,07

La prueba de la determinación de la solubilidad alcalina de la lana es muy usada para controlar la calidad de una lana blanqueada, siendo admitido hoy que los valores de la solubilidad alcalina de una lana blanqueada deben situarse alrededor del 30 %; sin embargo, hemos podido observar, en una encuesta recientemente efectuada, que existen en el mercado lanas cuya solubilidad alcalina llega hasta el 45 y el 50 %, lo cual es índice de un ataque demasiado pronunciado durante el proceso de blanqueo.

3.2.5. *Tratamientos de tintura*

La influencia que los tratamientos de tintura ejercen sobre la solubilidad alcalina de la lana depende de dos factores: pH de la solución de tintura y posibilidad de que durante el proceso de tintura se produzcan enlaces transversales entre la fibra y el colorante que puedan alterar la solubilidad alcalina de la lana. La influencia del pH durante el proceso de tintura tiende a producir la misma acción que hemos visto para el caso de tratamientos en ácidos, siempre y cuando que durante la tintura no tengan lugar otras reacciones de tipo secundario; tal ocurre con los colorantes ácidos de buena igualación, colorantes batanables y colorantes superbatanables. Sin embargo, cuando se trata de la tintura con colorantes premetalizados de complejo 2/1 o 1/1, colorantes al cromo o colorantes reactivos, la solubilidad alcalina viene afectada además por los enlaces transversales que se puedan crear a consecuencia de la reticulación de la fibra por la existencia de compuestos metálicos o grupos reactivos durante el proceso de tintura.

En un estudio efectuado por el Centro Textil de Control e Investigación de Roubaix (14) cuyo resumen presentamos en la Tabla VII, puede apreciarse que con los colorantes al cromo y a partir de concentraciones del 2 % del colorante, conforme se aumenta la concentración de bicromato potásico en el baño de tintura, hay una tendencia a la disminución de la solubilidad alcalina. En el mismo estudio, se puede también apreciar cómo los peinados de lana teñidos de negro al cromo pueden presentar solubilidades alcalinas, pasando desde valores de 12,2 antes del tratamiento, a valores de 8,4 después de la tintura.

TABLA VIII

<i>Duración ebullición</i>	<i>% Biocromato potásico en el baño de tintura</i>			
	0	0,3	2	5
	sin colorante			
1,30 h	16,4	15,1	16,4	18,1
3 h	16,0	15,7	14,8	17,3
7 h	17,7	16,5	12,9	17,4
	2 % colorante			
1,30 h	15,5	15,1	14,6	15,8
3 h	17,4	14,9	15,3	15,8
7 h	18,5	16,4	14,3	14,9
	10 % colorante			
1,30 h	15,1	16,7	12,4	11,6
3 h	16,6	15,4	12,8	12,3
7 h	18,5	18,4	13,7	14,1

Análogos resultados muestra Bielen (15) al estudiar la influencia que los tratamientos de tintura ejercen en las lanas teñidas al cromo; cuando las lanas se tiñen con colorantes premetalizados, también muestra dicho autor que se produce una disminución de la solubilidad alcalina, tal como aparece en la Tabla IX, entresacada del trabajo de este autor.

TABLA IX

<i>Procedencia Materia</i>	<i>Tipo de tratamiento</i>	<i>Colorante</i>	<i>% Solubilidad alcalina</i>
E	Lana sin teñir	—	14,70
	Teñido en aparato abierto	Azul-metalífero	10,40
D	Lana Dylan	—	21,00
	Teñido en autoclave	Rosa-metalífero	18,60
F	Lana sin teñir	—	16,80
	Teñido en aparato abierto	Negro al cromo	11,10
G	Lana sin teñir	—	13,30
	Teñido autoclave	Beig-metalífero	13,60
	Teñido autoclave	Marino-metalífero	11,90
	Teñido autoclave	Cobalto-reactivo	12,50

3.2.6. *Tratamientos inencogibles*

Los tratamientos inencogibles empleando agentes de tipo químico producen sobre la fibra de lana unas alteraciones en la cadena polipéptica y en el enlace disulfuro que se traducen, por lo general, en un incremento de la solubilidad alcalina de la lana; el valor de este incremento depende de la intensidad del tratamiento, del pH y del agente oxidante empleado en el mismo. A continuación exponemos una serie de valores obtenidos sobre lanas tratadas por diferentes procedimientos inencogibles en las cuales ha sido determinada la solubilidad alcalina.

TABLA X

<i>Método inencogible</i>	<i>% Solubilidad alcalina</i>
Sin tratamiento	12,50
Clorado en medio ácido método A	17,10
Clorado en medio ácido método B	24,70
Clorado en medio alcalino	19,60
Clorado en medio alcalino, seguido de tratamiento oxidante	17,40
Tratamiento oxidante en medio ácido	21,60

Puede apreciarse que en todos los casos ha existido un notable incremento de la solubilidad alcalina cuando la lana ha sido sometida a un tratamiento para producir un determinado grado de inencogibilidad.

4. **RELACIONES ENTRE LA SOLUBILIDAD ALCALINA Y LAS PROPIEDADES MECANICAS DE LA LANA**

La relación existente entre la solubilidad alcalina de la lana y sus propiedades mecánicas ha sido siempre objeto de una gran controversia, ya que según el tipo de tratamiento efectuado, los autores llegan a conclusiones absolutamente divergentes. Harris y Smith (16) indican que existe una relación entre la solubilidad alcalina de las lanas de alfombras tratadas al hipoclorito de sodio a 105°C y el índice de desgaste de las alfombras fabricadas con estas lanas. Dusenbury, Merck y Wakelin (17), han estudiado la relación existente entre la solubilidad alcalina y la resistencia a la flexión y a la abrasión en el caso de lanas tratadas con ácido sulfúrico, encontrando que existe una relación lineal entre la solubilidad alcalina y la resistencia. Lees y Elsworth (18) indican que para un tratamiento químico dado, hay una relación entre la solubilidad alcalina de la lana y la resistencia a la abrasión, pero que diferentes tratamientos dando solubilidades alcalinas idénticas, producen efectos muy diferentes sobre la resistencia a la abrasión.

Por otra parte, otros autores indican lo contrario, o sea que no existe ninguna relación entre la resistencia de la lana y su solubilidad alcalina cuando la lana se la somete a la acción del agua hirviendo, del ácido sulfúrico, del ácido tioglicólico, del agua oxigenada y del formaldehído sulfolxilato de zinc (19). Asimismo, Crewther y Pressley (20) mencionan que no hay ninguna relación entre la solubilidad alcalina y la resistencia de las lanas carbonizadas; ciertas lanas acusan

una solubilidad similar a aquélla de la lana no tratada y una resistencia muy baja, mientras que otras presentan una solubilidad alcalina muy elevada pero una resistencia similar a la de la lana no tratada. Esta falta de correlación ha sido también encontrada por otros investigadores.

Wibaux, Outreman, Mazingue y Van Overbèke (21) han efectuado un detenido estudio sobre la acción de los diferentes tratamientos de la fibra de lana buscando la relación entre la solubilidad alcalina y la pérdida de resistencia, expresada como pérdida de la longitud de rotura; dichos autores establecen en su estudio dos categorías de tratamientos, incluyendo en el primero de ellos los tratamientos con ácido clorhídrico, sulfúrico, glicólico y agua oxigenada; en el segundo tratamiento estudian el caso particular del carbonizado.

Para el primer tipo de tratamiento, encuentran que al relacionar la solubilidad alcalina con la pérdida de resistencia se muestra en todas las curvas un punto de inflexión y una forma muy similar; en la primera parte de estas curvas una pequeña diferencia de la solubilidad alcalina corresponde a una variación relativamente grande de la longitud de rotura e inversamente en la segunda parte; las propiedades mecánicas varían poco en función del aumento de la solubilidad alcalina. Por otra parte, a solubilidad alcalina igual, la disminución de la longitud de rotura es muy variable según el género de tratamiento. Así por ejemplo, en el tratamiento de blanqueo con agua oxigenada se producen solubilidades alcalinas importantes y sin embargo, se modifican muy poco las propiedades mecánicas de la fibra, comparativamente con los tratamientos ácidos de tintura.

En el caso del carbonizado, han constatado que para diferentes lotes de materia, las solubilidades alcalinas encontradas son inferiores al 20 % y que en este caso no se puede esperar grandes pérdidas de resistencia. En efecto, las pérdidas de longitud de rotura se encuentran a un valor máximo del 11 % y es difícil, en este caso, establecer una correlación franca entre la solubilidad alcalina y la modificación de la longitud de rotura.

Por otra parte Satlow e Hildebrand (22) han indicado que al efectuar ensayos sobre hilos industriales y buscar la correlación existente entre la solubilidad alcalina y longitud de rotura para diferentes hilos tratados en la industria por múltiples procedimientos, han encontrado, tanto en seco como en mojado, unas correlaciones del orden de $-0,75$ para el seco y $-0,79$ para el mojado a un nivel de probabilidad del 99,9 %.

Vemos, pues, los diferentes criterios expuestos y por consiguiente podemos indicar, como resumen, que no se puede pretender a través del conocimiento de la solubilidad alcalina de una materia la repercusión que este tipo de determinación puede tener en las propiedades mecánicas de la fibra, ya que como hemos visto esto se cumple en determinados casos y en otros no, dependiente del tipo de tratamiento.

5. LIMITES DE LAS TOLERANCIAS DE LA SOLUBILIDAD ALCALINA ... PARA LAS LANAS LAVADAS Y CARBONIZADAS

Siendo la solubilidad alcalina de la lana un parámetro que ha sido adoptado por los Organismos Internacionales para determinar una característica del estado de esta fibra, diversos grupos de trabajo han intentado, basándose en las experiencias prácticas y en los trabajos de investigación realizados, determinar unos límites tolerables de la solubilidad alcalina de la lana, fuera de los cuales ésta puede considerarse que ha sufrido una alteración demasiado grande para ser aceptada comercialmente. Estos límites han sido ampliamente discutidos en diferentes

organismos internacionales, pudiéndose resumir los valores adoptados por cada una de estas Comisiones en la Tabla XI de valores standard.

TABLA XI

Tabla de valores standard

	<i>Libro Azul Bruselas 1967</i>	<i>Comisión Offermann 1968</i>	<i>Comisión Kulenkampff 1969</i>
<i>Materia lavada</i>			
pH	7-11	máx. 10	5-10
Solubilidad alcalina %	11-25*	10-20	10-20**
Extracto de diclorometano %	1,25	0,3-1,0	máx. 1,0
<i>Materia carbonizada</i>			
pH	4-8	5-8	4-7,5
% en ácido libre (calculado como ácido sulfúrico)	máx. 1,0	máx. 0,5	máx. 0,9
Solubilidad alcalina %	11-25*	11-22*	11-22**
Extracto de diclorometano %	—	—	máx. 1,0

* Valores para lanas normales, no blanqueadas.

** Valores para lanas normales, no blanqueadas. Para las punchas carbonizadas, el valor de la solubilidad alcalina está comprendida entre 11-25 %.

Los valores dados en esta tabla, fruto de la experiencia industrial y de los ensayos estadísticos efectuados por diferentes laboratorios de investigación e industriales, han sido recientemente comenzados por Zahn, Henning y Blanckerburg (23), los cuales indican que para la materia lavada el límite inferior de solubilidad alcalina, editado por el Libro Azul y las otras Comisiones, pueden considerarse prácticamente iguales, mientras que existe una divergencia entre el valor del 25 % dado por el Libro Azul y el valor del 20 % dado por otras Comisiones. Dado que en diferentes experiencias industriales se ha constatado que en las lanas examinadas nunca se han sobrepasado los valores de una solubilidad alcalina del 18 %, se considera que el límite de solubilidad alcalina del 20 % es suficientemente bueno para poder recoger pequeñas variaciones que se produzcan sobre el valor del 18 % y que, por consiguiente, debe desestimarse el valor del 25 %, ya que aceptando este valor pueden entrar en consideración una serie de lanas que después presenten dificultades durante su manipulado.

En relación al límite superior de las lanas carbonizadas, las comisiones Offermann y Kulenkampff han fijado el valor del 22 %, por cuanto que las lanas carbonizadas siempre suelen presentar una solubilidad alcalina algo superior a la de la lana no carbonizada; por otra parte, el hecho de fijar para las punchas carbonizadas un valor del 25 % es debido a que éstas contienen una parte importante de puntas de fibras, las cuales han sufrido la influencia de las condiciones atmosféricas y poseen por este hecho una solubilidad alcalina más elevada.

Como vemos, el problema de fijar las tolerancias está todavía dentro de un marco de discusión, sobre todo en lo que hace referencia a los límites superiores de la solubilidad alcalina y es de esperar que, en un plazo breve, lleguen a un acuerdo las diferentes Comisiones que tratan sobre la determinación de este límite para poder ser adoptado de una forma general dentro del comercio de la lana.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Smith y Harris: Bur. Stand. J. Research, **17**, 577, 1936.
- (2) Laboratoire de Chimie: I.T.F./Boulogne. Comité Técnico F.L.I. París, 12/1966 rap. n.º 11.
- (3) Zahn, H.: Textil Praxis **70**, 2, 1949.
- (4) Wibaux, G., Mazingue, G., Van Oberbèke: Bull. I.T.F., **87**, marzo-abril 1960.
- (5) Grevel, M., Hadwich, F., Henning, H. J.: Comité Técnico F.L.I. París 1967, rap. n.º 7.
- (6) Henning, H. J.: Comité Técnico F.L.I., Oslo 1967, rap. n.º 13.
- (7) Satlow, G.: Forschungsberichte Der Landes (Nordheim-Westfalen), n.º 731 (1959).
- (8) L.E.C.A.R.I.M.: Compte rendu n.º 1, 1963.
- (9) Blankenburg, G., Delí, S., Henning, H. J. y Lergent, C.: Comité Técnico de la F.L.I., Montreaux, 1968, rap. n.º 2.
- (10) Barella, A., Miró, P., Just, A.: Comité Técnico F.L.I., Londres, 1965, rap. n.º 5.
- (11) Wibaux, G., Outremann, P., Mazingue, G. y Van Oberbèke: Bull. I.T.F. **107**, 709, 1963.
- (12) Brach: Comité Técnico F.L.I., Copenhague, 1965, rap. n.º 6.
- (13) Cegarra, J., Gacén, J. y Ribé, J.: Comité Técnico F.L.I. Berlín, 1964, rap. n.º 5.
- (14) Devillers, N., Mazingue, G. y Van Oberbèke, M.: Comité Técnico F.L.I., Berlín, 1964, rap. n.º 8.
- (15) Bielen, R.: Comité Técnico F.L.I. París, 1968, rap. n.º 2.
- (16) Harris, M. y Smith, A. L.: J. Res. Nat. Bur. Stand. **17**, 578, 1936.
- (17) Dusenbury, J. H., Mercer, E. H. y Wakelin, J. H.: Tex. Res. Journ. **24**, 890, 1954.
- (18) Lees y Elsworth, I. I.: Proceedings of the Intern. Wool Text. Res. Conf. Australia, 1955, E. 425.
- (19) La Fleur, K. S.: Tex. Res. J., **19**, 497, 1949.
- (20) Crewther, W. C. y Pressley, T. A.: Bull. I.T.F., **73**, 53, 1958.
- (21) Wibaux, G., Outreman, P., Mazingue, G. y Van Oberbèke, M.: Bull. I.T.F., **107**, 709, 1963.
- (22) Satlow, G.: Textil Praxis, **11**, 1087, 1959.
- (23) Zahn, M., Henning, H. J. y Blankenburg, G.: Comité Técnico de la F.L.I., París, 1969, rap. n.º 8.

Método de la determinación de la solubilidad alcalina de la lana

(Norma adaptada por la Comisión Técnica de la Federación Lanera Internacional
Viena, mayo de 1960)

1. ANTEPROYECTO

La solubilidad de la lana en álcali proporciona una útil indicación sobre la intensidad de la modificación de sus propiedades químicas provocada por ciertos agentes. El tratamiento por ácidos, de los agentes oxidantes y reductores, la exposición al calor o a la luz, produce un aumento de la solubilidad alcalina, mientras que los tratamientos por medio de álcalis o de agentes susceptibles de provocar la formación de enlaces transversales, producen una disminución de la solubilidad. La modificación de la solubilidad es, pues, una medida de la severidad del tratamiento. El ensayo posee su máximo de utilidad cuando se dispone de una muestra de control no tratada y cuando se conoce la naturaleza del tratamiento seguido por la muestra examinada, es decir, que es sobre todo útil como método de control. Cuando la muestra ha sido tratada por dos agentes de efectos opuestos sobre la solubilidad alcalina, la interpretación de los resultados, aún si se dispone de una muestra de control no tratada, es difícil, y puede conducir a conclusiones erróneas.

El método de ensayo propuesto está basado en el método de Smith y Harris (Bur. Stand J. Research, **17**, 577, 1936). La validez del método ha sido confirmada por los trabajos ulteriores de Lees y Elsworth (J.S.D.C., **68**, 207, 1952) y los resultados de ensayos interlaboratorios puestos en pie por la Federación Lanera Internacional (Barritt, Rapport n.º 9, IWTO París, enero 1955 y Mazingue, Rapport n.º 8, IWTO Copenhague, junio 1959). Los resultados obtenidos en estos ensayos han mostrado que el método es capaz de dar resultados razonablemente reproducibles en laboratorios diferentes.

2. OBJETO Y CAMPOS DE APLICACION

El método es aplicable a la lana bajo todas sus formas: borra, cinta, mecha, hilo o tejido.

3. PRINCIPIO

La lana es inmergida en una solución de hidróxido de sodio en condiciones bien determinadas de tiempo, temperatura y volumen de baño. La pérdida de masa es expresada bajo la forma de la diferencia entre los pesos secos de la muestra antes y después del tratamiento.

4. APARATOS Y REACTIVOS

4.1. Aparatos

Baño-maría mantenido a la temperatura de $66 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ por control termoelectrónico. Para garantizar una temperatura uniforme, el agua debe ser agitada.

Frascos tapados de una capacidad útil de 100 cm³ presentando el mismo vidrio y el mismo espesor de pared.

Crisol filtrante en vidrio cocido, capacidad 30 cm³, porosidad I. Si es posible estos crisoles irán provistos de tapones esmerilados. Si no, los mismos serán encebados, para la pesada, dentro de pesa-substancias.

Frasco de filtración, trompa y pieza de unión entre crisol y frasco de filtración.

Estufa ventilada para el secaje de las muestras a $105 \pm 2^\circ\text{C}$.

Pesa-substancias tapados al esmeril (para pesar las muestras).

Balanza analítica sensible a 0,2 mg.

Desecador.

4.2. Reactivos

Solución decinormal de hidróxido de sodio.

Solución de ácido acético conteniendo 10 cm³ de ácido acético glacial por litro.

5. MUESTRAS

Extraer una muestra representativa de la masa y suficiente para disponer de lana desengrasada y escardada para constituir las muestras siguientes:

— Una muestra pesando aproximadamente 1 g para determinación del peso seco.

— Dos muestras pesando aproximadamente 1 g para determinación de la solubilidad alcalina.

— Dos muestras pesando aproximadamente 2 g para determinación de la acidez (únicamente necesaria cuando la muestra contiene ácido, ver punto 6.4).

Extraer la muestra en el soxhlet mediante éter etílico durante una hora, de manera que se tengan al menos seis sifonajes por hora. Dejar evaporar el éter, levantar después todas las materias extrañas visibles, vegetales y otras. Si la muestra es del hilo o del tejido, reducirla al estado de pequeños trozos de hilo (alrededor de 1 cm) y dejarla que se ponga en equilibrio a la atmósfera del laboratorio.

6. MODO OPERATORIO

6.1. Pesada

Pesar al mismo tiempo con una precisión de 0,2 mg las muestras de las que se trata en el punto 5. Utilizar una muestra (peso 1 g) para determinar el peso seco (ver punto 6.2), dos muestras (peso 1 g) para determinar la solubilidad alcalina (ver punto 6.3) y dos muestras (peso 2 g) para determinar la acidez si es preciso (ver punto 6.4).

6.2. Determinación del peso seco

Secar la muestra en un pesa-substancia a $105 \pm 2^\circ\text{C}$. Cerrar el pesa-substancia y pesar después enfriamiento en desecador. Repetir la operación hasta la obtención de peso constante (1). Extraer la muestra, pesar el pesa-substancia y deducir el peso específico de la muestra. Calcular proporcionalmente el peso seco de las otras muestras.

(1) La constancia del peso puede ser considerada como obtenida cuando una muestra después de un secado de al menos 30 minutos, presenta una modificación de peso no excediendo de 0,5 mg.

6.3. Determinación de la solubilidad alcalina

Introducir 100 cm³ de solución de hidróxido de sodio en el frasco, cerrar flojamente y fijar el frasco en el baño-maría por medio de un dispositivo conveniente y de manera que el nivel del agua en el exterior del frasco sobrepase por lo menos 5 cm el nivel de la solución interior. Esta manera de proceder es esencial para obtener un control preciso de la temperatura.

Cuando la temperatura de la solución de hidróxido de sodio alcance $65 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, introducir cuidadosamente una muestra pesada dentro del frasco, cerrar y agitar moderadamente el frasco de manera que se obtenga un mojado completo de la muestra. Repetir esta agitación moderada después de 15, 30 y 45 minutos, no excediendo la duración de la agitación de 5 segundos. Después de 60 minutos, transferir cuidadosamente el contenido del frasco dentro de un crisol filtrante en vidrio tarado, y aspirar por succión el líquido. Hacer pasar por lavado por medio de agua destilada o desionizada todas las fibras restantes del frasco, al crisol. Lavar el residuo que se encuentra en el crisol seis veces con agua, aspirando a fondo entre cada lavado y parar la succión. Llenar el crisol dos veces sucesivamente con la solución de ácido acético. Dejar en su sitio un minuto y vaciar el crisol por succión. Finalmente lavar el residuo seis veces con agua, aspirando completamente entre cada lavado. Secar el crisol y su contenido a $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$, dejar enfriar en el desecador y pesar. Repetir esta operación hasta obtención de pesos constantes.

6.4. Determinación de la acidez

Si el extracto acuoso de la muestra presenta un pH inferior a 4,0, determinar la acidez por el método dado en la norma correspondiente del IWTO.

7. CALCULO Y EXPRESION DE LOS RESULTADOS

Calcular la solubilidad alcalina bajo forma de pérdida de peso de la muestra examinada en porcentaje de su peso seco y exento de ácido, aplicando las fórmulas siguientes:

7.1. Muestras no conteniendo ácido:

$$S = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \%$$

fórmula en la cual:

W_1 es el peso seco de la muestra
(determinado como indicado en 6.2).

W_2 es el peso seco del residuo
(determinado como indicado en 6.3).

7.2. Muestra conteniendo ácido:

$$S^1 = (S - s) \frac{100}{100 - s}$$

fórmula en la cual:

S^1 es la solubilidad alcalina corregida.

S es la solubilidad alcalina no corregida
(calculada como indicado en 7.1.).

s es el porcentaje de ácido sulfúrico
(determinado como indicado en 6.4.).

8. **RAPPORT**

En el rapport indicar los resultados individuales y su media con tres cifras significativas. Si las especificaciones más arriba indicadas no han podido ser respetadas completamente, por ejemplo, como consecuencia de insuficiente cantidad de materia disponible, indicar los puntos en donde se han apartado de las prescripciones.