

## USO DE LIPOSOMAS INDUSTRIALES EN LA TINTURA DE LA LANA A NIVEL DE PLANTA PILOTO USANDO COLORANTES DEL TIPO COMPLEJO METÁLICO 1:2

M. Martí\*, S. Serra\*\*\*, L. Coderch\*, A. de la Maza\*, A.M. Manich\*\* y J.L. Parra\*

### 0.1. Resumen

Se ha investigado la aplicación de una suspensión de liposomas de tipo comercial de fosfatidilcolina de tamaño definido (aproximadamente de 100 nm) como transportador del colorante azoico de complejo metálico 1:2 "Lanaset Yellow 2R" sobre fibras de lana no tratada a nivel de planta piloto. A fin de explorar la influencia de las condiciones experimentales sobre el proceso de tintura y sobre las propiedades de los hilos teñidos se ha utilizado un modelo factorial de Box y Behnken para tres variables. A partir de los resultados de este estudio de optimización podemos concluir que el uso de liposomas comerciales es adecuado para teñir lana a temperaturas inferiores y/o menores períodos de tiempo que aquellos necesarios en tinturas convencionales de lana. Así, la tintura de la lana pudo realizarse a 80 °C usando liposomas al 1-2% sobre peso de lana con un nivel satisfactorio de agotamiento y fijación del colorante sobre la fibra y buenas propiedades mecánicas y de tacto. La principal novedad de este procedimiento es el uso de liposomas comerciales como un simple aditivo de baño de tintura. Concentraciones crecientes de liposomas en el baño de tintura mejoraron a altas temperaturas el agotamiento del colorante sobre la fibra. Sin embargo, la fijación de colorante sobre la fibra a estas temperaturas fue independiente de la concentración de liposomas, aunque dependió de la concentración de colorante. El uso de liposomas mejoró en todos los casos el efecto de igualado del colorante con relación al uso de auxiliares convencionales. Aunque la concentración de liposomas no afectó significativamente las propiedades mecánicas de los hilos, se identificó una concentración óptima de liposomas capaz de mejorar sus características de tacto (fricción hilo-hilo).

**Palabras clave:** Tintura de lana, liposomas de fosfatidilcolina, diseño factorial de Box y Behnken para tres variables, cinéticas de tintura, adsorción y fijación de colorante, Propiedades mecánicas y suavidad de la lana, tenacidad y elongación del hilo, fricción del hilo contra metal y fricción de hilo contra hilo.

### 0.2. Summary. THE USE OF INDUSTRIAL LIPOSOMES IN WOOL DYEING IN A PILOT PLANT USING COMPLEX 1,2 METALLIC DYES

The use of a commercial type of suspension of phosphatidylcholine liposome of a defined size (approximately 100 nm) as a carrier of complex metallic azoic dye 1,2 "Lanaset Yellow 2R" on untreated wool fibres in a pilot plant was examined. To study the influence of experimental conditions on the dyeing process and on the properties of the dyed yarn, a Box and Behnken factorial model for three variables was used. The results obtained in this optimisation study allow us to conclude that commercial liposomes are suitable for dyeing of wool at lower temperatures and/or shorter periods of time than those necessary for conventional wool dyeing. Thus, wool dyeing was carried out at a temperature of 80° using liposomes at 1-2% of wool weight with a satisfactory level of exhaustion and colour fixing on the fibre and good mechanical and tactile properties. The main novelty of this procedure is the use of commercial liposomes as a simple additive to the dye bath. Increased concentrations of liposomes in the dye bath improved dye exhaustion on the fibre at high temperatures. Nevertheless, colour fixing on the fibre at these temperatures was independent of the liposome concentration, although it did depend on dye concentration. In all cases the use of liposomes improved colour uniformity as compared to conventional auxiliaries. Although liposome concentration did not have any significant effect on the mechanical properties of the yarn, an optimum liposome concentration was identified which was capable of improving tactile characteristics (yarn-yarn friction).

\* Departamento de Tensioactivos. Consejo Superior de Investigaciones Científicas (C.S.I.C.), Centro de Investigación y Desarrollo (C.I.D.), Barcelona.

\*\* Ecotecnologías. (C.S.I.C.), C.I.D.

\*\*\* Serra, Tints y Blanqueig, S.A. Sabadell.

**Key words:** Wool dyeing, phosphatidylcholine liposomes, Box and Behnken factorial design for three variables, kinetics of dyeing, dye absorption and fixing, mechanical properties and softness of the wool, yarn tenacity and elongation, yarn-metal and yarn-yarn friction.

### 0.3. **Résumé. EMPLOI DE LIPOSOMES INDUSTRIELS DANS LA TEINTURE DE LA LAINE À UN NIVEAU D'USINE PILOTE, EN UTILISANT DES COLORANTS DU TYPE COMPLEXE MÉTALLIQUE 1:2**

*Nous avons fait des recherches sur l'application d'une suspension de liposomes de type commercial de phosphatidilcholine d'une certaine taille (environ 100 nm) pour transporter le colorant azoïque de complexe métallique 1:2 "Lanaset Yellow 2R" sur des fibres de laine non traitée à un niveau d'usine pilote. Pour explorer l'influence des conditions expérimentales sur le cycle de teinture et sur les propriétés des fils teints, nous avons utilisé un modèle industriel de Box et Behnken pour trois variables. A partir des résultats de cette étude convient à la teinture de la laine à des températures inférieures et/ou avec des durées de cycles également inférieures à celles de la teinture conventionnelle de la laine. Ainsi, nous avons pu teindre la laine à 80 °C avec des liposomes employés à raison de 1-2% du poids de laine, avec un niveau satisfaisant quant mécaniques et un touceur intéressant. La principale nouveauté consiste à employer des liposomes commerciaux comme un simple adjuvant du bain de teinture. Des concentrations croissantes de liposomes dans le bain de teinture, à hautes températures, ont amélioré l'épuisement du colorant sur la fibre. Néanmoins, la fixation du colorant sur la fibre s'est avérée indépendante de la concentration des liposomes, mais dépendante en revanche de la concentration du colorant. Dans tous les cas, les liposomes ont amélioré l'effet uniforme du colorant par rapport à l'import d'adjuvants conventionnels. Bien que la concentration des liposomes n'ait pas eu d'incidence significative sur les propriétés mécaniques des fils, nous avons identifié une concentration optimale de liposomes, capable d'améliorer les caractéristiques de toucher (friction fil contre fil).*

*Mots clés: Teinture de la laine, liposomes de phosphatidilcholine, conception industrielle de box et Behnken pour trois variables, cinétiques de teinture, adsorption et fixation de colorant, propriétés mécaniques et douceur de la laine, ténacité et élongation du fil, friction fil contre métal et friction fil contre fil.*

## 1. INTRODUCCIÓN

En la última década se han desarrollado un buen número de investigaciones usando diferentes carriers capaces de reducir el efecto degradativo de los procesos convencionales de tintura. Así, la tecnología de microencapsulación ha dado lugar a una serie de innovaciones utilizando los principios básicos del "targeting", difusión suave y protección de esta delicada fibra<sup>14</sup>. El uso

potencial de liposomas como carriers en el acabado textil de la lana está basado en<sup>1)</sup> la similitud que existe entre la estructura de bicapa del "cell membrane complex" (CMC) y aquella de los liposomas, (ii) el importante papel desempeñado por el CMC en el transporte de productos químicos al interior de las fibras y (iii) la importancia relevante de las interacciones hidrofóbicas en la organización estructural de la lana. En este sentido, liposomas preparados con pura fosfatidilcolina (PC) o conteniendo lípidos presente en el CMC tales como el colesterol, han sido utilizados como vehículos de soluciones acuosas de cloro en procesos de cloración de la lana<sup>5-6</sup>. Estas aplicaciones dieron lugar a una mejora tanto en la regularidad como en la homogeneidad de estos tratamientos oxidativos, minimizando la degradación de la lana y facilitando los subsecuentes tratamientos del procesado de la lana. Asimismo, nuestro equipo de investigación estudió el uso de liposomas formados por fosfatidilcolina o conteniendo proporciones crecientes de colesterol como "carriers" de colorantes comerciales del tipo "milling acid", azoicos dispersos, y de complejo metálico 1:2 en la tintura de lana no pretratada a nivel de laboratorio<sup>7-10</sup>. Recientemente se ha investigado el uso de liposomas en la tintura de hilos de lana y poliéster<sup>13</sup>. La presencia de estas estructuras de bicapa en el baño de tintura dió lugar a un marcado aumento en la cantidad de colorante fijado en estas dos fibras.

En el presente trabajo extendemos estas investigaciones estudiando el efecto causado por los liposomas comerciales de fosfatidilcolina (PC) AAL-100 (Transtech S.L.), en la tintura de hilo de lana no pretratada a escala de planta piloto usando el colorante azoico de complejo metálico 1:2 "Lanaset Yellow 2R" ampliamente usado en la industria lanera. En esta investigación los liposomas se añadieron al baño de tintura como un simple aditivo en contraste con nuestras previas investigaciones<sup>7-10</sup> en las cuales los liposomas fueron especialmente preparados en presencia de los colorantes. Se ha explorado la influencia de las condiciones experimentales sobre el proceso de tintura así como sobre las propiedades de los hilos teñidos usando un diseño factorial de Box y Behnken para tres variables<sup>(2,3)</sup>. Esta aplicación ha sido examinada, en base a los aspectos cinéticos de la adsorción de colorante y las fuerzas de unión colorante-fibra en las fibras de lana así como la tenacidad y elongación del hilo y la fricción de hilo contra metal y hilo contra hilo. Esta información junto con aquella obtenida para diferentes colorantes a escala de laboratorio confirma la viabilidad de los liposomas de PC como "carriers" de un colorante azoico de complejo metálico 1:2 extensamente usado en tintura de lana en esta aplicación tecnológica a nivel de planta piloto.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales

Se utilizó hilo de Lana 100% 31.25 tex (1/32 Nm). Las muestras de lana fueron extraídas en Soxhlet por un período de 2 horas con cloruro de metileno, lavadas con agua desionizada (Milli-Ro system de Millipore) y sacadas a temperatura ambiente. Se seleccionó para este estudio el colorante comercial azoico de complejo metálico 1:2 de Ciba-Geigy "Lanaset Yellow 2R" (mezcla de colorantes azoicos de complejo metálico 1:2 conteniendo 10-20% del colorante Acid Yellow 220) dado su extendido uso en la tintura industrial de la lana. Los liposomas comerciales para aplicaciones biológicas "AAL-100" conteniendo 100mg por ml de fosfatidilcolina fueron suministrado por la empresa Transtechnics S.L.-Dianorm, (Barcelona, España). El tensioactivo noiónico Triton X-100 (octilfenol con 10 unidades de óxido de etileno y una materia activa del 100%) fue suministrado por Tenneco S.A. (Barcelona, España).

### 2.2. Procedimiento de tintura

Se realizó un lavado previo de los hilos de lana usando Kerasol ESA 176 (1 mL/L) a una relación de baño de 20:1 durante un período de 5 minutos a 40°C. Las muestras de hilo de lana 100%, 31.25 tex (1/32 Nm) fueron teñidas con el colorante azoico de complejo metálico 1:2 "Lanaset Yellow 2R" a tres niveles de concentración de colorante. El liposoma "AAL-100", fue directamente añadido al baño de tintura a tres niveles de concentración

lipídica. La tintura de lana se realizó a un pH constante de 4.5 (adición controlada de ácido acético) y con una relación de baño de 20:1. La tintura se inició a 40°C y la temperatura se aumentó 1°C/min según el diseño factorial de Box y Behnken para tres variables <sup>2)</sup>. Las Tablas 1 y 2 muestran las características del diseño experimental usado y las variables de tintura investigadas, respectivamente. La tintura se realizó usando el aparato de tintura a escala de planta piloto Redchrome (Ugolini, Italy) equipado con un microprocesador Becatron AG Datex-Micro (Müllheim, Switzerland).

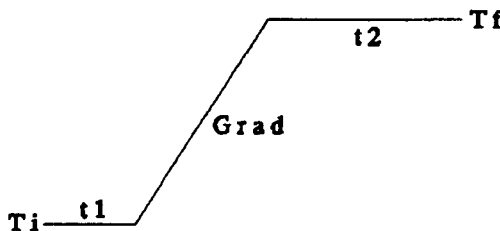
El agotamiento del baño de tintura se determinó espectrofotométricamente usando un espectrofotómetro Shimadzu UV-265FW. Alicuotas del baño de tintura conteniendo liposomas (0.5 ml) fueron periódicamente añadidas a cubetas de cuarzo conteniendo 2 ml de una solución acuosa del tensioactivo noiónico Triton X-100 (2% w/v). La interacción entre el Triton X-100 y la suspensión de liposomas "AAL-100" dio lugar a la completa solubilización de los lípidos vía formación de micelas mixtas<sup>11-12)</sup>, transformando las suspensiones de liposomas en soluciones micelares transparentes.

La Figura 1 muestra el efecto de la solubilización de los liposomas de PC por el tensioactivo Triton X-100 en el espectro de absorción del colorante (concentración de PC 0.5, 1.0 y 2.0% sobre peso de fibra). Puede observarse que el  $\lambda_{max}$  del colorante usado en el presente estudio no cambió en presencia de cantidades crecientes de PC en las micelas mixtas lípido-tensioactivo.

TABLA 1

Características del diseño experimental de Box y Behnken para tres variables usado para la tintura de lana con liposomas

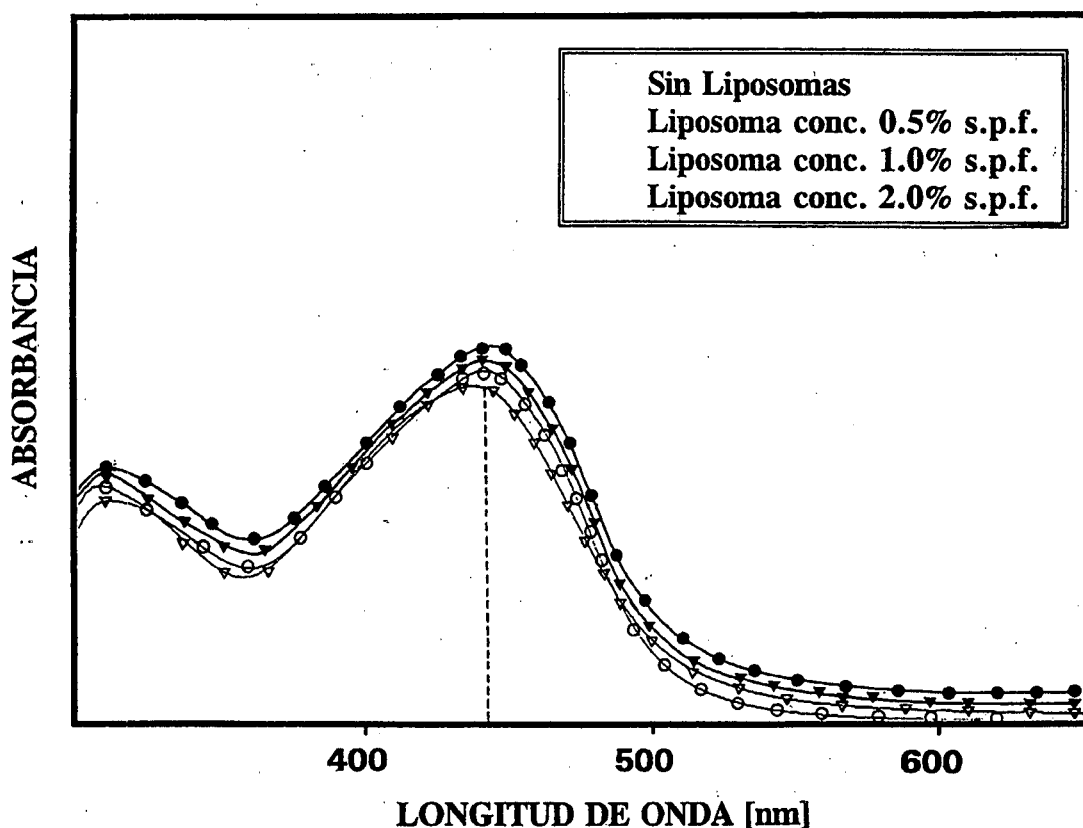
<b>Diseño</b>	Factorial Box & Behnken (3 variables) + 2 × 3 Factorial (4 <sup>a</sup> variable)
<b>Colorante</b>	"Lanaset Yellow 2R" (Azoico de complejo metálico 1:2)
<b>Substrato</b>	Lana 100% hilo 1/32 Nm
<b>Constantes Proceso Tintura</b>	<p>Lavado previo: Kerasol ESA 176 1 ml/l durante 5 min a 40°C</p> <p>Procedimiento tintura</p> <p>BR: 1/15</p> <p>Liposoma AAL</p> <p>pH 4.5 (Acido acético)</p> <p>Ti = 40°C, t1 = 5 min,</p> <p>Grad = 1°C/min</p> <p>Lavado agua, secado a 80°C</p>



**TABLA 2**

Variables del diseño experimental de Box y Behnken para tres variables usado para la tintura la lana con liposomas

VARIABLES TINTURA	nivel bajo	nivel medio	nivel alto
Temperatura Tf [°C]	60	79	98
Concentración Liposoma Lc [% oww]	0	1	2
Concentración Colorante Dc [% oww]	0.2	1.0	1.8
Tiempo t2 [min]	15	30	45



**FIGURA 1:** Espectro de adsorción del colorante azoico de complejo metálico 1:2 "Lanaset Yellow 2R" en presencia de micelas mixtas lipido/Triton X-100 a diferentes concentraciones de fosfatidilcolina.

**2.3. Extracción del colorante**

El colorante unido superficialmente a las fibras por fuerzas no polares (interacciones hidrofóbicas, fuerzas de van der Waals y puentes de hidrógeno) fue extraído con puro etanol a 25°C durante 60 min<sup>7</sup>. Subsecuentes extracciones con solución amoniacal (0.5% a 60°C durante 15 minutos) extrajo el colorante difundido en el interior de la fibra y no substancialmente unido por uniones iónicas<sup>16</sup>. La concentración de colorante extraído se evaluó en todos los casos espectrofotométricamente.

Los porcentajes de fijación de colorante [Df] a las fibras de lana se expresaron por la siguiente ecuación:

$$Df = [(C_A - C_E) / C_A] \cdot 100 \quad (1)$$

donde C<sub>A</sub> es la cantidad de colorante adsorbido (agotamiento de colorante dado en mg de colorante por gramo de lana) y C<sub>E</sub> es la cantidad total de colorante extraído con puro etanol y amoníaco (mg colorante por gr de lana).

### 2.4. Propiedades mecánicas del hilo

Los métodos usados para calcular la tenacidad del hilo, la elongación a su ruptura, la fricción hilo contra metal y la fricción hilo contra hilo han sido previamente descritos<sup>1,15</sup>. Para medir la fricción de hilo contra hilo y la fricción de hilo contra metal se utilizó el aparato F Meter. Se tomó una tensión de 5 cN y el valor medio de la resistencia al movimiento relativo del hilo se consideró como la resistencia de fricción del hilo. Para estudiar la fricción hilo contra hilo, un fragmento de hilo se movió a 0.5 cm/min en contacto con sigomismo en 3 pasadas, de acuerdo con el método estándar de trenzado. Para estudiar la fricción hilo contra metal, un fragmento de hilo se movió a 5 cm/min frotando la horquilla del metal del aparato con un ángulo de contacto de 54°. El valor medio de las tensiones

obtenidas fue considerado como la resistencia friccional del hilo.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las respuestas experimentales correspondientes al agotamiento de colorante De [%], fijación de colorante Df [%], tenacidad del hilo Te [cN/tex] y elongación del hilo El [%], fricción del hilo contra el metal Mf [cN] y fricción hilo contra hilo Yf [cN] fueron medidas en las 21 muestras estudiadas, de acuerdo con el plan experimental de Box y Behnken<sup>2</sup> indicado en la Tabla 3. Las condiciones experimentales y los resultados obtenidos de acuerdo con los símbolos y unidades descritas anteriormente se indican asimismo en la Tabla 3.

TABLA 3

Plan experimental correspondiente al diseño de Box y Behnken basado en los siguientes factores: temperatura final de tintura [Tf], concentración de los liposomas [Lc] y concentración del colorante [Dc] (experimentos 1-15), y el 2X3 diseño factorial basado en la variación del tiempo de tintura [t2] (experimentos 16-21). Se incluyen asimismo las respuestas experimentales para: Te (tenacidad del hilo), El (elongación del hilo) De, (agotamiento del colorante), Mf (fricción de hilo contra metal), Yf (fricción de hilo contra hilo), y Df (fijación del colorante)

run nr.	VALORES EXPERIMENTALES				RESPUESTAS					
	Tf [°C]	Lc [%]	Dc [%]	t2 [mn]	Te [cN/tex]	El [%]	De [%]	Mf [cN]	Yf [cN]	Df [%]
1	79.00	1.00	1.00	30.0	4.79	10.40	98.90	5.69	22.40	84.12
2	60.00	0.00	1.00	30.0	4.76	11.91	95.10	4.18	19.74	72.03
3	98.00	0.00	1.00	30.0	3.96	10.19	98.50	4.11	20.80	92.44
4	60.00	2.00	1.00	30.0	4.63	12.19	27.80	3.85	18.80	21.49
5	98.00	2.00	1.00	30.0	4.39	9.64	98.30	4.31	20.47	86.55
6	60.00	1.00	0.20	30.0	5.00	11.61	61.80	4.29	20.54	27.50
7	98.00	1.00	0.20	30.0	4.71	9.91	96.70	4.37	23.47	80.00
8	79.00	1.00	1.00	30.0	4.45	8.78	92.80	4.64	21.77	80.32
9	60.00	1.00	1.80	30.0	4.65	9.21	28.20	3.90	20.52	16.51
10	98.00	1.00	1.80	30.0	4.51	9.38	99.40	6.48	20.60	92.01
11	79.00	0.00	0.20	30.0	4.27	8.93	95.80	6.17	20.57	78.90
12	79.00	2.00	0.20	30.0	5.00	10.06	80.40	6.39	20.87	64.65
13	79.00	0.00	1.80	30.0	5.10	9.32	97.70	4.36	19.47	92.77
14	79.00	2.00	1.80	30.0	5.00	10.14	78.20	4.54	20.30	69.18
15	79.00	1.00	1.00	30.0	4.54	9.52	97.80	4.80	19.90	85.58
16	79.00	1.00	1.00	15.0	4.45	10.54	86.98	5.01	20.04	75.36
17	79.00	1.00	1.00	15.0	4.39	11.72	89.20	5.27	21.07	80.06
18	79.00	1.00	1.00	15.0	4.31	10.48	90.81	5.17	20.67	76.36
19	79.00	1.00	1.00	45.0	4.71	12.13	98.59	5.10	20.40	87.07
20	79.00	1.00	1.00	45.0	4.65	10.89	98.27	5.31	21.24	86.61
21	79.00	1.00	1.00	45.0	4.99	9.88	98.84	5.11	20.44	88.02

Utilizando el análisis de la variancia<sup>2,3</sup> y el método de regresión<sup>4</sup>, se identificaron las variables significativas y se obtuvieron modelos polinomiales de segundo orden para explicar la relación entre la temperatura de tintura [Tf], la concentración de liposomas y la concentración de colorante sobre el agotamiento del baño de tintura [De], la fijación de colorante [Df], y las otras propiedades mecánicas de los hilos. Sólo las variables con un nivel mínimo de significancia (5%) fueron incluidas en el modelo.

Dado que la influencia de estas variables sobre las propiedades mecánicas de los hilos fueron pequeñas se consideraron en este caso y de un modo excepcional las variables con un nivel del 10% de significancia. Utilizando un proceso de "backward", las variables no significativas fueron eliminadas de la ecuación y sus efectos fueron agrupados con la suma residual de cuadrados a fin de medir en nivel de significancia de las variables en el conjunto del modelo. Las ecuaciones obtenidas

con una indicación del nivel de significancia de las variables y el coeficiente de determinación  $R^2$  se indican en la Tabla 4.

A fin de estudiar la influencia de  $t_2$  sobre las respuestas experimentales se realizó el análisis de la variancia. El análisis de las respuestas decompone la variancia de este parámetro en dos componentes: Un componente debido a la variación de  $t_2$  con 2 grados de libertad y un componente debido al error experimental con 6 grados de libertad.

La Tabla 4 muestra que la temperatura y la concentración de los liposomas ejerció una influencia sobre el agotamiento del colorante sobre la fibra del 86.9 %. En relación con la fijación del

colorante, esta variable dependió de la temperatura, de la concentración del liposoma y de la concentración de colorante, alcanzando un nivel de explicación del 94.53 %.

En relación con las propiedades mecánicas, los niveles de explicación del fenómeno fueron menores que aquellos obtenidos para el agotamiento y fijación del colorante, alcanzando valores del 41.5% para la tenacidad del hilo y 50% para su elongación y fricción hilo contra hilo. En el caso de la fricción hilo contra metal no se encontraron en el diseño variables significativas. Las únicas variables significativas que tuvieron influencia en la fricción hilo contra hilo fueron la temperatura y la concentración de los liposomas.

**TABLA 4**

Coeficientes de regresión con nivel significativo y coeficientes de determinación de los modelos explicativos de los resultados de agotamiento, fijación y propiedades mecánicas del hilo en función de la temperatura, concentración de liposomas y concentración de colorante

Variables ecuación	De [%]	Df [%]	Te [cN/tex]	El [%]	Yf [cN]
Constante	-194.78	-316.77	5.6562	28.761	17.162
Temperatura Tf	7.274■	9.162■	-0.0097○	-0.4374■	0.0378■
Liposoma Conc. Lc	-82.55□	-58.19□	-	-	2.3561
Colorante Conc. Dc	-	36.84	-0.8223	-0.3844	-
Interacción Tf×Lc	0.883□	0.588■	-	-	-
Interacción Tf×Dc	-	-	-	-	-
Interacción Lc×Dc	-	-	-	-	-
Efecto cuadrático Tf <sup>2</sup>	-0.044■	-0.053□	-	0.0025○	-
Efecto cuadrático Lc <sup>2</sup>	-	-	-	-	-1.1868■
Efecto cuadrático Dc <sup>2</sup>	-	-16.90■	0.4330○	-	-
Determinat. Coef. R <sup>2</sup>	0.8690	0.9453	0.4150	0.5160	0.5009
Nivel de Significación:	■ 0.1 %, □ 1 %, ■ 5 %, ○ 10 %				

### 3.1. Agotamiento del colorante

La influencia de la concentración de los liposomas [Lc] y de la temperatura final de la tintura [Tf] sobre el porcentaje final del agotamiento del colorante [De] para una concentración de colorante del 1.0 % (sobre peso de fibra) se representa en la Figura 2. Dada la muy baja influencia de la concentración de colorante sobre De (ver Tabla 4), las superficies de respuesta de esta Figura son también válidas en todo el rango de concentración de colorante investigado.

A bajo nivel de temperaturas (60-70 °C) un aumento en la concentración de liposomas dio lugar a una disminución en el nivel de agotamiento del

colorante. Sin embargo, a mayores temperaturas (85-100°C) se produjo el efecto contrario. Así, a altas temperaturas un aumento de la concentración de liposomas dio lugar a valores de agotamiento de baño del 100%. En consecuencia, el 90% de agotamiento del colorante se alcanzó en un ancho rango de temperaturas finales (desde 86 a 100 °C) y concentraciones de liposomas.

A fin de valorar la influencia del tiempo de tintura a la mayor temperatura [ $t_2= 79^\circ\text{C}$ ] sobre el porcentaje de agotamiento del colorante [De] las tres réplicas realizadas a 15 minutos (experimentos. 16, 17 y 18), 30 minutos (experimentos. 1, 8 y 15) y 45 minutos (experimentos. 19, 20 y 21) se

compararon por medio del análisis de la varianza (concentración de liposomas y colorante del 1.0 % sobre peso de fibra). Los valores de probabilidad de la relación Snedecor F (que en este caso fue igual a 14.86) fueron menores que 0.01, existiendo en consecuencia una mayor diferencia significativa en De debido a t2. El análisis de estos datos (Tabla 3) revela que a mayor tiempo de tintura mayor el agotamiento de colorante, aunque para tiempos más largos de 30 minutos el incremento en el agotamiento del colorante no fue significativo.

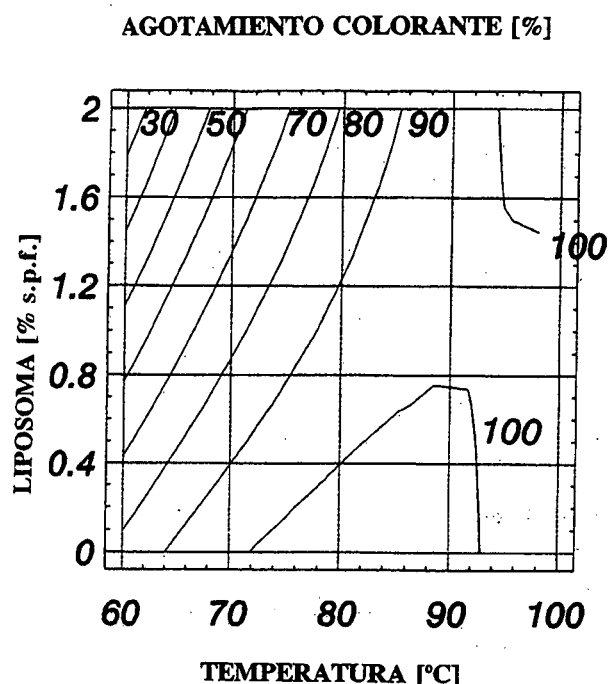


FIGURA 2: Influencia de la temperatura de tintura y de la concentración de los liposomas en el agotamiento del colorante "Lanaset Yellow 2R" sobre muestras de lana no tratada. Concentración de colorante 1.0% sobre peso de fibra.

### 3.2. Fijación del colorante

Las Figuras 3, 4 y 5 muestran la variación en la fijación del colorante [Df] correspondiente a la variación de la temperatura final [Tf] y de la concentración de liposomas [Lc] para concentraciones del colorante "Lanaset Yellow 2R" del 0.2, 1.0 y 1.8 % (sobre peso de fibra), respectivamente.

La influencia de las variables investigadas sobre el porcentaje de colorante fijado a las fibras mostró similar tendencias que las mostradas por estas variables sobre el agotamiento del colorante (Figura 2), aunque en este caso la concentración del colorante mostró una pequeña influencia sobre la fijación del colorante a la fibra. Así, los máximos niveles de fijación del colorante se alcanzaron para una concentración de colorante del 1.0 %, mientras que al 0.2 % y al 1.8 % los niveles de fijación fueron

menores. El análisis global de estas tres áreas de respuesta muestras que aunque un aumento en la concentración de los liposomas dio lugar a menores niveles de fijación del colorante, a mayor temperatura de tintura menor fue la disminución del porcentaje de fijación del colorante. En consecuencia, en el rango de temperaturas finales de tintura entre 80 °C y 100 °C el nivel de colorante fijado puede ser considerado como independiente de la concentración de los liposomas en el baño de tintura.

A fin de determinar la influencia del tiempo de tintura a la mayor temperatura [t2= 79 °C] sobre el porcentaje de fijación del colorante [Df] las tres réplicas realizadas a 15, 30 y 45 minutos (ver Tabla 3) se compararon por medio del análisis de la varianza. Este análisis indicó que la influencia de [t2] sobre [Df] fue también muy significativa. El análisis de estos datos (Tabla 3) muestra que a mayor tiempo de tintura mayor fijación final del colorante.

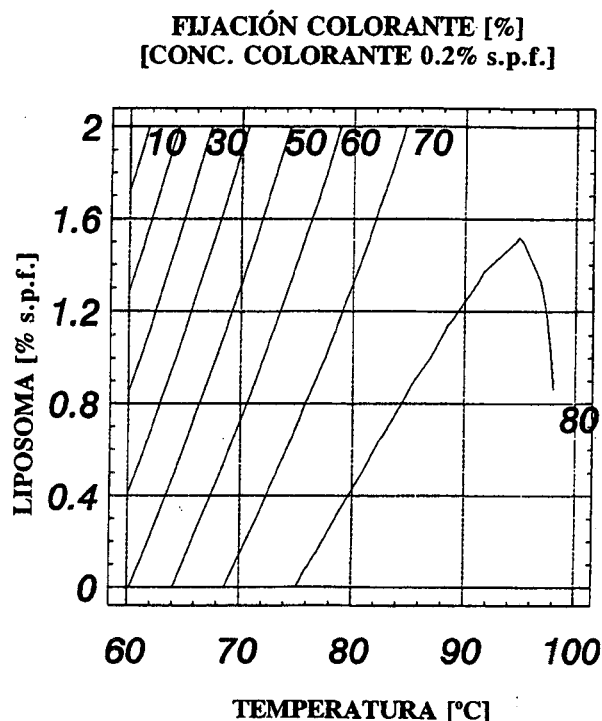


FIGURA 3: Influencia de la temperatura de tintura y de la concentración de los liposomas en la fijación del colorante "Lanaset Yellow 2R" sobre muestras de lana no tratada. Concentración de colorante 0.2% sobre peso de fibra.

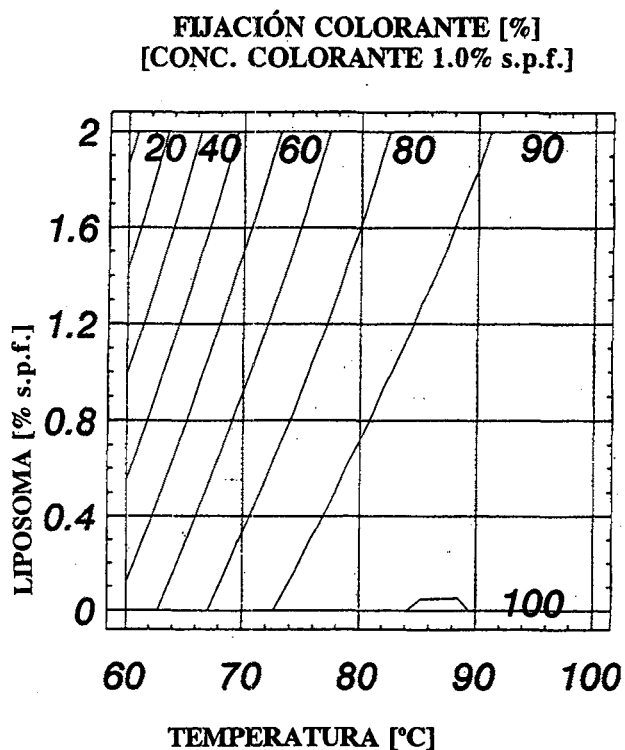


FIGURA 4: Influencia de la temperatura de tinte y de la concentración de los liposomas en la fijación del colorante "Lanaset Yellow 2R" sobre muestras de lana no tratada. Concentración de colorante 1.0% sobre peso de fibra.

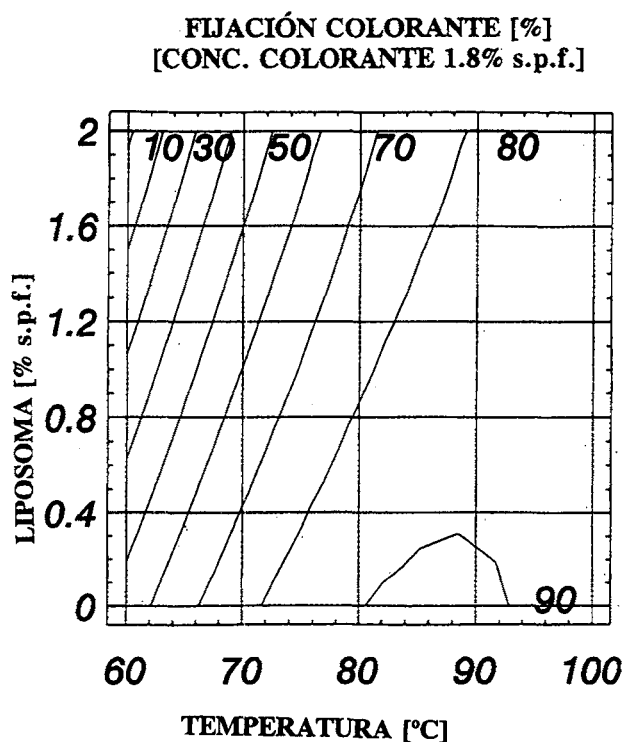


FIGURA 5: Influencia de la temperatura de tinte y de la concentración de los liposomas en la fijación del colorante "Lanaset Yellow 2R" sobre muestras de lana no tratada. Concentración de colorante 1.8 % sobre peso de fibra.

### 3.3. Igualación del colorante

En términos generales, el comportamiento cinético del proceso de tinte investigado indicó que el uso de liposomas comerciales de PC dio lugar en las primeras etapas del proceso de tinte a la inhibición del agotamiento de colorante, que mejoró en todos los casos el efecto de igualación del colorante en relación con el efecto de igualación obtenido usando auxiliares convencionales. Este comportamiento está de acuerdo con los resultados previamente publicados para el uso de liposomas de PC y para aquellos formados por mezclas de PC y colesterol en la tinte de lana no tratada con diferentes tipos de colorante a nivel de laboratorio<sup>7-10</sup>. El hecho que tanto el colorante como los liposomas usados en esta investigación fueran de tipo comercial enfatiza la vía viabilidad del uso de liposomas como agentes igualadores en la tinte industrial de la lana a escala de planta piloto.

### 3.4. Propiedades mecánicas del hilo

Las variables más significativas que afectaron las propiedades mecánicas de los hilos de lana fueron la temperatura final [Tf] y el tiempo de tinte [t2]. La influencia de estas variables en la tenacidad del hilo [Te] fue muy pequeña, alcanzando sólo niveles significativos del 10%. En consecuencia, la tenacidad del hilo puede ser considerada como independiente de estas variables.

Para valorar la influencia del tiempo de tinte a alta temperatura [t2= 79°C] sobre la tenacidad del hilo [Te] las tres réplicas realizadas a 15, 30 y 45 minutos (ver Tabla 3) se compararon por medio de análisis de la variancia. Este análisis indicó que la influencia de [t2] sobre [Te] fue también muy significativa. El análisis de estos datos (Tabla 4) indica que a mayor tiempo de tinte mayor tenacidad del hilo.

La Figura 6 muestra la influencia de la temperatura final de tinte [Tf] sobre la elongación del hilo a la ruptura. Puede observarse en esta Figura que este parámetro disminuyó con el incremento de la temperatura. No se observó ninguna influencia del tiempo de tinte [t2] sobre la elongación a la ruptura. Ni los efectos de la concentración de liposomas ni de la concentración del colorante fueron significativos sobre los parámetros mecánicos del hilo.

### 3.5. Características de tacto de las muestras

Se realizaron una serie de mediciones objetivas tales como la fuerza de fricción de hilo contra hilo y la fuerza de fricción de hilo contra metal a fin de corroborar los datos determinados por medio de juicios subjetivos. La influencia de la concentración de los liposomas sobre la fricción de hilo contra metal no fue significativa. En relación con



las características de la fricción de hilo contra hilo (Figura 7), aunque el rango de variación no fue muy alto, se identificó una concentración óptima de liposomas (desde 0.8 hasta 1.2 % sobre peso de fibra). Cuando la temperatura de tintura aumentó, la fricción hilo contra hilo también aumentó. La influencia del tiempo de tintura [t2] y de la concentración del colorante [Dc] sobre los resultados de la fricción de hilo contra hilo no fueron significativos.

En términos generales, el hecho que tanto el colorante como los liposomas usados en esta investigación fueron productos comerciales da soporte a la potencial aplicación de este proceso a nivel industrial con las mejoras tecnológicas antes indicadas. Bajo el punto de vista ecológico, la aplicación de liposomas de PC (más del 90% de biodegradación una semana después de su aplicación) como una alternativa al uso de agentes auxiliares convencionales de tipo sintético (que normalmente necesitan de 3 a 4 semanas para ser completamente biodegradados) puede considerarse asimismo como una ventaja adicional de esta aplicación tecnológica.

#### ELONGACIÓN DEL HILO [%]

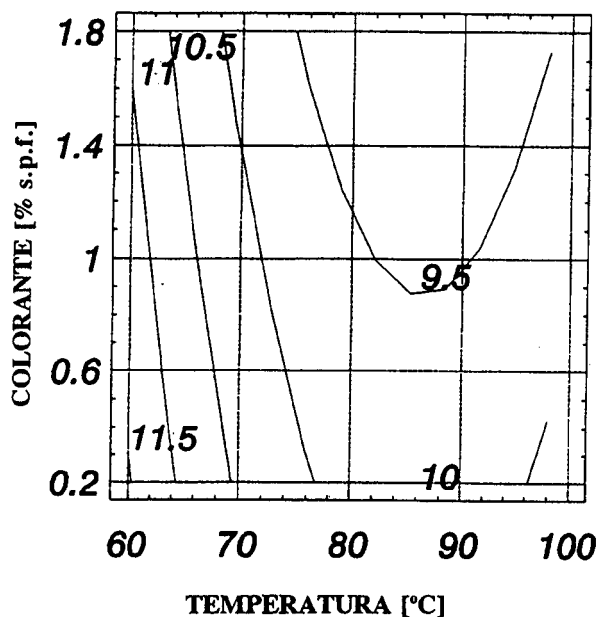


FIGURA 6: Influencia de la temperatura de tintura y de la concentración de colorante sobre la elongación del hilo a su ruptura para todas las concentraciones de liposomas investigadas.

#### FRICCIÓN DEL HILO [cN]

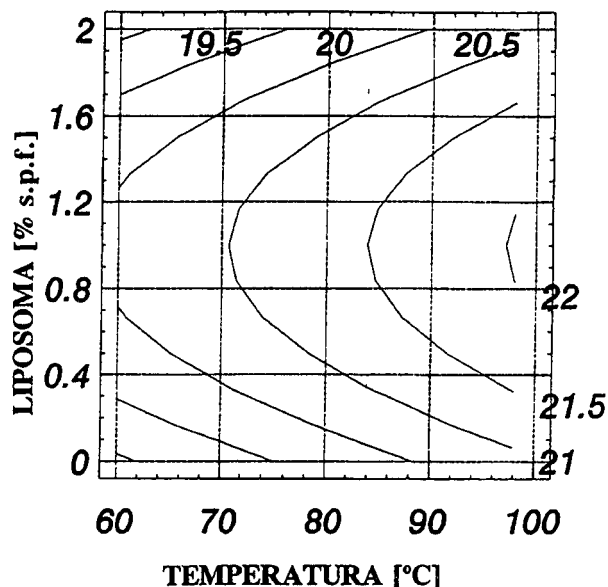


FIGURA 7: Influencia de la concentración de liposomas y de la temperatura de tintura en la fricción de hilo contra hilo para todas las concentraciones de colorante investigadas.

#### 4. CONCLUSIONES

4.1. A partir del presente estudio de optimización podemos concluir que el uso de liposomas comerciales de PC simplemente añadidos al baño de tintura (como alternativa a los auxiliares de tintura usados hasta el presente) resultó ser útil a nivel de planta piloto para teñir hilos de lana no tratada a temperaturas inferiores y menores períodos de tiempo que aquellos necesarios para la tintura convencional de la lana usando el colorante azoico de complejo metálico 1:2 "Lanaset Yellow 2R". Así, la tintura de la lana pudo realizarse usando estos liposomas a 80 °C con niveles satisfactorios de agotamiento y fijación del colorante, exhibiendo la lana buenas propiedades mecánicas y de tacto. Concentraciones altas de liposomas mejoraron el agotamiento del colorante a altas temperaturas de tintura. La fijación del colorante fue independiente de la concentración de liposomas a altas temperaturas, pero dependió de la concentración del colorante. El uso de liposomas mejoró en todos los casos el efecto de igualación del colorante en relación con aquel obtenido usando auxiliares convencionales. Aunque la concentración de liposomas no afectó las propiedades mecánicas de los hilos, se identificó una concentración óptima que mejoró sus características de tacto (basadas en las modificaciones inducidas en la fricción de hilo contra hilo).

4.2. Dado que la influencia del tiempo de tintura [t<sub>2</sub>] fue determinada por medio de puntos experimentales adicionales añadidos al diseño original de Box y Behnken<sup>2,3</sup>, su efecto se comprobó a través de ANOVA. El tiempo tuvo una influencia significativa sobre el agotamiento final del colorante [De], la fijación del colorante [Df] y la tenacidad del hilo [Te].

## 5. AGRADECIMIENTOS

Esta investigación ha sido financiada con fondos del proyecto CRAFT (BES2-2213, 1996)(BRITE EURAM III) y con fondos del proyecto PETRI (95-00580P, 1995) (CICYT), España. Los autores agradecen la asistencia técnica de Mr. G. Knorring.

## 6. BIBLIOGRAFÍA

1. American Society For Testing and Materials Standards, "Breaking Load and Elongation of Yarn by Single-Strand Method", ASTM Standard D-2256-80, Philadelphia, PA.
2. Box, G.E.P., Behnken, D.W. *Technometrics*, 2, 455-475 (1960).
3. Box, G.E.P., Hunter, W.G. and Hunter, J.S. in: "Statistics for Experimenters. An Introduction to Design, Data Analysis and Model Building". Edited by J. Wiley & Sons, New York, (1986).
4. Draper, N., and Smith, H. in: "Applied Regression Analysis". Edited by Wiley Interscience, (1980).

5. de la Maza, A., Parra, J.L. and Bosch, P. *Textile Res. J.*, **61**, 357-362, (1991).
6. de la Maza, A. and Parra, J.L. *Textile Res. J.*, **63**, 44-50, (1993).
7. de la Maza, A., Parra, J.L., Bosch, P. and Coderch, L. *Textile Res. J.*, **62**, 406-413 (1992).
8. de la Maza, A., Parra, J.L. and Manich, A. *Textile Res. J.*, **63**, 643-649, (1993).
9. de la Maza, A., Manich, A.M., Coderch, L. and Parra, J.L. *Textile Res. J.*, **65**, 163-170, (1995).
10. de la Maza, A., Coderch, L., Manich A.M., and Parra, J.L.. *Textile Res. J.*, **67**, 325-333, (1997).
11. Lichtenberg, D., Robson J. and Dennis, E.A. *Biochim. Biophys. Acta*, **737**, 285-304, (1983).
12. de la Maza, A., and Parra, J.L. *Biochem. J.* **303**, 907-914, (1994).
13. Martí, M., Coderch L., de la Maza, A., Manich, A.M., and Parra, J.L.. *Textile Res. J.* (in press).
14. Nelson, G., *Rev. Prog. Coloration*, **21**, 72-85, (1991).
15. Rothschild Elektronische Mess- und Steuergeräte. F-Meter Apparat, Instruction Manual. Zürich.
16. Trotman, E.R. chapter 21, in "Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres", Edited by Charles Griffin and Company Ltd., England, (1984).

Trabajo presentado en: 1998.12.01.

Aceptado en: 1998.12.18.