

# Ensayos Químicos en la Manufacturación de la Lana\*

por el Prof. Dr. Ing. H. ZAHN

Director del Instituto Alemán de Investigaciones de la Lana

*Señores:*

*Es para mí un honor y satisfacción, poder hablar ante Vdes. sobre los métodos de ensayos químicos en la manufacturación de la lana y sus empleos prácticos, pero antes quisiera dar mis más efusivas gracias a la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Sección Textil, y muy especialmente a su Director, Profesor López-Amo, así como al Profesor Sr. Cegarra, por haberme proporcionado la oportunidad de llevar a cabo esta conferencia, que ellos han preparado y organizado de forma esmerada.*

## 1. Introducción.

Quisiera empezar mi exposición, indicando que en los últimos tiempos, tanto en el comercio de la lana y sobre todo en la industria lanera, al lado de valoraciones meramente subjetivas de esta fibra, se han introducido en gran medida procedimientos de valoración objetiva. Los resultados obtenidos proceden de mediciones efectuadas, las cuales dan origen a unas manifestaciones de tipo cuantitativo sobre las diferentes propiedades y calidades de la lana, así como sobre la de los productos intermedios y finales fabricados, en los diferentes estados de elaboración.

Este desarrollo se inició con la medición de la finura y la longitud de las fibras de lana, las cuales representan los parámetros físicos más importantes de esta fibra. Otros ensayos se fueron añadiendo a los anteriores y al mismo tiempo aumentaron, en grado sumo, las pruebas de control en el interior de las empresas. Estos ensayos no sólo suministraron datos de control meramente descriptivos, sino que con ellos se pretende, en primer lugar, el suministrar una ayuda para producir fabricaciones de tipo uniforme y además, el que los valores de standards de calidad efectivos puedan mantenerse dentro de estas fabricaciones. La aspiración de los ensayos no consiste, por lo tanto, en una mera "función policíaca" de parte del Servicio de Control de la empresa, sino sobre todo en dar una dirección que permita mantener o superar la calidad del producto acabado. Un medio de valiosa ayuda que se suele emplear cada día más, es el método de control de calidad por procedimientos estadísticos.

También en los controles de las empresas estaban y están, muchas veces en primer término, las características físicas y mecánicas tecnológicas. Como ejemplo, me permito mencionar la finura y uniformidad de cintas, mechas, e hilos, cuyos

---

\* Conferencia pronunciada en el Salón de Actos de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Tarrasa, el día 15 de Abril último

valores medios y dispersión suelen ser examinados con regularidad para poder conocer a tiempo y durante la producción posibles desviaciones. Si aquí voy aludiendo al tema propiamente mencionado por mí referente a las pruebas de medición, así como al control de calidad y su dirección y muy especialmente a las cualidades físicas y mecánico-tecnológicas de la lana y de los productos con ella obtenidos, lo he hecho para presentar este desarrollo de un modo bastante general. Al mismo tiempo, es mi intención, y considero que es necesario, aprovechando esta oportunidad, de presentar ante Vds. las valiosas contribuciones efectuadas por su país, que en gran escala han contribuido a este desarrollo.

En primer lugar quisiera indicar, sin que con ello tenga la pretensión de que mi referencia sea completa, aquéllas zonas de trabajo a las cuales ha contribuido el Profesor López-Amo. Me refiero a los estudios efectuados sobre diferentes propiedades de los hilos y especialmente a la medición de la torsión de los hilos. En la tercera Conferencia Internacional de la Investigación sobre la Lana (Cirtel) en París, el Profesor López-Amo presentó, como continuación de varios trabajos precedentes, una interesante proposición para la clasificación decimal de la lana, teniendo en cuenta la finura, longitud, grado de blanco, impurezas, resistencia y elasticidad de volumen. El Dr. Barella y sus colaboradores del Patronato de Investigación Científica y Técnica "Juan de la Cierva", han contribuido desde hace muchos años y con gran número de interesantes y útiles publicaciones, las cuales han servido de base para posteriores investigaciones, al desarrollo y empleo de técnicas de medición en las empresas. Naturalmente, no puedo aquí indicar en toda extensión, ni siquiera aproximadamente, la multiplicidad de estos trabajos, pero sin embargo quisiera, por lo menos, indicar los campos en los cuales ellos han trabajado. En relación con los ensayos sobre las propiedades de las fibras, el Dr. Barella y sus colaboradores se han ocupado de la finura y la medulación de la lana, lo que ha dado lugar a la publicación por el Comité Técnico de la Federación Lanera Internacional de una recomendación standard para la determinación del contenido de lana medulada. Ha efectuado nuevas investigaciones sobre la determinación de la resistencia de la fibra de lana por el método de paquete de fibras. En el campo de los productos intermedios y acabados, el Dr. Barella y sus colaboradores han trabajado en la medición y el tratamiento teórico de desigualdades y captación de los defectos de los hilos tales como neps, diferencias de diámetro, etc. Desde la medición de la cinta de carda hasta la de los hilos y tejidos, han ido desarrollando nuevos aparatos para los procedimientos de medida y se dieron valiosas orientaciones para otro tipo de investigaciones básicas acerca de la vellosidad de los hilos, influencia de la torsión sobre diferentes propiedades de los hilos, relación entre el diámetro de un hilo y su volumen. Finalmente deseo también indicar los trabajos efectuados por el Dr. Barella y sus colaboradores en relación a las propiedades de cohesión de fibras en las cintas de carda e hilos, y los estudios efectuados sobre frotamiento de los hilos y su resistencia, frente a los procesos en donde interviene un esfuerzo repetido. Estos últimos trabajos, de naturaleza dinámica, que acabo de mencionar, serán igualmente de mucha utilidad. El Dr. Barella informó de ellos en el Tercer Congreso Internacional para la Investigación de la Lana (Cirtel).

Por último, es necesario hacer resaltar de forma muy especial la aplicación de los métodos estadísticos al campo de los ensayos textiles. El Dr. Barella se ha dedicado a ello de un modo incansable para que estos métodos tuvieran una entrada y aplicación en el laboratorio y en la empresa. Él es uno de los pioneros en este campo, y sus esfuerzos encontraron reconocimiento concediéndosele un premio por la Federación Lanera Internacional. Deseo indicar, que los procedimientos estadísticos podrán tener una gran utilidad tanto en los trabajos físicos como químicos del laboratorio y de la empresa.

Después de esta digresión, que sin embargo consideré necesaria, deseo ahora aludir a los ensayos propiamente químicos. Al lado de los controles de costumbre, como por ejemplo, las determinaciones de concentración de los productos, hay una serie de características químicas en la lana, tales como el contenido de la grasa, contenido de álcali o el valor de su pH, para las cuales existen acuerdos entre el suministrador y el comprador. Un control regular durante el manufacturado puede también aquí contribuir de modo decisivo a que puedan mantenerse los valores acordados, al mismo tiempo que permiten efectuar las regulaciones necesarias en la producción, para que ésta se efectúe sin retrasos perjudiciales.

Actualmente han sido tomadas en consideración otras características químicas para enjuiciar la calidad de la fibra de lana y las variaciones que puedan presentarse eventualmente durante su elaboración. En el interés de la dirección de calidad y del sostenimiento de la misma, pero también para mejorar el proceso de trabajo, podrá ser de gran importancia averiguar ya en la empresa, una u otra de esas características y con los datos que de las mismas se obtengan intervenir, en caso necesario, para corregir los procesos de acabado.

En relación con ello, considero igualmente necesario el mencionar, tal como anteriormente lo hice con las investigaciones de tipo físico y mecánico-tecnológicas, las que los trabajadores e investigadores españoles han efectuado en el campo de la química, para su desarrollo e introducción en la industria.

Dado a estar ellas en una estrecha relación con el tema de mi conferencia y a que su número ha sido bastante grande, me temo que me deje, como vulgarmente se dice, "llevar la leña al monte", si aquí les informo sobre los métodos de investigación química en la manufacturación de la lana. Me complazco en empezar con las publicaciones efectuadas por la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Tarrasa, para mencionar de nuevo, sin ninguna pretensión de ser exhaustivo, los trabajos del Profesor Cegarra y sus colaboradores en el campo de la tintorería, sus estudios acerca del deterioro en las lanas merinas, sus contribuciones a la determinación del triptófano, los estudios sobre la naturaleza de ciertas manchas en los tejidos de lana natural, etc. Investigaciones a fondo se ocupan del blanqueo de la lana con peróxido de hidrógeno y los factores importantes para efectuar éste con la máxima perfección técnica. La influencia del valor del pH del extracto acuoso de la lana sobre el blanqueo, fue un informe interesante presentado durante el tercer Congreso Internacional de la Lana (Cirtel). Del lado del Patronato de Investigación Científica y Técnica "Juan de la Cierva", celebró poder citar los trabajos del Dr. Miró. Han sido llevados a términos una serie de trabajos conjuntamente por los Drs. Barella y Miró con sus colaboradores, para conocer el efecto de los tratamientos químicos sobre las propiedades mecánicas de la lana; es un trabajo muy interesante que hay que aplaudir. De los trabajos que se refieren a la actividad del Dr. Miró quisiera mencionar, de momento, aquellos efectuados en el campo de la cromatografía. El Dr. Miró ha dedicado especial atención al triptófano, amino-ácido y piedra fundamental de la lana. Para ello, elaboró un nuevo procedimiento de determinación e investigó el blanqueo con oxidantes y la acción atmosférica. Otros trabajos analíticos se refieren a la determinación de la lantionina y de la lisinoalanina, cuya presencia, hace poco que ha sido demostrada por el Dr. Ziegler en las lanas alteradas por tratamientos alcalinos. Ambos amino-ácidos forman la base para demostrar de una forma segura que una lana ha sufrido una modificación alcalina, siendo el mérito del Dr. Miró haber desarrollado, por el empleo de la cromatografía y de la electroforésis, un sencillo procedimiento de análisis para la determinación de estos amino-ácidos, bien de forma separada o conjuntamente. En el tercer Congreso Internacional para la Investigación de la Lana (Cirtel), el Dr. Miró presentó una comunicación sobre las diferencias en la constitución química de los componentes morfológicos de la lana. Otras publica-

ciones se refieren a la determinación de las características más importantes de las lanas pardas y de tenería españolas.

En relación con el tema de esta conferencia, deseo especialmente mencionar el libro escrito por el Dr. Miró con el título "Determinación de Alteraciones Químicas de la Lana". En él están los fundamentos de la investigación química de la lana y las posibilidades de ésta están tan bien descritas, que deseo expresamente indicarlo y al mismo tiempo mostrar, con algunos ejemplos escogidos, donde puede emplearse en la elaboración de la lana procedimientos de investigación química para la dirección y control de su calidad. Naturalmente, consideraré de forma especial aquellos métodos con los cuales hemos efectuado buenas experiencias en el Instituto Alemán para la Investigación de la Lana, durante los últimos años.

## 2. *Una ojeada sobre los Métodos y los Campos de Aplicación.*

En la primera parte de la Tabla I está indicado, de manera resumida, sobre qué procesos químicos de tratamiento, efectuados en la elaboración y preparación de la lana, voy a referirme en mi conferencia. Se trata del lavado de la lana, carbonizado de la lana lavada, el secado, el blanqueo, la tintura, la vaporización del hilo, la preparación de inecogibles por métodos de oxidación y sulfito y la fijación de la superficie de los tejidos. En un grupo de estos procesos se trata de eliminar de la lana cualquier sustancia extraña, (suciedad, materias vegetales, humedad, pigmentos, etc.) o adicionarle otra determinada sustancia (colorante), mientras en el segundo grupo se trata de lograr un efecto tecnológico determinado (por ejemplo, inecogibilidad, fijación). Según la meta que se persiga depende mucho qué características habrá que observar, es decir, qué habrá que medir o valorar al llevar a cabo cada proceso, uno por uno. En aquellos procesos en donde se substraen o se adiciona algo a la fibra de lana, el control se dirigirá, en primer lugar, hacia estas sustancias y en el segundo grupo se controlará fundamentalmente el efecto alcanzado. Las propiedades tecnológicas correspondientes a examinar están indicadas en la segunda parte de la tabla primera. Así, se controlará, por ejemplo, en la lana lavada el contenido en grasa restante, el color y eventualmente el contenido de álcali; en el estambre, en el caso indicado, se controlará además el contenido en materia vegetal. Al efectuar el secado se observará el contenido de humedad, al producir inecogibles se valorará el efecto alcanzado, etc.

Además de estos controles y pruebas, que vienen condicionados técnicamente por el efecto logrado, también deberían llevarse a cabo investigaciones —siendo esto lo más importante de mi disertación— en las cuales se trata de la lana en sí misma, pues no sólo se trata de eliminar de la lana cualquier sustancia que la impurifica, o cubrirla con otra que pueda influir sobre sus propiedades, sino que cada proceso, uno por uno, habrá de llevarse a efecto de tal manera que con ello se respete la sustancia de la lana tanto como se pueda, y que no se presente, en lo posible, variación o deterioro de la misma. Los controles que se efectúan en las empresas para cumplir el objetivo de conservar y dirigir la calidad y al mismo tiempo mantener íntegra la sustancia de la lana, son, sin ninguna duda, útiles a largo plazo. De esta forma se logran productos de una calidad constante, se mejora ésta y los datos obtenidos de un control continuado pueden contribuir para formar un nuevo proceso de tratamiento de elaboración más racional y más económico, ahorrando, por ejemplo, sustancias químicas o aumentando la velocidad de trabajo.

Aquellos valores que importan para un control de calidad de la sustancia de la fibra de lana, están indicados en la tercera parte de la Tabla I. Así, por ejemplo, para el blanqueo, es importante el control de la solubilidad alcalina y a mayor dis-

tancia (indicado por el paréntesis), el contenido de cistina y también el contenido de ácido cisteínico. A continuación trataré más a fondo los diversos procesos de elaboración, así como las pruebas a tener en cuenta. Antes, sin embargo, y con referencia a la Tabla II, quiero que haya una ojeada sobre los procedimientos de investigación que pueden servir para el control químico de la lana, según la Tabla I. Sin embargo, dentro del marco de esta conferencia, no será posible, naturalmente, tratar las técnicas de investigación más a fondo. Aquí, en la Tabla II sólo puedo citar los métodos de trabajo, y dejo las prescripciones de los mismos para que Vds. las puedan conocer a través del mencionado libro del Dr. Miró.

### 3. Lavado de lana suarda.

En el lavado de lana suarda se suele trabajar con soluciones alcalina a temperatura de 50°C. El examen continuo del contenido de grasa de la lana lavada, es decir, del contenido de grasa extraído por un disolvente que la saca de la fibra, hace ya tiempo que se considera muy conveniente (véase *Wool Science Review*, n.º 10, pág. 28, Mayo de 1953). A causa del tratamiento con sosa, la lana lavada contiene álcali que debería determinarse cuantitativamente. También se podrá deducir el contenido en álcali del valor del pH del extracto acuoso de la fibra, mientras este valor de pH esté aproximadamente debajo de 10.8. Hasta este valor de pH resulta una relación unívoca entre el valor del pH y el contenido alcalino (compárese en la figura 1). Si el lavado se efectúa con demasiado sosa durante mucho

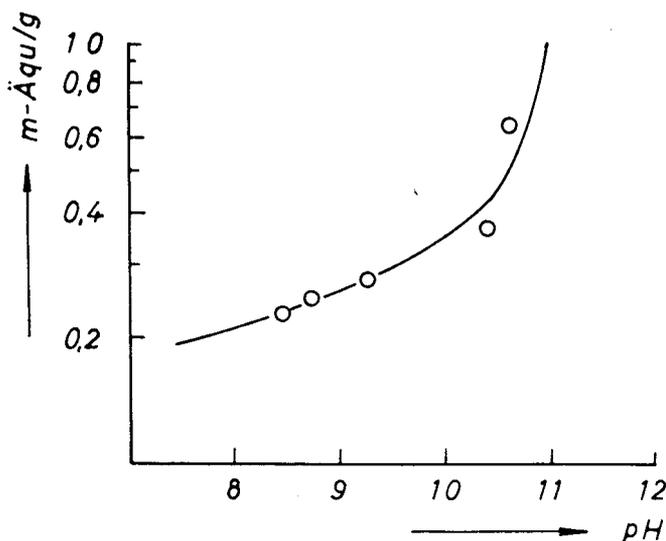


Fig. 1. — Relación entre el valor del pH del extracto acuoso y el contenido en álcali de la lana, fácilmente extraído con ácido bórico (D. Hildebrand y M. Hirtz, *Z. ges. Textiling*, 62 (1962), 705).

tiempo o a altas temperaturas, entonces tiene lugar una desintegración química de los puentes de cistina dentro de la proteína de la lana, con lo que se forma lantionina, y el contenido de cistina decrece (véase fig. 2). Especialmente crítica es la temperatura de lavado para esta reacción de deterioro, ya que, por arriba del 50% la velocidad de la formación de la lantionina a partir de la cistina de la lana, sube

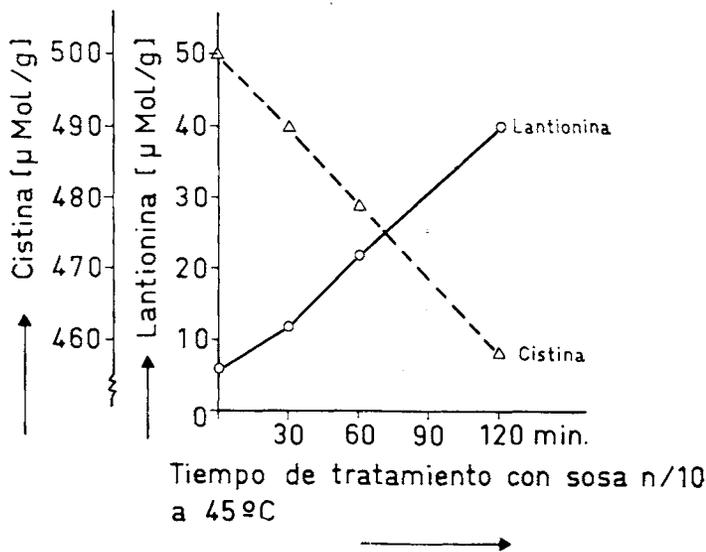


Fig. 2. — Formación de lantionina y destrucción de cistina después de tratar la lana con solución de sosa n/10 a 45°C (según valores del trabajo de H. Zahn, G. Blankenburg y E. Siepmann, Textil Rundschau, 18 (1963), 523)

rápida. Un análisis de la lantionina da la demostración más segura de que esta reacción adicional, no deseada en la lana lavada con sosa, no es lo bastante controlable. Las lanas y estambres lavadas sin deterioro, contienen menos del 0'3 % de lantionina. En estambres lavados con demasiado álcali, con valores de pH de 10'2 hasta 10'4, fueron hallados contenidos de lantionina del 0,33% hasta 0'90 %.

Para la vigilancia continua del funcionamiento y de la calidad, los análisis de lantionina son aún demasiado complicados. K. Lees, R. V. Peryman y F. F. Elsworth (J. Tex. Inst. 51 (1960) T. 717), han demostrado que entre el contenido en lantionina y la solubilidad en urea-bisulfito (S. U. B.) de la lana tratada con álcalis, existe una estrecha correlación, con lo que al disminuir la solubilidad en urea-bisulfito, el contenido de lantionina sube al principio lentamente y después mucho más aprisa. Para la lana que por medio de la vaporización haya variado a causa del álcali, la relación estrecha entre solubilidad urea-bisulfito y contenido en lantionina se puede ver en la figura 3. Entre el hilo vaporizado secado al aire y aquel que ha sido vaporizado estando mojado, existen sólo ínfimas diferencias, pudiendo verse en la curva de Lees, Peryman y Elsworth, que el contenido en lantionina aumenta al disminuir la solubilidad en urea-bisulfito, al principio relativamente despacio y luego mucho más aprisa. Las gráficas de la figura 3, ante todo no presentan un contenido en lantionina más alto o sustancialmente diferente de lo que Lees, Peryman y Elsworth encontraron, así que uno puede restringirse, a causa de la fuerte correlación existente, a averiguar los valores de S. U. B.

Las fábricas de hilatura, empiezan a llevar adelante la exigencia del suministro de la lana y el estambre lavado con valores de pH alrededor de 9'5, para estar seguros de que no haya deterioro por el álcali. Por lo tanto, los valores de S. U. B. se seguirán solicitando cada vez más. Resumiendo, se recomienda medir continuamente en las empresas, cuando se trata de lana o estambre lavado, no solamente el contenido de grasa, sino también el valor del pH del extracto acuoso, así como el valor S. U. B., llevándolos todos a que sean la base de un control estadístico de calidad.

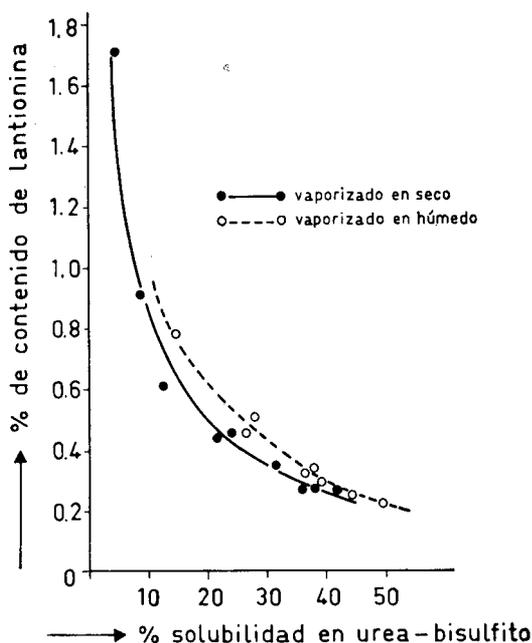


Fig. 3. — Relación entre el contenido de lantionina y solubilidad urea-bisulfito de la lana de hilos de estambre, habiendo sido vaporizados a diferente intensidad con valores pH de 9,7 hasta 9,95, en estado seco y en estado mojado (según datos de H.-J. Henning y Cl. Sustmann, Cirtel, vol. III, pág. 397, París 1965)

#### 4. Carbonización de la lana lavada.

En el n.º 25 del Wool Science Review, Sept. de 1964, pág. 50, hay un completo esquema de examen para una instalación de carbonizado. Hay indicaciones para el control de las condiciones de trabajo; se refieren a la concentración del ácido en el baño de impregnación y a la duración de este tratamiento, intensidad y duración de la centrifugación para graduar el contenido de agua en la lana tratada con ácido, valor del pH y concentración del baño de neutralización con carbonato y bicarbonato sódico, así como finalmente, la temperatura y duración del secado.

Para examinar la lana, se propone de momento averiguar las sustancias extrañas introducidas durante la carbonización, neutralización o el blanqueo, cuando oportunamente se efectúe. Para ello, además del contenido de humedad, se recomienda la determinación del contenido de ácido sulfúrico, determinado por valoración del extracto en piridina de la lana ácida, o el contenido en carbonato y bicarbonato sódico en la lana alcalina, el cual, al igual que en la lana neutra, se averigua por medición del valor del pH del extracto acuoso. En las lanas carbonizadas hemos encontrado contenidos de ácido sulfúrico en piridina, entre el 0% y 2,1%. Los valores del pH se encontraban entre 3,2 y 9,5. Hay que tender, en lanas ácidas, a un contenido como máximo de 0,5% de ácido sulfúrico valorado en piridina, mientras que en lanas completamente neutralizadas no deberían encontrarse valores de pH superiores a 9. Las lanas carbonizadas con elevado contenido de ácido sulfúrico se deterioran durante el almacenado y las lanas de elevado contenido de álcali sufren deterioro con los subsiguientes tratamientos de secado o de calor en general.

Para controlar el estado de conservación químico de las proteínas de la lana, se presta especialmente atención a la determinación de la solubilidad alcalina (S. A.). Al carbonizar lana bien secada y que contenga ácido sulfúrico, no ocurre alteración por el efecto del ácido y la solubilidad alcalina sube de un modo insignificante. Sin embargo, si se carboniza lana que ha sido secada insuficientemente, entonces se llega a efectuar un deterioro en la lana por la acción del ácido, semejante al que se produce al efectuar tinturas en baños de fuerte concentración de ácido sulfúrico, y la solubilidad alcalina aumenta. Para las empresas que operan con lanas carbonizadas, los valores de la solubilidad alcalina debajo del 18% son un indicio de que la carbonización ha discurrido adecuadamente. Al comprador de la lana carbonizada se le puede entregar así una información valiosa para efectuar posteriormente las recetas de tintura (véase más abajo). Desgraciadamente, la lana carbonizada se suele blanquear o aclarar muchas veces con un tratamiento adicional con peróxido. Por medio de ésto, las cifras de solubilidad alcalina aumentan. Ocasionalmente se hallan valores de más del 30%. Luego, al tintar las lanas carbonizadas y posteriormente blanqueadas en baños fuertemente ácidos, se llega a considerables pérdidas de resistencia.

### 5. Secado de la lana.

Las variaciones que la lana pueda experimentar durante el secado por la influencia de las temperaturas elevadas, dependen de la temperatura y duración del secado y del valor del pH del extracto acuoso de la fibra. El calentamiento continuado de la lana en aire seco causa una disminución de la solubilidad en urea-bisulfito. Este valor indica, si es tratado un material débilmente alcalino; también, un tratamiento de la lana húmeda a temperatura elevada, produce una disminución del valor de la solubilidad en urea-bisulfito, encontrándose que más arriba de un determinado contenido de humedad mínima, este valor es independiente del contenido de agua que tenga la lana al calentarse (véase fig. 4). Un aspecto práctico de la cuestión, por ejemplo, es el secado de canillas. En la figura 4, los primeros

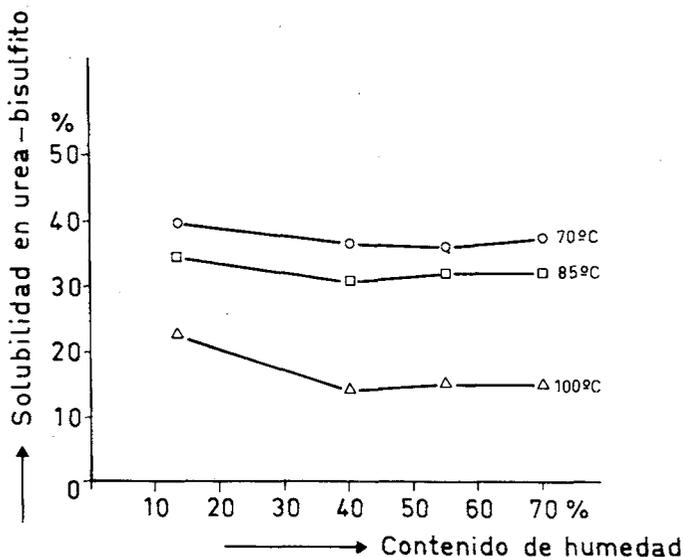


Fig. 4. — Dependencia de los valores SUB de una lana limpiada con disolvente y elevada a pH 10, de la temperatura y contenido de humedad, al calentarla en un recipiente cerrado durante 80 min. (según datos no publicados por G. Blankenburg)

tres valores muestran cómo crece la solubilidad urea-bisulfito del hilo, al secarse en aire seco, con un contenido de humedad del 14 % aproximadamente, cuando la temperatura aumenta. En el caso del hilo húmedo con un contenido de agua del 40 % y superior, la disminución de la solubilidad en urea-bisulfito es algo mayor que en el hilo secado en aire seco, y los valores para el 40 %, 55 % y 70 % del contenido de agua, no muestran diferencias de tipo práctico.

Por el contrario, cuando se trate de materia blanca cruda en forma de hilado o tejido, con un valor de pH 7, la solubilidad en urea-bisulfito experimenta una variación mínima al secar durante una hora a 130°C. En los procesos industriales, cuando se trata de valorar la variación de una lana durante el proceso de secado, no se suele examinar precisamente el material elaborado, sino que se recomienda pasar por el secadero muestras de estambre blanco o de hilo de un alto valor de solubilidad en urea-bisulfito y de un valor de pH aproximado a 10, junto con el género que propiamente debe de secarse, y se procede después a la determinación de los valores de la solubilidad en urea-bisulfito para comparar entre sí y con los resultados, efectuar, tal vez, otros tipos de pruebas. Es un método que puede recomendarse, en general, también para el control de otros procesos industriales. El empleo de un material de control determinado, tiene al mismo tiempo la ventaja de obtener resultados de tipo comparativo. Según el procedimiento indicado, el Dr. Hildebrand pudo demostrar que puede secarse la lana con una duración corta a una temperatura de 135°C. sin variación química demostrable. Con la ayuda que suministra el valor de la solubilidad en urea-bisulfito para el control del secado se podrá averiguar si la velocidad de secado puede elevarse en las circunstancias industriales que se trate y hasta donde es posible efectuarlo.

## 6. Vaporizado de hilos de lana.

Los hilos de lana poseen después de la hilatura la tendencia a destorcerse. En las elaboraciones siguientes pueden surgir de ello dificultades, como por ejemplo la formación de bucles, y para oponerse a éstas es necesario fijar la torsión por medio de un vaporizado. Esto suele hacerse hoy en día casi siempre en aparatos de vaporización con sistemas de vacío, en los cuales después de alcanzarse un determinado grado de vacío durante unos 20 minutos de duración, se efectúa el vaporizado a temperaturas de 70 a 90°C. Si no se mantienen fijas las condiciones de vaporizado, entonces surgen hilos con desigual vaporización, y ello produce, si se trata de material blanco que después debe teñirse, dificultades durante el proceso de tintura. Si se vaporiza hilado de lana blanco crudo, habrá que mantener unas condiciones uniformes de vaporizado dentro de las diversas fluctuaciones del vapor y especialmente por medio de un elevado grado de vacío o bien efectuando vacíos de tipo intermitente.

Además, será necesario que la vaporización entre partida y partida se efectúe completamente uniforme. La prueba del Ponceau Cristal ofrece la posibilidad de vigilar la uniformidad de la vaporización y eventualmente demostrar las diferencias de vaporización en caso de reclamación. Para ello, de un número bastante grande de husadas se toma una cantidad de hilo que sirve de referencia y con el conjunto de estos hilos se hace un lote de pruebas. Ello se logra, uniendo el hilo de las diferentes husadas. Después se tiñe con una solución de Ponceau Cristal al 0'1 % durante 20 minutos a temperatura ambiente y en un baño de reacción neutra. Si existen desigualdades de vaporización se presentarán entonces éstas entre los diferentes hilos sacados de las husadas. De esta forma, la colaración obtenida mediante la prueba del Ponceau Cristal sólo se presta a un examen cualitativo. Pero también es posible hacer mediciones cuantitativas de comparación. Para ello se

mide con un fotómetro adecuado los diferentes lotes de la prueba a un valor de remisión de cerca de 500 m $\mu$ . Con una gama de concentraciones efectuadas antes con hilo sin tratar, en donde el baño debe de estar agotado, se puede llegar entonces a obtener un equivalente entre el valor de la remisión y la concentración del colorante. Sobre diferentes valores del pH del hilo, se vaporizó una vez en estado seco y otra después de humedecer con agua destilada y escurriéndolo a mano. La figura 5 presenta el efecto considerable que tienen la temperatura y el contenido

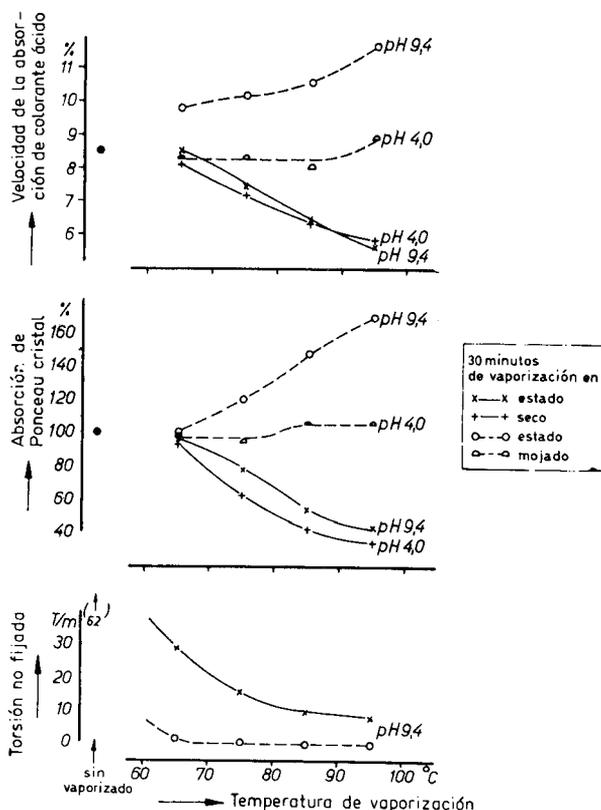


Fig. 5. — Influencia de la temperatura de vaporización sobre la velocidad de absorción de colorante ácido y sobre la torsión no fijada que permanece en un hilo de estambre blanco natural con pH 4,0 y 9,4 durante 30 minutos de vaporización (según H.-J. Henning y Cl. Sustmann, Cirtel, volumen III, pág. 397, París 1965)

de agua en la fijación de la torsión sobre la variación de las propiedades de la lana vaporizada por los colorantes. El valor del pH se presenta únicamente solo al vaporizar hilo mojado, pues las gráficas para el hilo a pH 4 y pH 9,4 están bastante juntas si se vaporiza hilo seco. En los hilos vaporizados en estado húmedo, hay por el contrario, diferencias entre pH 4 y pH 9,4 que luego se hacen más grandes al elevar la temperatura de vaporización. Es sorprendente, que en el proceso de vaporización de forma normal, es decir, con material seco, la absorción del Ponceau Cristal baja, y bien mirado, es independiente del valor del pH, mientras que al vaporizar el hilo mojado con pH 9,4, la absorción del Ponceau Cristal aumenta. Desde el punto de vista práctico confirma esta situación, la experiencia en la indus-

tria de que es necesario el evitar las gotas de agua condensada al vaporizar el hilo. El vaporizado durante poco tiempo con hilos llevados a pH debilmente ácidos (valores pH 4-6) y efectuado por debajo de 100° no produce ninguna alteración de tipo químico y la fijación lograda descansa sobre efectos meramente físicos. En la práctica, sin embargo, dado que el hilo blanco es casi siempre alcalino, se presentan algunos tipos de reacciones. La figura 6 muestra la influencia de la temperatura y el tiempo de vaporización en un hilo seco y con un pH de 9'9. Como puede apreciarse, la influencia de la temperatura es más importante que la duración del vaporizado. Ambos factores influyen de tal forma que la solubilidad urea-bisulfito, el contenido en cistina y la absorción del Ponceau Cristal, disminuyen tanto más cuanto más tiempo o más elevada es la temperatura del vaporizado, mientras que el contenido de lantionina aumenta tanto más cuanto mayor o más alta es la temperatura del proceso de vaporizado. De la fig. 6, se infiere además, que

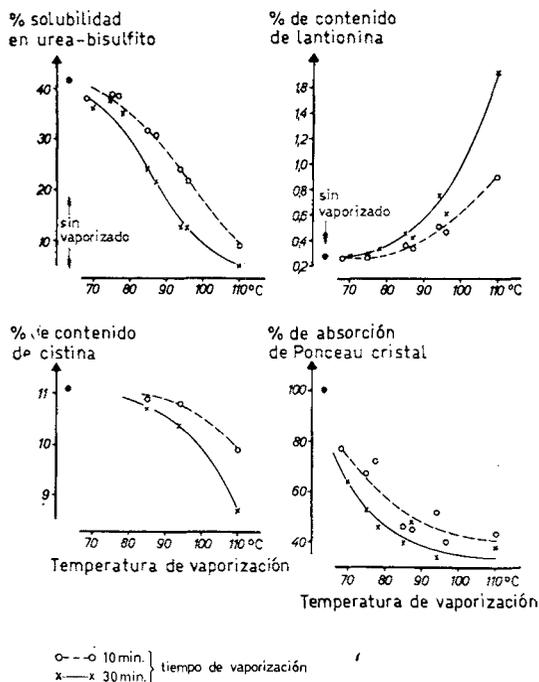


Fig. 6. — Influencia de la temperatura de vaporización sobre las características químicas de la lana y la absorción del Ponceau cristal (estambre blanco natural con pH 9,9, según H.-J. Henning y Cl. Sustmann, Cirtel, volumen III, pág. 397, París 1965)

durante la vaporización de 10 minutos de un hilo de estambre con un valor de pH 9'9, ya se presentan a 90°C. visibles destrucciones de la cisteína. Se forma lantionina y el valor de la solubilidad en urea-bisulfito decrece. La vaporización de un hilo alcalino efectúa una desintegración comparable a la que se produce al calentar la lana con una solución de sosa N/10 a 45°C. véanse figs. 1 y 2). Para el control industrial basta el análisis de la solubilidad en urea-bisulfito. La vaporización de hilos alcalinos de lana da origen a una alteración química parcial de la lana y debería efectuarse a un máximo de 80°C. y una duración aproximada de unos 10 minutos. Todavía sería mejor que se pudiese graduar el pH de la materia a vaporizar entre los valores aproximados de 4'5-8.

Para resumir, recomendamos tener en consideración al vaporizar los hilos el valor de su pH y de variar las condiciones de vaporización para evitar alteraciones en la fibra de lana. Los hilos vaporizados deberían examinarse, en cuanto se refiere a la uniformidad de vaporización, mediante la prueba del Ponceau Cristal, y en lo que se refiere a la alteración química de la lana, mediante la determinación de la solubilidad en urea-bisulfito.

### 7. Blanqueo y aclaramiento de la lana.

La lana tiene por naturaleza un color más o menos amarillento y, por lo tanto, hay que blanquearla cuando las circunstancias lo requieren. En los lavaderos de lana se efectúa a veces un blanqueo muy ligero o un aclaramiento de la fibra por medio de oxidación. Los procedimientos normales de investigación química, por los que se puede demostrar que se ha efectuado un blanqueo oxidante sobre la fibra, fallan en el caso de las materias que han sido ligeramente blanqueadas o aclaradas.

La demostración de que esto ha sido efectuado se puede lograr mediante el análisis del ácido cisteínico. El procedimiento se basa en la separación del ácido cisteínico mediante electroforésis de bajo voltaje de un hidrolizado de lana puesto sobre un papel. Si el efecto que se persigue no es el de aclaramiento, sino que la fibra se blanquea más o menos intensamente, entonces, junto a la determinación del ácido cisteínico es necesario el efectuar la determinación de la solubilidad alcalina y, en algunos casos, la del contenido de cistina. Las investigaciones llevadas a cabo

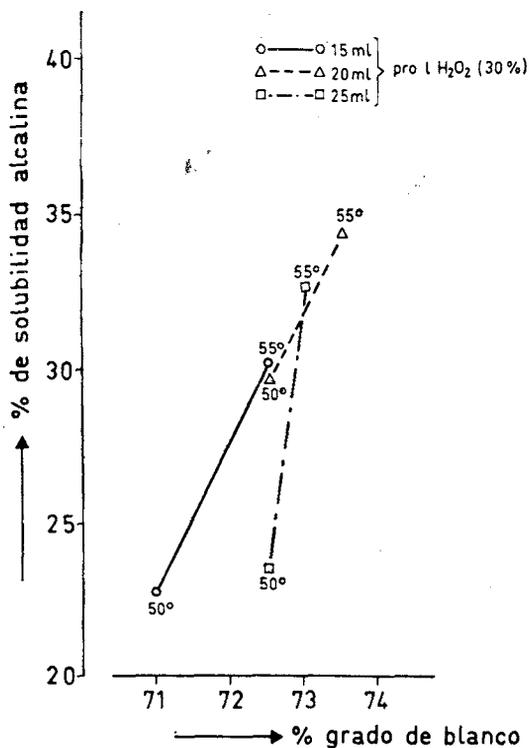


Fig. 7. — Relación entre el grado de blanco y la solubilidad alcalina de hilos de lana blanqueados, con la variación en la concentración del peróxido de hidrógeno y la temperatura de blanqueo (según K1. Ziegler, Textil-Praxis, 17 (1962), 376)

con la ayuda de estos métodos, han dado por resultado de que la secuencia: pre-blanqueo oxidativo y post-blanqueo reductivo es correcta y de que cuando se requieren mayores exigencias en el grado de blanco, es mejor prolongar el tratamiento reductivo que el tratamiento de blanqueo oxidante. El blanqueo produce, en todos los casos, variaciones en la lana, especialmente una subida de la solubilidad alcalina. Se considera que el valor de la solubilidad alcalina de una lana blanqueada no debería pasar del 30 % aproximadamente, para que la fibra no se considere deteriorada. En la fig. 7, se puede ver que un aumento considerable de la solubilidad alcalina no produce mejoras relativamente grandes en el grado de blanco de la fibra. Existe una relación clara entre la solubilidad alcalina de las lanas blanqueadas con métodos oxidantes y su resistencia al estirado en mojado. Al aumentar la solubilidad alcalina, la resistencia al estirado en mojado decrece (véase fig. 8); en

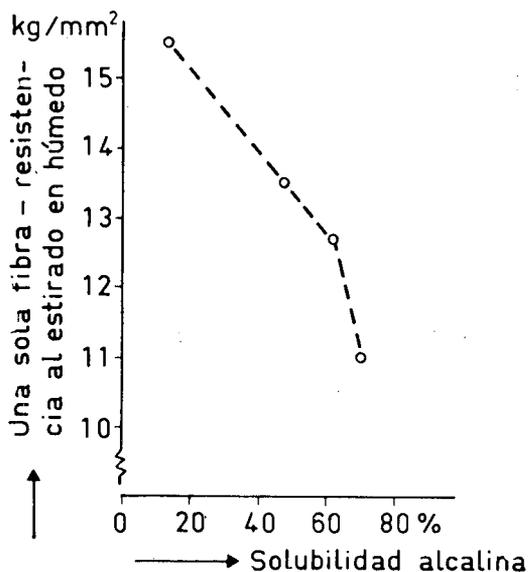


Fig. 8. — Relación entre la solubilidad alcalina y resistencia al estirado de una sola fibra de lana blanqueada en medio oxidante, con una duración de blanqueo de 4 h. y un pH del baño de blanqueo de 9,0, a una temperatura de blanqueo de 65° C y concentración de 15 ml, 20 ml, 25 ml, respectivamente, de peróxido de hidrógeno (al 30 %) por litro (G. Blankenburg, Diss. Anchen 1961)

la fig. 8, puede apreciarse, al mismo tiempo, que cuando la solubilidad alcalina no pasa de un valor aproximado del 30 %, la pérdida de resistencia al mojado es perfectamente soportable, ya que la resistencia al mojado en el material examinado en la fig. 8, baja desde un valor inicial aproximado de 15'5 kgs./mm<sup>2</sup> a 14'5 kgs./mm<sup>2</sup>, cuando la solubilidad alcalina sube del 13 al 30 % por efecto del blanqueo. En relación con la fig. 8, es necesario indicar el que una relación tan clara entre el valor de la solubilidad alcalina y la resistencia al mojado, sólo se encuentra si se hace uso de fibras con el mismo diámetro, al examinar su resistencia. En el blanqueo de la lana con peróxido de hidrógeno y también, por ejemplo, en la cloración, la velocidad de reacción es mayor que la velocidad de difusión; esto origina que el deterioro de la fibra dependa, en estos casos, del diámetro de la misma.

En resumen, recomendamos el método de la solubilidad alcalina como control regular de tipo industrial para la lana blanqueada.

## 8. Preparación de materias inecogibles con agentes de oxidación y sulfito.

La mayoría de los procedimientos para preparar lana inecogible emplean medios de oxidación tales como hipoclorito, otras combinaciones de cloro, ácido Caro o permanganato potásico (véase Wool Science Review, pág. 18, Octubre de 1960). Casi siempre sigue a la oxidación un tratamiento con sulfito. El acabador quiere, ante todo, presentar un género que no se enfieltre y, por lo tanto, un examen industrial de la capacidad de fieltro y especialmente del comportamiento del género de punto en las máquinas de lavar, será indispensable.

Desgraciadamente, los mencionados procedimientos para la preparación de artículos inecogibles produce, como durante el blanqueo, una desintegración oxidativa de los puentes de cistina y por el tratamiento con sulfito, adicionales sulfitolisis en las uniones de cistina. La degradación oxidativa produce un mayor contenido en ácido cisteínico y la sulfitolisis provoca la formación de cisteína y de grupos cistein-sulfonato en la lana. La Tabla III muestra con varios ejemplos, que proceden de preparaciones hechas en el laboratorio y que, por lo tanto, no es precisamente necesario que sean estrictamente análogas a las empleadas en la industria para el procedimiento respectivo, qué variaciones produce la preparación de artículos inecogibles de lana, sobre una serie de características química de esta fibra.

A causa de que los tratamientos oxidativos inecogibles producen alteraciones en la lana, y especialmente, porque la lana con elevado contenido de ácido cisteínico se deteriora más en las tinturas posteriores que la lana sin tratar, y porque además dificulta una fijación posterior de la superficie o un plisado permanente, deberían las empresas efectuar los controles correspondientes. Lo que mejor se presta para ello es la determinación de la solubilidad alcalina. Hay que aspirar a que ésta no sea superior, si es posible, del 20%. Además, se debería procurar, por medio del análisis del ácido cisteínico, el obtener una imagen directa de la oxidación sufrida por la cistina. Un contenido de ácido cisteínico superior al 8% debe de evitarse. Finalmente, recomendamos llevar a cabo un análisis de cisteína para controlar la intensidad de la sulfitolisis. La cisteína se suele determinar en los hidrolizados a corto tiempo por medio del cambio de coloración experimentada con el reactivo de Ellman. Este disulfito aromático reacciona con la cisteína de la lana formando un derivado del tiofenol de color amarillo, que luego se valora por colorimetría. En las lanas tratadas para inecogible y que posteriormente sufren un tratamiento reductivo, se encuentran valores de cisteína comprendidos entre el 0.3% y sobre el 1%. El tratamiento con sulfito se debería llevar a cabo de tal manera que el contenido de cisteína de la lana no suba más del 0,5%.

## 9. Tintura de la lana.

La tintura representa el procedimiento más importante en la industria del estambre y de la lana cardada. El tintorero desea tintar la lana, dentro de lo posible, a un color uniforme y sólido. Para ello, está obligado a tratarla en soluciones hirvientes de ácido y sal, con lo que se efectúa una determinada alteración de la fibra. Se produce una alteración por el ácido cuando se hierve la materia en soluciones con pH inferiores a 3.5 y ello se averigua fácilmente porque los valores de la solubilidad alcalina tienden a elevarse. El efectuar tinturas hirviendo con soluciones de p valores de pH superiores a 6 lleva a una alteración de la cistina con formación de lantionina y ello puede controlarse mediante la determinación del contenido de cistina o del valor de solubilidad en urea-disulfito. Esto se presta bien, según N. Devillers, G. Mazingue y M. van Oberbéke (Centre Textile de Contrôle et de Recherche Scientifique, Roubaix, n.º 64, 1964, pág. 339) como prueba

de un deterioro excesivo de la fibra de lana, cuando se tintan por el sistema de cromatación posterior.

Si la lana ya se ha alterado químicamente por medio de un blanqueo o un procedimiento de cloración y la solubilidad alcalina se ha elevado ya antes de efectuar la tintura, entonces habrá que prestar una gran atención al valor del pH del baño de tintura. Al efectuar las tinturas a alta temperatura todavía se agravarán más las reacciones de desintegración química de la lana. Se pueden establecer valores límites de pH para teñir con seguridad lana no tratada, blanqueada o clorada, a diferentes temperaturas. Será posible efectuar tinturas seguras, mediante la limitación de la desintegración ácida, supuesto que la solubilidad alcalina no aumente durante la tintura más de un 3% en valor absoluto. Con tinturas en medio debilmente ácido o neutro, el máximo valor posible del baño de tintura viene condicionado por la exigencia de que el contenido de cistina no decrezca más de un 0'2%. Tal como muestra la figura 9, se puede tintar una lana sin tratar con una solubilidad alcalina del 15% y con un gran grado de seguridad, entre valores de pH

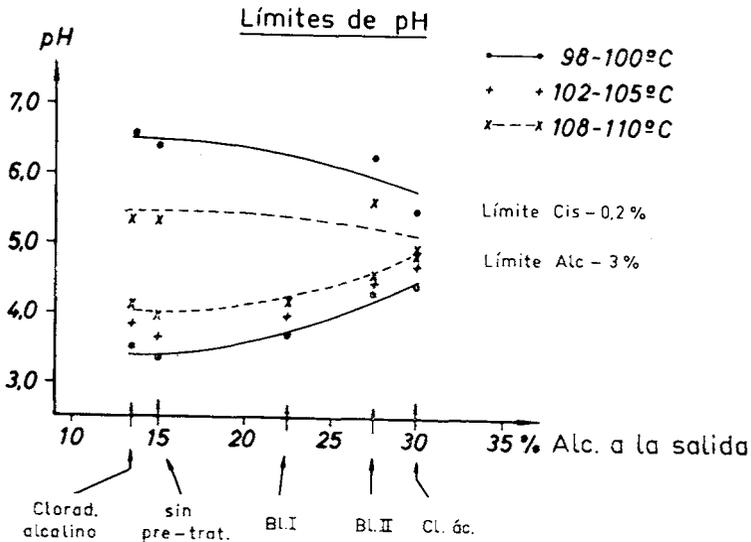


Fig. 9. — Valores-límite para tintar lana blanqueada o tratada al cloro, dependiente de la solubilidad alcalina a la salida (según H.-J. Henning, Textil Praxis, 17 (1962), 366)

lubilidad alcalina del 15% y con un gran grado de seguridad, entre valores de pH de 3'5 y 6'5 a 98-100°C., mientras que ésto sólo será posible en una lana blanqueada con una solubilidad alcalina del 30% entre valores de pH 4'2 y 5'5.

#### 10. Fijación de superficies de tejidos de lana.

Durante los últimos años ha tomado naturaleza la fijación de superficies planas de tejidos de lana con preparados de sulfito tal como por ejemplo, con sulfito de etanolamina. El género lavado y secado se suele impregnar con una solución de la substancia fijadora y luego en estado húmedo, se vaporiza en una máquina adecuada. Según H. E. Schiecke (Z. f. d. ges. Textilind. 66, 1964, 58, ff.) se obtienen por medio de este tratamiento las siguientes ventajas: Estabilidad escalonada de

las medidas y constancia de éstas frente a influencias de humedad, superficie lisa del tejido que se mantiene aún después de mojarse éste, mejor recuperación de las arrugas mojadas, mayor durabilidad de la raya planchada, mejor tacto y caída, más fácil amoldamiento, eliminación de determinadas faltas de los tejidos y economía durante el tratamiento de acabado (véase también *Wool Science Review*, n.º 25, página 17, septiembre de 1960). La fijación química descansa en una sulfitolisis de las uniones de cistina de la lana, las cuales a pH 4-5 se destruyen rápidamente. Por ello, debería medirse en las empresas el valor del pH del género antes del tratamiento con sulfito a fin de graduarlo constantemente a un valor de pH determinado. Un género alcalino de sosa se deja fijar mal. Así mismo, pueden surgir dificultades al fijar un género demasiado ácido, es decir, un género carbonizado y que no haya sido suficientemente neutralizado. Es recomendable que los preparados de sulfito sean valorados por su contenido en  $\text{SO}_2$ , a fin de tener una composición constante. La lana blanqueada es más difícil de fijar y es necesario hallar para el tejido, por medio de pruebas en la industria, los valores de pH óptimos y las cantidades de sulfito que son necesarios emplear.

Para examinar los efectos tecnológicos logrados se comprobará hasta qué punto el género fijado, después de un tratamiento de arrugado en mojado, se seca de nuevo con una superficie lisa; además, se determinará el encogimiento o relajación durante el planchado. Después de esto, también sería necesario el controlar las características químicas del género así preparado. Un método sencillo para examinar las sulfitolisis de la cistina de la lana es la valoración del contenido de cisteína en hidrolizados de corto tiempo. En artículos químicamente fijados hemos hallado del 0'4 - 1'4 % de cisteína de la lana. Una parte de la cisteína valorada, surge tan sólo durante el análisis a consecuencia de la hidrólisis de los grupos cisteína sulfonato. Esta parte, podrá averiguarse por separado, carboximetilando antes de la hidrólisis a corto tiempo.

## 11. *Final*

Antes de finalizar, quisiera mencionar dos puntos en relación con la propaganda del empleo de los métodos de examen químico, para completar esta disertación. Sin entrar en detalles o ejemplos, deseo señalar que los análisis químicos hallan también un empleo, y con mucho éxito, en la aclaración de defectos y reclamaciones. Aunque nuestra aspiración se dirige a obtener por medio del control industrial productos de calidad intachable, los análisis de desperfectos eventuales, reclamaciones, etc., nunca podrán eliminarse del todo. Los exámenes químicos de la lana, representan aquí un medio auxiliar muy útil y por mi propia actividad observadora sé que en muchos casos, sólo con su ayuda se logra alcanzar una aclaración.

En segundo lugar, y para que no se me comprenda mal, tengo aún que hacer resaltar, que de ninguna manera quisiera propagar la idea de llevar a cabo exámenes químicos en la industria porque sí. El control en la industria con métodos de examen químico podrá llevar en muchos casos a la mejora de la calidad y a mejorar las técnicas de los procedimientos; desde luego, habrá que considerar que los logros alcanzados y a alcanzar deben de estar en una relación lógica frente a los gastos a efectuar. Ello lleva, pues, a una decisión empresarial, encontrar la alternativa justa entre un control barato e insuficiente, con mala calidad por un lado y por otro lado una alta calidad adquirida a un precio demasiado elevado. Si lo expuesto por mí puede contribuir a hacer que esta elección sea algo más fácil y además a sugerirles que presten a estos procedimientos de examen químico su correspondiente consideración, se habrá alcanzado la meta propuesta en esta conferencia.

Muchas gracias por la atención prestada.

TABLA 1

*Resumen de los diferentes procesos, características de las pruebas tecnológicas y las características para el control de la lana.*

Proceso y tratamiento respectivo	Características de pruebas tecnológicas	Características de la lana
Lavado de la lana	Contenido de grasa residual Contenido de materia vegetal Contenido en álcali	Solubilidad ureabisulfito (contenido de lantionina) pH del extracto acuoso.
Carbonización de lana lavada	Contenido en materia vegetal Contenido de ácido sulfúrico	Solubilidad alcalina.
Secado	Contenido de humedad	Solubilidad urea-bisulfito pH del extracto acuoso.
Blanqueo, blanqueo para teñir	Grado de blanco	Solubilidad alcalina (contenido de cistina) (contenido de ácido cisteínico).
Tintado	Fidelidad de la uniformidad de la muestra, solidez	Solubilidad alcalina Contenido de cistina Solubilidad urea-bisulfito.
Vaporización de hilo de lana	Formación de ensortijado, uniformidad	Solubilidad urea-bisulfito pH del extracto acuoso.
Preparación de tejidos de fieltro	Encogimiento del fieltro	Solubilidad alcalina (contenido de ácido cisteínico) (Contenido de cisteína).
Fijación de la superficie de los tejidos	Recuperación al arrugado en húmedo, Encogimiento por relajación	Contenido de cisteína.

T A B L A 2

*Prescripciones de funcionamiento para los procedimientos químicos de pruebas*

Características de las pruebas	Prescripciones de funcionamiento
<b>A. Sustancias extrañas</b>	
Contenido de grasa restante	Norma I. W. T. O. para la determinación de la parte soluble en diclorometano del peinado de lana.
Valor pH	I. W. T. O. — Norma para la determinación del pH del extracto acuoso de la lana.
Contenido de ácido	I. W. T. O. — Norma para la determinación del contenido de ácido en la lana.
Contenido en álcali	D. E. Stocker, J. Soc. Dyers Col. 53 (1937) 348.
Contenido en materia vegetal	I. W. T. O. — Tentativa de norma para la determinación en la lana de pastas vegetales y otras sustancias solubles en sosa cáustica.
<b>B. Amino-ácidos</b>	
Contenido de cistina	I. W. T. O. — Tentativa de norma para la determinación colorimétrica de cistina + cisteína en hidrolizados de lana (corresponde en gran extensión al informe núm. 16 del Comité Técnico de la Federación Lanera Internacional, Diciembre de 1964, París).
Contenido de cisteína	H. Meichelbeck. Comité Técnico de la Federación Lanera Internacional, informe n.º 10, Diciembre de 1965, París.
Contenido de lantionina	L. M. Dowling y W. G. Crewter. <i>Bioquímica analítica</i> . 8 (1964), 244; P. Miró, <i>Melliand Textilbericht</i> . 47 (1966), 68.
Contenido en ácido cisteínico	Kl. Ziegler. Información de investigación. <i>Nordrhein-Westfalen</i> , n.º 1275. Editorial Westdeutschland., Köln-Opladen, 1963.
<b>C. Solubilidades</b>	
Solubilidad alcalina	I. W. T. O. — Norma para la determinación de la solubilidad alcalina.
Solubilidad urea-bisulfito	I. W. T. O. — Norma para la determinación de la solubilidad urea-bisulfito.

Observación: Las normas I. W. T. O. podrán obtenerse del Secretariado Internacional de la Lana, Londres.

TABLA 3

*Variación de los valores químicos de la lana en la preparación de fieltro de hilo de lana blanca natural (resultados no publicados de N. El-Ryyes)*

Procedimiento de preparación	Solubilidad alcalina %	Solubilidad en urea-bisulfito %	Contenido cistina %	Contenido cisteína %	Contenido ácido cistéinico %	Velocidad de absorción de colorante ácido %
Sin tratamiento	14.3	34.1	11.8	0.15	0.22	5.7
Cloración ácida						
con 2.5 % de cloro activo	25.6	61.1	11.1	0.0	0.79	18.7
con 5 % de cloro activo	31.9	60.5	10.9	0.0	1.15	20.2
Cloración casi neutra procedimiento A,						
5 % cloro activo	28.1	35.2	11.4	1.0	0.79	19.6
Cloración casi neutra procedimiento B,						
cloro activo 3.9 %	24.9	20.6	10.3	0.44	0.92	19.3
Acido de Caro	15.0	32.8	11.7	0.21	0.31	7.7
Permanganato-Hipoclorito	22.7	33.7	11.1	0.48	0.91	15.9
Cloración geseosa	29.2	44.6	10.3	0.78	1.64	20.5