

Tintura de lana Hercosett 57 con colorantes Lanasol

por los Dres. J. Cegarra, J. Ribé, A. Riva y L. Aizpurua, Ing.

RESUMEN

Lana Hercosett 57 es la denominación que se da a la lana que ha sido sometida a un acabado inencogible por medio de la aplicación de una resina de poliamida-epiclorhidrina.

Se estudia la influencia de diferentes variables que intervienen en el sistema tintóreo, sobre la absorción y reacción de los colorantes reactivos. α -bromo-acril sobre lana Hercosett 57. Se sigue un tipo de planificación de experiencias según un plan central rotatorio compuesto que permite establecer ecuaciones a superficies de respuesta para absorción y reacción en función de las τ variables elegidas que son: tiempo, temperatura, pH, concentración de producto auxiliar, AlbeGal B y concentración de colorante.

Se analiza la influencia de cada variable y las interacciones entre ellas.

SUMMARY

Hercosett 57 Wool is the denomination given to the wool that has been submitted to a shrink resistant finish by the application of a polyamide-epichlorohydrin. The influence of different variables intervening in the dyeing system on the absorption and the reaction of the α -bromine-acrylamide reactive dyes on Hercosett 57 wool. A type of planning of experiences is followed after a composite rotatable central desing allowing to establish equations or surfaces of response for the absorption and reaction in function of the 5 variables chosen which are: time, temperature, pH, concentration of the auxiliary product AlbeGal B and the concentration of the dye.

The influence of each variable and the interactions between them are analyzed.

RESUME

Laine Hercosett 57 est la dénomination donnée à la laine qui a été soumise à un finissage irrétrécissable moyennant l'application d'une résine de polyamide-épichlorhydrine.

On étudie l'influence de différentes variables qui interviennent dans le système de teinture, sur l'absorption et la réaction des colorants réactifs α -bromo-acrylamide sur la laine Hercosett 57. On suit un type de planification d'expériences suivant un "plan central rotatif composé" qui permet d'établir des équations ou surfaces de réponse pour l'absorption et la réaction en fonction des τ variables choisies qui sont: le temps, la température, le pH, la concentration de produit auxiliaire AlbeGal B et la concentration de colorant.

On analyse l'influence de chaque variable ainsi que les interactions entre elles-mêmes.

INTRODUCCION

Desde el lanzamiento al mercado de los colorantes reactivos para lana han ido apareciendo un gran número de comunicaciones en donde se tratan, bien aspectos fundamentales del mecanismo de enlace de dichos colorantes con la fibra de lana, o bien problemas derivados de la aplicación de dichos colorantes sobre esta fibra. Los trabajos efectuados por A. N. Derbyshire y G. R. Tristram, J. Shore, F. Osterloh, H. Zahn y colaboradores, R. S. Asquith, H. Zollinger y H. Baumann, entre otros, constituyen un exponente de los estudios efectuados sobre los aspectos fundamentales del enlace químico de estos colorantes con la fibra de lana; de otra parte, W. Mossimann, A. Bühler y R. Casty, J. D. M. Gibson, D. M. Lewis y I. Seltzer, han publicado diferentes aspectos relacionados con la aplicación de dichos colorantes sobre la fibra de lana. El comportamiento de los colorantes reactivos para lana sobre la fibra de lana parcialmente modificada por tratamientos oxidantes y reductores fue estudiado por H. Zahn y P. F. Rouette (1), mostrando el notable efecto que presenta la lana parcialmente reducida sobre la reacción de los colorantes de tipo vinilsulfona y acrilamido; Gibson Lewis and Seltzer, (2) estudiaron el efecto que producían diferentes tratamientos inenocigibles sobre lana con la fijación del colorante aplicado por el método de fularado almacenado en frío. En ambos trabajos se estudia la reactividad de las lanas tratadas como un aspecto más entre los diferentes temas tratados, pero sin abordar el problema en su totalidad.

Desde hace algunos años, el S.I.L. ha promocionado la denominada lana Hercoset 57, obtenida mediante un tratamiento de cloración ácida seguido de un recubrimiento de una resina compuesta de poliamida y epicloridrina; esta fibra, denominada lana Hercoset 57, está caracterizada por impartir a las prendas con ella confeccionadas una elevada inenocigibilidad frente a los lavados en máquinas automáticas; dado que las condiciones en las que se efectúan estos lavados son severas, se requiere el uso de colorantes de elevada solidez el lavado y ello ha casi obligado a la aplicación de los colorantes reactivos. Es un hecho conocido industrialmente, que la lana Hercoset 57 presenta ciertas dificultades en la tintura para obtener tinturas igualadas; diversas recomendaciones de aplicación han sido publicadas por las productoras de colorantes, en donde se preconizan los procedimientos más adecuados para la tintura de esta fibra con colorantes reactivos para lana; sin embargo, al menos que conozcamos, el estudio de la tintura de la lana Hercoset 57 con colorantes reactivos no ha sido objeto de un planteamiento sistemático, ni de publicaciones referentes al mismo y por ello hemos creído oportuno que, dadas la novedad e importancia de este tipo de fibra y la poca documentación existente referente a su comportamiento tintóreo, un estudio de este tipo podría ser de interés en los momentos actuales. El presente trabajo tiende pues a analizar la influencia de las diferentes variables que intervienen en el sistema tintóreo sobre la absorción y reacción de un determinado tipo de colorantes reactivos para lana, los colorantes Lanazol de Ciba-Geigy, a fin de tener un cuadro lo más completo posible de la evolución y condicionamiento de este sistema tintóreo.

Para efectuar este estudio y poder obtener el máximo de información al menor costo, se ha empleado un sistema de planificación diferente al que es usual en los estudios tintóreos. Siguiendo los sistemas empleados en biología, agricultura y muchas otras ciencias y técnicas, entre ellas la industria química, hemos utilizado uno de los métodos indicados por W. G. Cochran y G. M. Cox (3), en su obra «Experimental Designs» para llevar a cabo la planificación de este trabajo, estudiando los resultados a través de una superficie de respuesta de un polinomio

cuadrático, que nos permite conocer la influencia de las variables principales y de sus interacciones, en relación a la absorción y reacción de los colorantes Lanazol con la lana Hercoset 57.

PLANIFICACION DE LAS EXPERIENCIAS

Existen unos cuantos métodos para la planificación de experiencias usando modelos de planes factoriales; el método elegido depende de la información requerida. En nuestro caso, al emplear variables de tipo cuantitativo tales como temperatura, pH, tiempo de tintura, concentración de productos, etc., se ha elegido un tipo de planificación que nos puede dar el valor de la absorción o reacción del colorante reactivo sobre lana como respuesta en función de un polinomio cuadrático, generalmente representado por:

$$Y_u = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i X_{iu} + \sum_{i=1}^k B_{ii} X_{iu}^2 + \sum_{i < j} B_{ij} X_{iu} X_{ju}$$

En este polinomio, «Y» representa la respuesta buscada; B_0 es el término independiente del polinomio que contiene las variables X_{iu} en forma lineal y cuadrática, siendo $u = 1, 2, 3, \dots, n$ observaciones en el experimento factorial y X_{iu} el nivel del factor «Y» en la observación u .

El experimento debe de planificarse de acuerdo con determinados criterios para que sea fácil el cálculo posterior de los coeficientes del polinomio. Para ello, Box y Hunter (3) proponen la idea de la rotacionalidad y por ello, dentro de los planes factoriales, el más empleado es el conocido como «plan central rotacional compuesto». Las características de estos planes permiten que, una vez determinada la superficie de respuesta, se puedan determinar por cálculo, todos los valores dentro de la misma que no han sido encontrados experimentalmente; por otra parte, un ajuste de este tipo no permite efectuar extrapolaciones por cálculo, y cuando éstas se efectúan, deben de ser posteriormente confirmadas por la experimentación. La resolución de un plan central rotacional compuesto lleva consigo varias etapas que han sido descritas en la literatura especializada y que pueden encontrarse en la obra de W. G. Cochran y G. M. Cox «Experimental Designs» o en la de Owens y Davis «The Designs and Analysis of Industrial Experimental» (4) a las cuales remitimos a los interesados en este modelo para planificar las experiencias. Las variables elegidas para el estudio del proceso de tintura de la lana Hercoset 57, con los colorantes Lanazol, fueron las siguientes: temperatura pH, tiempo de tintura, concentración de Albejal B y concentración de colorante. El diseño de un plan central rotacional compuesto con cinco variables está compuesto de 32 experiencias; los niveles de las variables y sus valores reales, para cada uno de los colorantes elegidos se presentan en la Tabla I, apareciendo la planificación de cada una de las experiencias en las Tablas II y III.

TABLA I

Variables	Niveles									
	Amarillo Lanazol 4G					Azul Lanazol 3G				
	-2	-1	0	1	2	-2	-1	0	1	2
Tiempo (minutos)	30	45	60	75	90	5	20	35	50	65
Temperatura °C	30	45	60	75	90	30	45	60	75	90
pH	4	4,75	5,5	6,25	7	4	4,5	5	5,5	6
Concentración Albejal B (% s.p.f.)	0	0,75	1,5	2,25	3	1	1,25	1,5	1,75	2
Concentración colorante (% s.p.f.)	0,5	1	1,5	2	2,5	0,25	0,75	1,25	1,75	2,25

EXPERIMENTAL

Lana, colorantes y productos auxiliares

Para las tinturas se empleó hilado de lana Hercoset previamente descrudado con éter, alcohol y agua. Como colorantes se emplearon el Amarillo Lanazol 4G y el Azul Lanazol 3G, dos de los elementos de la tricromía recomendada por Ciba-Geigy para la tintura de la lana. Se usó Albegal B como agente de igualación para la tintura, sulfato amónico y ácido acético como reguladores del pH y sulfato sódico como igualador.

Equipo

Las tinturas fueron efectuadas en un Tin-control (Renigal) al cual se le aplicó un termostato Struers para obtener un control preciso de la temperatura.

Las determinaciones colorimétricas se efectuaron en un espectrofotómetro Beckman DU.

La determinación de los coeficientes del polinomio, así como el estudio estadístico del ajuste de la ecuación hallada a los valores experimentales fue efectuada con un calculador Hewlett Packard 2.114-A. Se hizo uso del trazador de dicho calculador para obtener las gráficas.

Tinturas

Las tinturas se efectuaron sobre madejas de lana Hercoset 57 de 1 gr. Los parámetros constantes fueron:

Relación de baño	1/100
Sulfato amónico	4 % sobre peso de fibra
Sulfato sódico	7 % sobre peso de fibra

Cada experiencia fue efectuada tal como se indica en las Tablas II y III.

Determinación del colorante

Una vez finalizada la tintura se determinó el colorante absorbido y reaccionado en la fibra.

El colorante absorbido se evaluó en el baño residual, al que se adicionó piridina para formar una solución al 25 %.

Para evaluar el colorante reaccionado se efectuaron repetidas extracciones de la lana Hercoset 57 teñida, con solución de piridina al 25 % y a ebullición durante 10 minutos y hasta que la muestra no eliminaba más colorante; el colorante así determinado corresponde al retenido por la fibra y que no ha reaccionado con ella. Por simple cálculo entre el colorante inicial, el del baño residual y el no reaccionado con la fibra, se dedujo el colorante reaccionado.

RESULTADOS

Los resultados experimentales obtenidos para el colorante absorbido y reaccionado, Tabla V, permitieron el cálculo de los coeficientes del polinomio de la

TABLA II

Plan de experiencias para el Amarillo Lanazol 4G

<i>Exper.</i>	<i>Tiempo</i>	<i>Tempe- ratura</i>	<i>pH</i>	<i>Conc. Albegal</i>	<i>Conc. tintura</i>
1	45	45	4,75	0,75	2
2	75	45	4,75	0,75	1
3	45	75	4,75	0,75	1
4	75	75	4,75	0,75	2
5	45	45	6,25	0,75	1
6	75	45	6,25	0,75	2
7	45	75	6,25	0,75	2
8	75	75	6,25	0,75	1
9	45	45	4,75	2,25	1
10	75	45	4,75	2,25	2
11	45	75	4,75	2,25	2
12	75	75	4,75	2,25	1
13	45	45	6,25	2,25	2
14	75	45	6,25	2,25	1
15	45	75	6,25	2,25	1
16	75	75	6,25	2,25	2
17	30	60	5,5	1,5	1,5
18	90	60	5,5	1,5	1,5
19	60	30	5,5	1,5	1,5
20	60	90	5,5	1,5	1,5
21	60	60	4	1,5	1,5
22	60	60	7	1,5	1,5
23	60	60	5,5	0	1,5
24	60	60	5,5	3	1,5
25	60	60	5,5	1,5	0,5
26	60	60	5,5	1,5	2,5
27	60	60	5,5	1,5	1,5
28	60	60	5,5	1,5	1,5
29	60	60	5,5	1,5	1,5
30	60	60	5,5	1,5	1,5
31	60	60	5,5	1,5	1,5
32	60	60	5,5	1,5	1,5

TABLA III

Plan de experiencias para el Azul Lanazol 3G

<i>P. n.º</i>	<i>Tiempo</i>	<i>Temperatura</i>	<i>pH</i>	<i>Albegal concen.</i>	<i>Colorante concen.</i>
1	20	45	4,5	1,25	1,75
2	50	45	4,5	1,25	0,75
3	20	75	4,5	1,25	0,75
4	50	75	4,5	1,25	1,75
5	20	45	5,5	1,25	0,75
6	50	45	5,5	1,25	1,75
7	20	75	5,5	1,25	1,75
8	50	75	5,5	1,25	0,75
9	20	45	4,5	1,75	0,75
10	50	45	4,5	1,75	1,75
11	20	75	4,5	1,75	1,75
12	50	75	4,5	1,75	0,75
13	20	45	5,5	1,75	1,75
14	50	45	5,5	1,75	0,75
15	20	75	5,5	1,75	0,75
16	50	75	5,5	1,75	1,75
17	65	60	5	1,50	1,25
18	65	60	5	1,50	1,25
19	35	30	5	1,50	1,25
20	35	90	5	1,50	1,25
21	35	60	4	1,50	1,25
22	35	60	6	1,50	1,25
23	35	60	5	1	1,25
24	35	60	5	2	1,25
25	35	60	5	1,50	0,25
26	35	60	5	1,50	2,25
27	35	60	5	1,50	1,25
28	35	60	5	1,50	1,25
29	35	60	5	1,50	1,25
30	35	60	5	1,50	1,25
31	35	60	5	1,50	1,25
32	35	60	5	1,50	1,25

superficie de respuesta según las ecuaciones establecidas para ello; los valores de estos coeficientes para la respuesta «colorante absorbido» y «colorante reaccionado», expresados en % del colorante inicial, se indican en la Tabla IV.

TABLA IV

* Coeficientes del Polinomio	Amarillo Lanazol 4G		Azul Lanazol 3G	
	Absorbido	Reaccionado	Absorbido	Reaccionado
B ₁₁	77.2368	26.4005	86.9101	26.9488
B ₁	2.3483	3.1150	2.8975	4.3200
B ₂	12.1592	20.4408	9.0076	16.3593
B ₃	-4.9916	-0.9016	8.2493x10 ⁻²	6.5833x10 ⁻²
B ₄	-6.3708	-2.6400	-3.3125	-1.5833
B ₅	-0.3291	-3.3250	1.9858	-3.7125
B ₁₁	-0.4918	3.9544x10 ⁻²	-0.9846	0.4489
B ₂₂	-0.1443	4.1482	-0.6922	3.3874
B ₃₃	-0.5168	5.9544x10 ⁻²	3.2822x10 ⁻²	-0.4764
B ₄₄	-0.7930	0.8432	-5.5923x10 ⁻²	-0.2088
B ₅₅	-0.7130	0.4057	-1.5047	0.4536
B ₁₂	-0.3737	2.1412	-0.7337	2.1137
B ₁₃	-0.9974	-0.4137	-0.3537	0.5475
B ₁₄	0.7374	-0.4225	-9.5000x10 ⁻²	0.1162
B ₁₅	-0.7025	0.6074	0.8737	0.3475
B ₂₃	1.2087	-0.5987	3.3751x10 ⁻²	0.5200
B ₂₄	1.9937	-0.8050	0.7025	-1.0887
B ₂₅	-1.6437	-2.9350	-0.6137	-2.0500
B ₃₄	0.8250	-0.1399	-0.7050	-0.5000
B ₃₅	-1.7075	-0.3950	8.6249x10 ⁻²	-0.4962
B ₄₅	1.3125	0.4087	1.3750	0.4925

* Variables en este orden:

X₁ = Tiempo

X₂ = Temperatura

X₃ = pH

X₄ = Concentración de Albeegal B

X₅ = Concentración de colorante

Mediante las ecuaciones obtenidas se calcularon los valores de la respuesta en cada condición experimental, los cuales aparecen conjuntamente con los determinados experimentalmente en la Tabla V.

Como ejemplo del tipo de ecuación empleada y del análisis del ajuste obtenido por la superficie de respuesta a los valores obtenidos, se cita la del colorante reaccionado del Amarillo Lanazol 4G.

$$\begin{aligned}
 Y_2 = & 26.4005 + 3.1150 x_1 + 20.4408 x_2 - 0.9016 x_3 - 2.6400 x_4 - 3.3250 x_5 + \\
 & + 0.0395 x_1^2 + 4.1482 x_2^2 + 0.0595 x_3^2 + 0.8432 x_4^2 + 0.4057 x_5^2 + 2.1412 x_1 \\
 & x_2 - 0.4137 x_1 x_3 - 0.4225 x_1 x_4 + 0.6074 x_1 x_5 - 0.5987 x_2 x_3 - 0.8050 \\
 & x_2 x_4 - 2.9350 x_2 x_5 - 0.1399 x_3 x_4 - 0.3950 x_3 x_5 + 0.4087 x_4 x_5
 \end{aligned}$$

Análisis de la varianza

Reacción

Coefficiente de correlación múltiple = 0.999321

	<i>Grados libertad</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Cuadrado medio</i>	<i>F</i>	<i>F. 1 %</i>	<i>Tabulada 5 %</i>
Términos grado 1	5	10,712,9	2142,58	7323,11	11	5,05
Términos grado 2	15	763,453	50,8969	173,96	9,72	4,62
Desviación ajuste	6	13,3594	2,2265	7,610117	10,7	4,95
Error experimental	5	1,46289	0,2925			
Variación total	31	11,491,2				

Los términos de primer grado son altamente significativos.

Los términos de segundo grado son altamente significativos.

La aproximación del ajuste es muy buena según indica el coeficiente de correlación múltiple. El análisis de la varianza nos indica además que podemos aceptar la ecuación como ley del fenómeno a un nivel de significación del 99 %.

TABLA V

<i>Amarillo Lanazol 4G</i>					<i>Azul Lanazol 3G</i>			
<i>n.º Exper.</i>	<i>Color. Exp.</i>	<i>Absorb. Calc.</i>	<i>Color. Exp.</i>	<i>Reac. Calc.</i>	<i>Color. Exp.</i>	<i>Absorb. Calc.</i>	<i>Color. Exp.</i>	<i>Reac. Calc.</i>
1	76,55	77,23	10,54	10,63	73,05	74,18	10,56	10,19
2	78,78	79,78	14,44	15,06	79,49	80,06	15,82	16,60
3	95,48	94,36	58,37	57,93	94,70	92,89	48,78	47,94
4	96,64	95,67	58,2	57,56	97,88	97,94	48,06	48,00
5	61,39	63,77	13,13	13,94	75,90	75,69	14,53	14,12
6	59,8	62,33	12,9	13,52	83,40	85,06	13,76	14,17
7	81,56	81,97	41,92	41,48	94,21	93,49	37,02	35,81
8	91,71	92,44	66,05	66,14	98,41	97,13	63,11	63,04
9	49,5	49,93	8,76	9,29	64,44	64,47	12,41	13,00
10	66,93	67,51	11,71	12,05	78,13	80,03	13,87	15,20
11	84,89	83,35	39,94	39,22	90,58	90,09	32,42	32,13
12	89,9	88,68	60,82	60,62	90,66	89,62	52,83	53,68
13	45,87	47,83	7,52	8,05	68,95	70,07	6,74	6,96
14	48,64	50,92	8,02	9,08	67,77	68,31	14,67	16,03
15	79,19	79,35	49,68	49,68	87,70	85,88	42,70	42,44
16	77,73	78,04	46,22	46,03	94,93	94,97	44,62	45,11
17	71,19	70,57	20,26	20,32	75,87	77,21	14,95	16,51
18	81,52	79,96	33,39	32,78	90,08	88,80	36,00	33,79
19	57,2	52,34	4,16	2,11	69,59	66,16	9,46	7,80
20	98,29	100,97	82,36	83,87	98,70	102,19	72,10	73,22
21	83,01	85,15	27,98	28,44	87,13	86,91	25,57	24,91
22	69,5	65,18	25,83	24,83	86,96	87,24	25,16	25,17
23	88,56	86,80	35,16	35,05	83,09	93,35	28,09	29,28
24	61,74	61,32	24,92	24,49	80,29	80,10	24,78	22,95
25	76,29	75,04	35,66	34,67	74,50	76,96	36,91	36,19
26	74,65	73,72	20,92	21,37	87,29	84,90	21,25	21,34
27	77,09	77,23	26,65	26,40	87,01	86,95	26,37	26,95
28	77,09	77,23	27,17	26,40	87,01	86,95	26,08	26,95
29	77,32	77,23	26,34	26,40	86,81	86,95	27,68	26,95
30	77,59	77,23	26,06	26,40	86,81	86,95	27,05	26,95
31	76,46	77,23	25,64	26,40	87,12	86,95	27,32	26,95
32	75,7	77,23	26,01	26,40	87,02	86,95	26,55	26,95

% sobre colorante inicial.

DISCUSION

Dado que para el análisis de las variables principales y de sus interreacciones es necesario el fijar las magnitudes de las que permanecen constantes, se adoptó

el criterio de elegir las condiciones correspondientes al punto central de las experiencias de cada colorante, que fueron las siguientes:

	<i>Amarillo Lanazol 4G</i>	<i>Azul Lanazol 3G</i>
Temperatura	80°C	60°C
Tiempo	60 minutos	35 minutos
pH	5,5	5
Albegal B	1,5 % s.p.f.	1,5 % s.p.f.
Colorante	1,5 % s.p.f.	1,25 % s.p.f.

Al estudiar el efecto de cada variable, ésta abarca todos los valores del campo experimental y las otras los correspondientes al punto central de la experiencia. De acuerdo con esto, las gráficas correspondientes a las figuras del texto han sido efectuadas en relación a los valores constantes de las variables, escogiendo las correspondientes al punto central.

VARIABLES PRINCIPALES

Temperatura

El efecto de la temperatura en la absorción y reacción del colorante con la lana Hercosett 57 puede verse en la Fig. 1 para ambos colorantes y para los valores del punto central de las demás variables.

Podemos apreciar, que en las condiciones citadas, la absorción es casi una función lineal de la temperatura y que la relación entre la temperatura y la reacción es del tipo potencial, para ambos colorantes. Se observa que mientras para bajas temperaturas, por ejemplo 50°C, la diferencia entre absorción y reacción es grande, 50 y 60 % de colorante inicial para amarillo y azul respectivamente, a altas temperaturas, por ejemplo a 90°C, esta diferencia es menor, del orden del 15 % y 25 % para el amarillo y azul respectivamente. Esto es lógico ya que un determinado agotamiento no supone una proporcionalidad en la reacción porque ésta es mucho más lenta y además su dependencia de la temperatura es mucho más acentuada.

Tiempo

El efecto del tiempo puede observarse en la Fig. 2 tomando las demás variables los valores del punto central. Ambas, absorción y reacción aumentan al aumentar el tiempo. La absorción alcanza el equilibrio en un tiempo de 70 minutos para el Amarillo Lanazol 4G y en unos 50 minutos para el Azul Lanazol 3G (téngase en cuenta que las condiciones constantes varan de uno a otro colorante), mientras que la reacción está aún en el período cinético debido a las condiciones elegidas.

pH

La influencia del pH aparece en la Fig. 3, tomando las otras variables los valores del punto central.

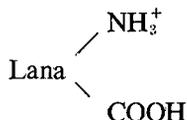
En el Amarillo Lanazol 4G el efecto de un aumento del pH, es disminuir la absorción; la reacción disminuye también como consecuencia del descenso de la absorción.

El Azul Lanasol 3G, no experimenta un notable efecto del pH en la absorción ni en la reacción, al menos dentro del campo de pH estudiado. Para ambos colorantes apreciamos una marcada diferencia del comportamiento tintóreo de la lana Hercoset 57 respecto de la lana normal ya que en esta última, hemos podido apreciar una gran sensibilidad de la absorción de la variación del pH.(5)

La diferencia de comportamiento entre lana normal y lana Hercoset 57 intentamos explicarla de la forma siguiente:

Según experiencias efectuadas (6) la lana normal fija mayor cantidad de ácido al estado en equilibrio que la lana Hercoset 57, lo cual es indicativo de que el número de grupos básicos combinables en la lana es algo superior a los existentes en la lana Hercoset 57. Ello puede ser debido a que la lana Hercoset 57 se somete en su manufacturación a un baño de cloración ácida que además de los efectos sobre la tensión superficial de la fibra produce un aumento del contenido de grupos ácidos formados por la rotura de enlaces disulfuro y peptídicos (7). Según esto, la lana Hercoset 57 puede presentar un contenido de grupos aminos libres inferior a la lana normal a consecuencia de la formación de puentes salinos entre grupos amino y grupos ácidos formados en la cloración. La existencia de menos cantidad de grupos amino libres capaces de ionizarse, unida a la presencia del catión acetidinio aportado por la resina Hercoset, explica la menor absorción de ácido por este tipo de lana.

En lo que se refiere a absorción de colorante, la lana normal a pH fuertemente ácido está ionizada en la forma



En estas condiciones el colorante es fuertemente atraído por la lana, y por tanto la absorción es elevada. Al aumentar el pH disminuye la carga positiva de la lana, y pasado el punto isoeléctrico predomina la carga negativa producida por la ionización de los grupos ácidos; con esta carga negativa de la lana el colorante es menos atraído y la absorción es menor.

En la lana Hercoset 57 la ionización producida por una variación de pH debe producirse en el mismo sentido que en la lana normal pero debe ser menor a causa, como ya hemos indicado, de la menor proporción de grupos aminos libres. Debido a ello se produce un ligero descenso de absorción al aumentar el pH. Pero la absorción del colorante está mucho más influenciada por la presencia del catión acetidinio en la resina, cuya fuerte carga positiva no es afectada por la variación del pH. Esta carga positiva es capaz no sólo de contrarrestar la existencia del mayor número de grupos ácidos en este tipo de lana sino que además ejerce una fuerte atracción del colorante que es absorbido por la resina; se crea así un mayor gradiente de concentración de colorante en la superficie de la fibra que facilita su difusión hacia el interior, difusión que por otra parte viene facilitada por existir menos puentes disulfuro en este tipo de lana. Todo ello hace que en la absorción de colorante por la lana Hercoset 57 el efecto producido por una variación de pH sea mucho menos acusada, y que además la lana Hercoset presente mayor absorción de colorante que la lana normal.

Albegal B

El Albegal B es un compuesto anfotérico capaz de reaccionar con el colorante y con la lana, recomendado por Ciba-Geigy como agente igualador en la tintura de la lana con colorantes Lanasol.

Ha sido indicado por varios autores (8) y (9) que el Albehal B presenta un punto óptimo de concentración en su aplicación, por debajo y por encima del cual la absorción del colorante disminuye; estos resultados también han sido confirmados en nuestras experiencias (5).

Los resultados obtenidos sobre lana Hercoset 57 al variar la concentración de Albehal B, Fig. 4, son diferentes a los hallados para lana sin tratar, pudiéndose apreciar en ambos colorantes cómo disminuye la absorción y la reacción al aumentar la concentración de Albehal B. Consideramos que esta diferencia de comportamiento puede explicarse como consecuencia de la mayor velocidad de absorción de la lana Hercoset 57 que hace innecesaria la acción del Albehal B para aumentar ésta, tal como ocurre en la lana normal, produciéndose a más elevadas concentraciones de Albehal B, bien un mayor bloqueo de los grupos catiónicos de la resina de poliamida epiclóridrina, con la consiguiente disminución de la absorción del colorante por la lana Hercoset 57, un efecto solubilizante del colorante en la micela del Albehal B, formada al aumentar la concentración de este producto en la solución tintórea.

Colorante

La influencia de la variación de la concentración de colorante en la absorción se muestra en la Fig. 5. El resto de condiciones fueron los indicados anteriormente para el punto central.

En las condiciones elegidas vemos que para el Amarillo Lanazol 4G no decrece marcadamente la absorción al aumentar el % de colorante hasta concentraciones de aproximadamente 1,7 ‰; a partir de esta concentración aparece una tendencia de disminución de la absorción.

El Azul Lanazol 3G presenta un comportamiento diferente y parece que para aumentos de colorante, cuando la concentración de éste no es muy elevada, aumenta la absorción.

La reacción, sin embargo, decrece bastante rápidamente al aumentar la concentración de colorante, lo cual prueba que las condiciones en las que se hicieron las gráficas no son las adecuadas para conseguir un buen grado de reacción, en especial en el Azul Lanazol 3G donde existe gran diferencia entre el colorante absorbido y reaccionado.

Interacciones

Cuando los efectos de las variables principales son conocidos, podemos estudiar la respuesta obtenida cambiando simultáneamente dos variables y verificar si las leyes generales del fenómeno son todavía seguidas o si se producen cambios en el comportamiento cuando cambian los niveles de las otras variables.

Los siguientes ejemplos ilustran este tipo de análisis.

Temperatura-pH

Las Figs. 6 y 7 obtenidas para el Amarillo Lanazol 4G y Azul Lanazol 3G con el resto de condiciones a los valores del punto central muestran que tanto la absorción como la reacción aumentan cuando la temperatura aumenta y el pH decrece. El efecto del pH es más marcado a bajas temperaturas en la absorción y a altas temperaturas en la reacción para el Amarillo Lanazol 4G, mientras que para el Azul Lanazol 3G no aparece una diferencia notoria del efecto del pH a las diferentes temperaturas, y tal como vimos al estudiar el efecto del pH, la influencia de éste es poco marcada.

Temperatura-Albegal B

Las Figs. 8 y 9 fueron obtenidas para el Amarillo Lanazol 4G y el Azul Lanazol 3G respectivamente.

Para todas las temperaturas estudiadas el efecto del Albegal B es disminuir la absorción y reacción del colorante por la fibra. El efecto es el mismo en ambos colorantes. Queda pues establecido que para cualquier temperatura el Albegal B presenta un comportamiento diferente en la tintura de la lana Hercoset 57 respecto al que tiene en la tintura de la lana normal.

Temperatura-Colorante

El comportamiento de los colorantes Amarillo Lanazol 4G y Azul Lanazol 3G se muestra en las Figs. 10 y 11 respectivamente.

Para ambos colorantes, la absorción presenta diferente comportamiento según sea la temperatura de tintura. Así, para temperaturas bajas, un aumento de la concentración de colorante parece suponer un aumento en la absorción, mientras que ésta disminuye al aumentar la concentración de colorante si se tinte a temperaturas elevadas.

La reacción, no obstante, tiende a decrecer con un aumento de la concentración de colorante para cualquier temperatura, pero más marcadamente para temperaturas elevadas.

Albegal B-pH

Las Figs. 12 y 13 se obtuvieron para los colorantes Amarillo Lanazol 4G y Azul Lanazol 3G respectivamente.

Observamos que en general tanto la absorción como la reacción disminuyen con un aumento del pH pero de forma poco pronunciada en ambos colorantes; únicamente en el caso del Azul Lanazol 3G se observa un ligero aumento de la absorción al aumentar el pH para concentraciones bajas de Albegal B. Debe tenerse en cuenta que las gráficas son teóricas y que por ello algunas líneas de absorción rebasan el 100 %.

Albegal B-Colorante

Las Figs. 14 y 15 fueron obtenidas para los colorantes Amarillo Lanazol 4G y Azul Lanazol 3G.

En el Amarillo Lanazol 4G la absorción disminuye con un aumento de la concentración de colorante, pero la influencia de esta concentración de colorante es menos pronunciada conforme aumenta la proporción de Albegal B en el baño. La reacción disminuye claramente con un aumento de colorante en el baño y con el aumento de la concentración de Albegal B.

En el Azul Lanazol 3G si bien la tendencia observada en la reacción es similar al comportamiento del colorante amarillo, la absorción en cambio presenta un comportamiento diferente, tal como ya se vio al analizar la influencia de la concentración de colorante. Para concentración baja de colorante, un aumento de ésta produce un aumento de absorción, pero a partir de un valor de concentración de colorante de aproximadamente 1,5 % s.p.f. el efecto es disminuir la absorción al aumentar el porcentaje de colorante. Esto se da con la misma intensidad para todas las concentraciones de Albegal B ensayadas.

Concentración de Colorante-pH

Las Figs. 16 y 17 muestran la interacción de colorante-pH para los dos colorantes estudiados, Amarillo Lanazol 4G y Azul Lanazol 3G.

Conocemos ya que el efecto del pH es más marcado en el colorante amarillo que en el azul. En el primero vemos ahora además, que el pH influye más acentuadamente si la concentración de colorante es elevada. En el colorante azul el efecto del pH sigue apareciendo muy poco significativo sea cual sea la concentración del colorante.

La reacción, como consecuencia de lo que ocurre en la absorción, desciende con un aumento del pH y más claramente para concentraciones elevadas de colorante en el Amarillo Lanazol 4G. En el Azul Lanazol 3G se observa esta misma tendencia a partir de concentraciones de colorante de 1,25 % aproximadamente.

CONCLUSIONES

Las que se pueden inferir de este estudio son:

La planificación de experiencias tintóreas mediante un plan rotacional compuesto, permite estudiar los procesos tintóreos complejos con un reducido número de experiencias, obteniéndose una superficie de respuesta que se adapta perfectamente a los valores experimentales y que puede considerarse como representativa del fenómeno estudiado.

En la tintura de la lana Hercoset 57 con colorantes acrilamido se ha podido apreciar los siguientes efectos principales:

La temperatura es la variable más significativa del proceso, y tanto la absorción como la reacción aumentan rápidamente con un aumento de la temperatura. a pesar de que la reacción, a temperaturas bajas, representa un bajo porcentaje respecto de la absorción.

En lana Hercoset 57, la variación del pH influye de forma menos marcada que en la lana normal variando la intensidad de la acción con los colorantes empleados. Un aumento de pH supone un descenso en la absorción. La reacción disminuye ligeramente como consecuencia del descenso de absorción, pero los valores relativos de colorante reaccionado respecto a colorante absorbido aumentan ligeramente con un aumento del pH.

El efecto del Albejal B en la tintura de la lana Hercoset 57 es también diferente del que se produce en la de la lana normal. Un aumento de la concentración de Albejal B produce siempre un descenso de la absorción y reacción de los colorantes por la lana Hercoset 57 debido, probablemente a la mayor reactividad de ésta, a un efecto de bloqueo del Albejal B sobre los grupos catión activos de la lana Hercoset 57 o a un efecto de solubilización del colorante en la micela del Albejal B. La concentración de colorante influye de manera que un aumento de ésta hace descender la absorción y reacción, especialmente cuando se sobrepasan determinados valores de concentración de colorante.

Interacciones

Temperatura-pH: El aumento de absorción con un descenso de pH es más marcado a bajas temperaturas mientras que en la reacción el efecto es más apreciable a temperaturas altas.

Temperatura-Albegal B: Un aumento de la concentración de Albegal B hace disminuir la absorción en todo el campo de temperaturas estudiado, en particular a temperaturas bajas; la reacción disminuye ligeramente pero con tendencia a estabilizarse.

Temperatura-Colorante: Sobrepasar ciertos valores de concentración de colorante, absorción y reacción tienden a disminuir; el efecto es más claro a temperaturas altas.

Albegal B-pH En general absorción y reacción disminuyen con un aumento de pH para cualquier concentración de Albegal B.

Albegal B-Colorante: Absorción y reacción tienden a disminuir con un aumento de concentración de colorante y de Albegal B. La influencia de la concentración de colorante es menos acusada a medida que aumenta la proporción de Albegal B.

Concentración de colorante-pH: El efecto del pH en la absorción, aún siendo débil, es más acentuado a concentración de colorante elevada. Este efecto es más claro en el colorante Amarillo Lanazol 4G que en el Azul Lanazol 3G.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su gratitud a la Subsecretaría de Investigación y Promoción Científica del Ministerio de Educación y Ciencia y al International Wool Secretariat por la ayuda económica prestada para el desarrollo de este estudio y a Ciba-Geigy, S. A. por la información y suministro de colorantes y productos químicos. Asimismo agradecen a doña M.^a Angeles Tosquella y a la señorita M.^a del Carmen Miliá su colaboración en el trabajo experimental.

BIBLIOGRAFIA

- (1) H. Zahn, P. F. Rouette. *Textilveredlung* 3 (1968) 5, S. 241-247.
- (2) J. S. D. C. 86 (1970) 7, pág. 298.
- (3) W. G. Cochran, G. M. Cox. *Experimental Designs*. J. Wiley & Sons. New York. 1957.
- (4) Owens y Davies. *The designs and analysis of industrial experimental*. Published by ICI and Oliver Boyd. London.
- (5) J. Cegarra, J. Ribé, A. Riva. Trabajo no publicado.
- (6) J. Cegarra, J. Gacén, P. Puente, M. Caro. Trabajo no publicado.
- (7) R. H. Earle, Jr, R. H. Saunders, L. R. Kangas. Hercules Incorporated, 910 Market Street, Wilmington, Delaware 19899.
- (8) A. Bühler, R. Casty. Ciba.
- (9) W. Mosimann, Ciba.

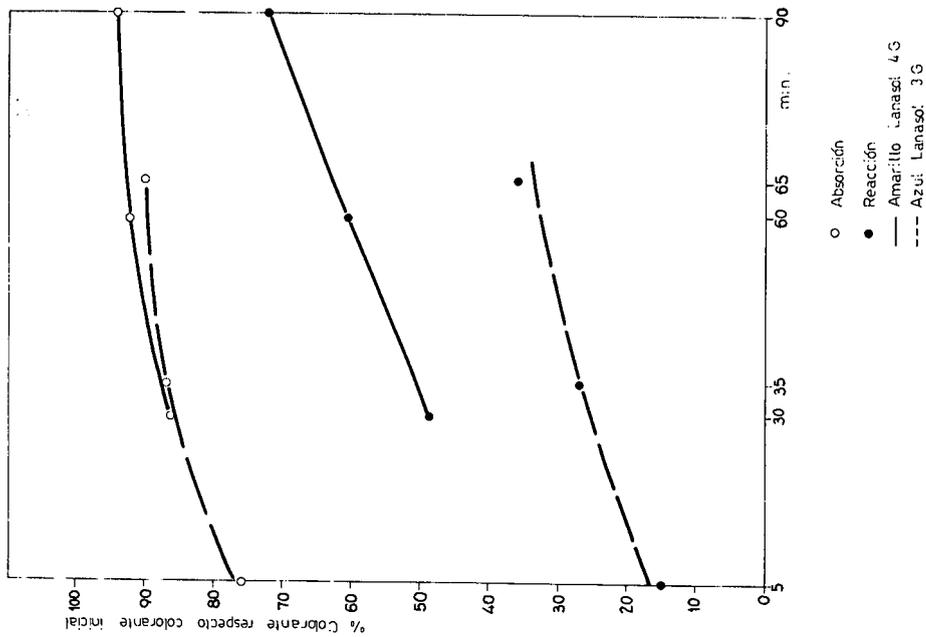


Fig. 2.- Influencia del tiempo

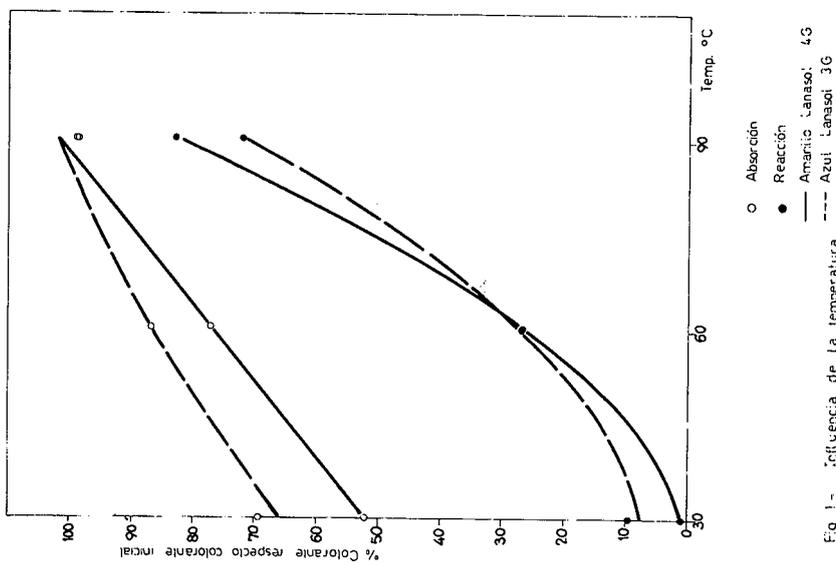


Fig. 1.- Influencia de la temperatura

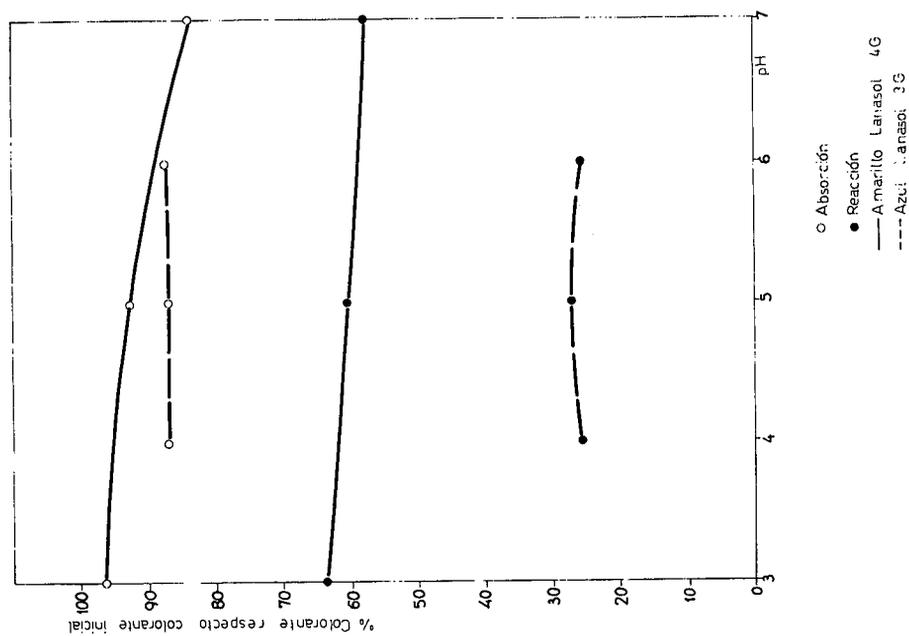


Fig. 3.- Influencia del pH

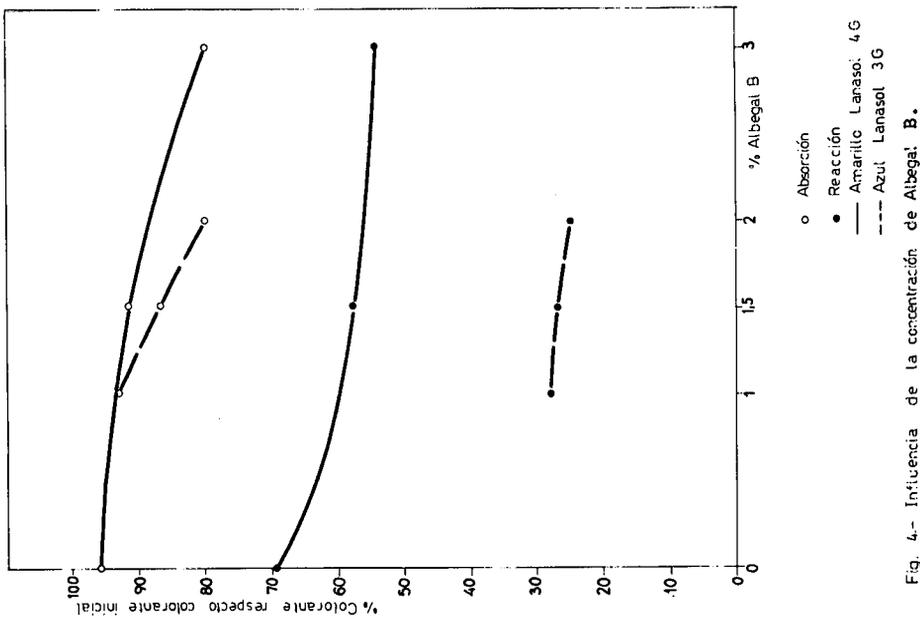


Fig. 4.- Influencia de la concentración de Albegal B.

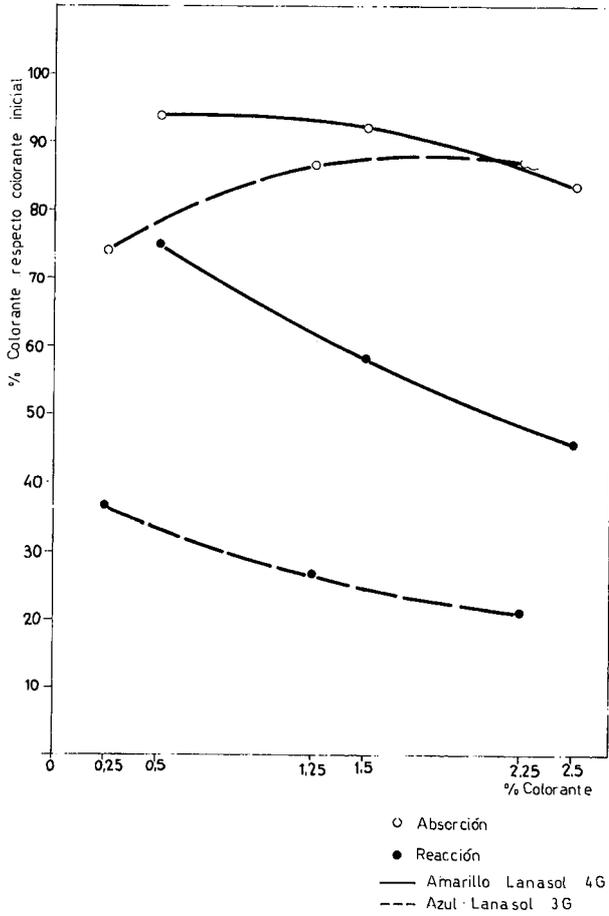


Fig. 5.- Influencia de la concentración de colorante

Fig 6 Absorción y reacción del Amarillo Lanazol 4G a diferentes condiciones de pH y temperatura

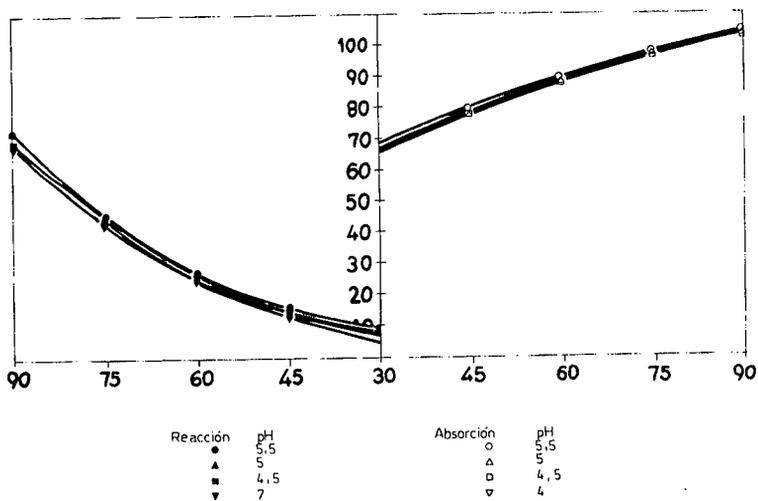
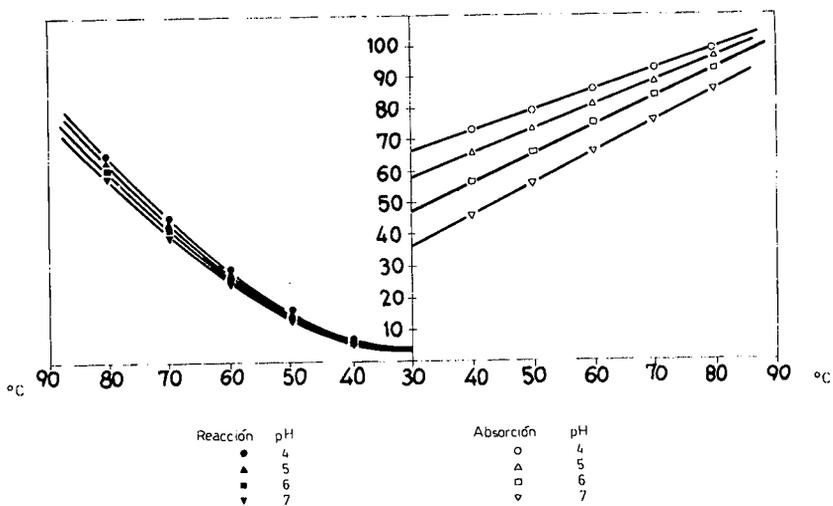


Fig. 7. Absorción y reacción del Azul Lanazol 3G a diferentes condiciones de pH y temperatura.

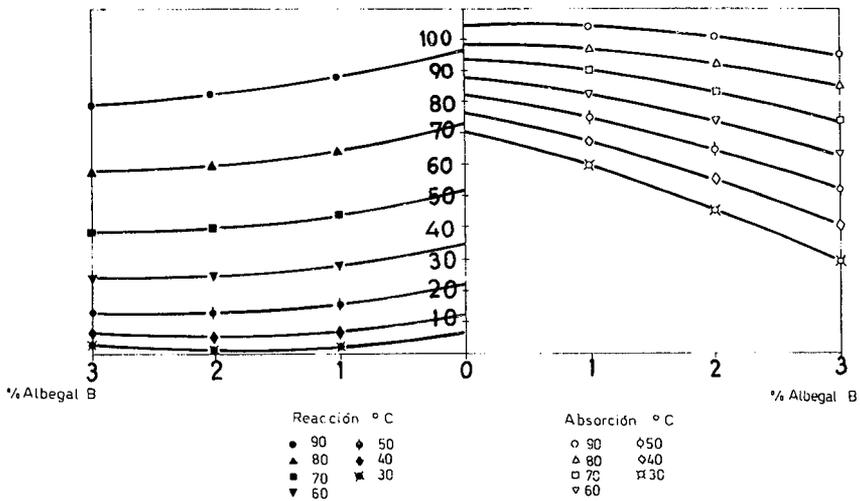


Fig. 8.- Absorción y Reacción del Amarillo Lanazol 4G a diferentes condiciones de temperatura y Abegal B.

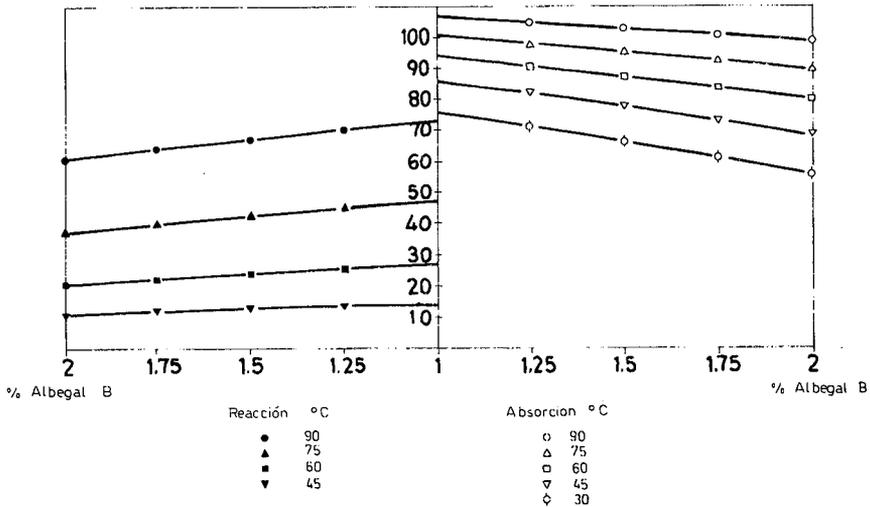


Fig. 9 Absorción y reacción del Azul Lanazol 3S a diferentes condiciones de temperatura y Abegal B.

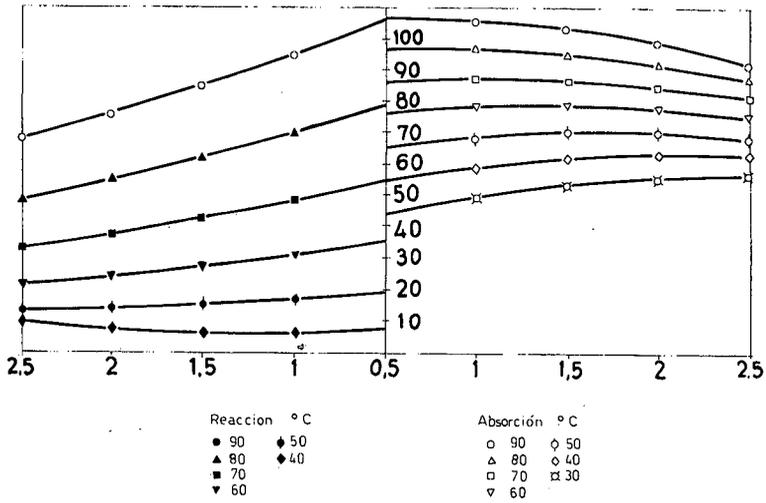


Fig. 10- Absorción y reacción del Amarillo Lanazol 4G a diferentes condiciones de temperatura y concentración de colorante.

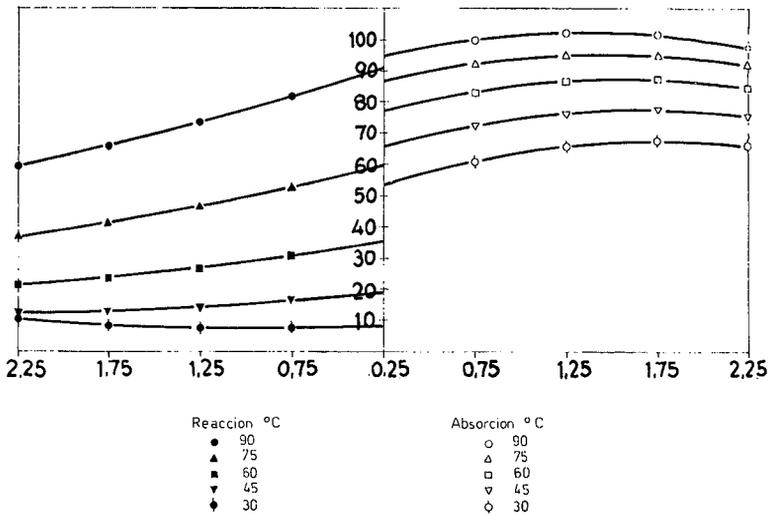


Fig 11 Absorción y reacción del Azul Lanazol 3G a diferentes condiciones de temperatura y concentración de colorante.

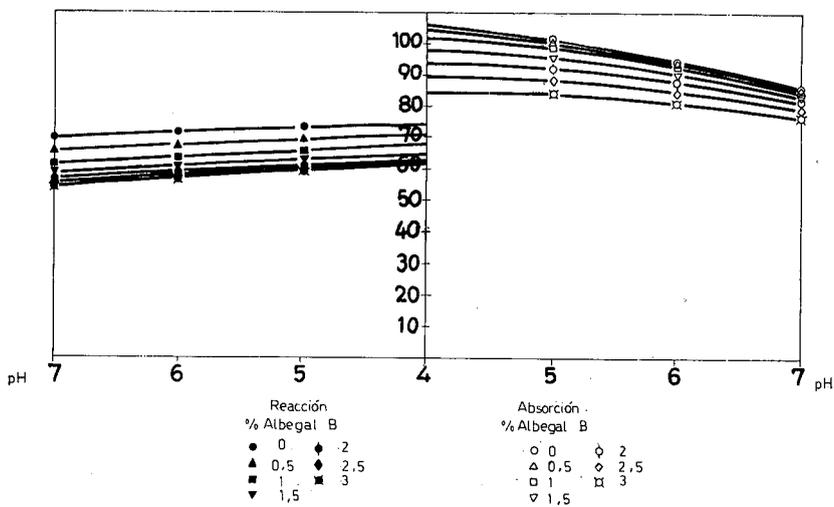


Fig 12 Absorción y reacción del Amarillo Lanazol 4G a diferentes condiciones de pH y Albegal B.

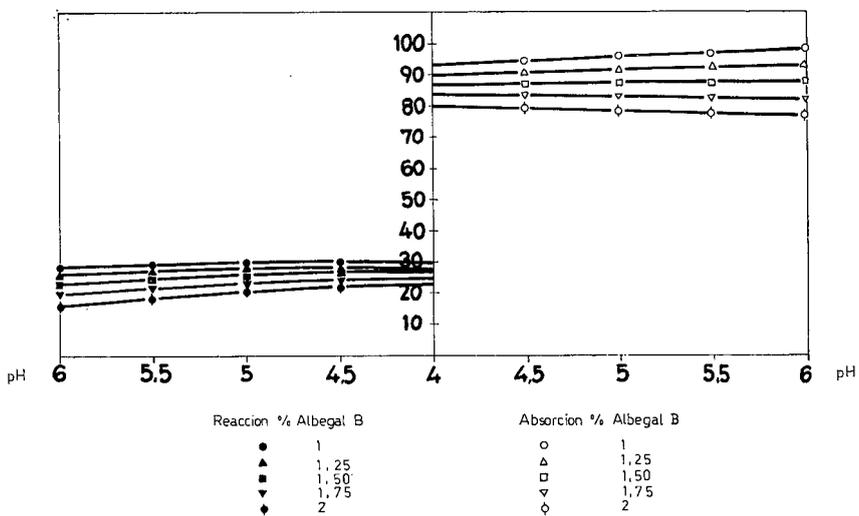


Fig 13 Absorción y Reacción del Azul Lanazol 36 a diferentes condiciones de pH y Albegal B.

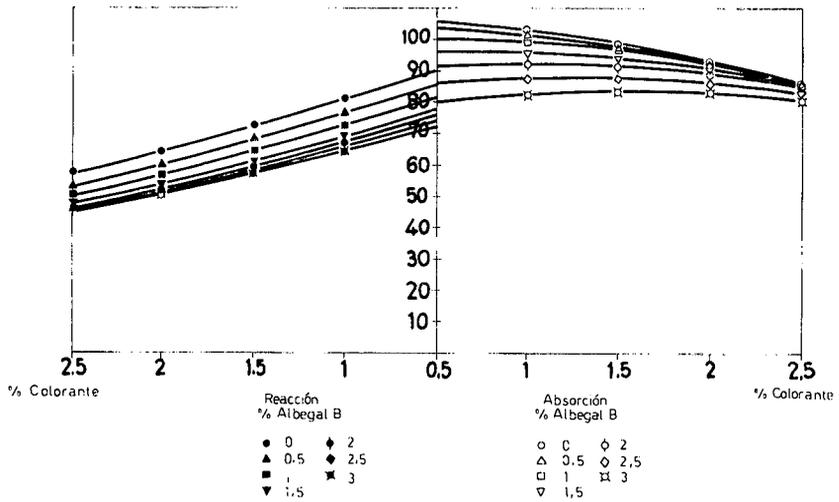


Fig. 14 Absorción y reacción del Amarillo Lanazol 46 a diferentes concentraciones de Albegal B y colorante.

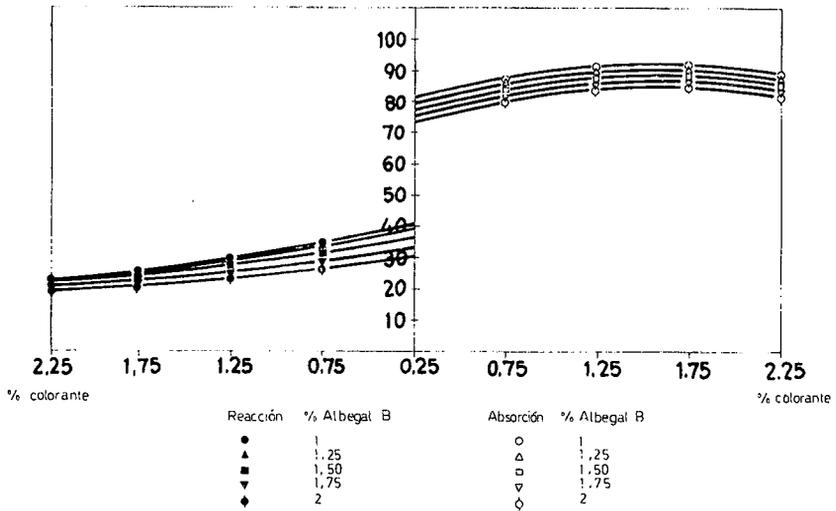


Fig. 15 Absorción y Reacción del Azul Lanazol 36 a diferentes concentraciones de Albegal B y colorante.

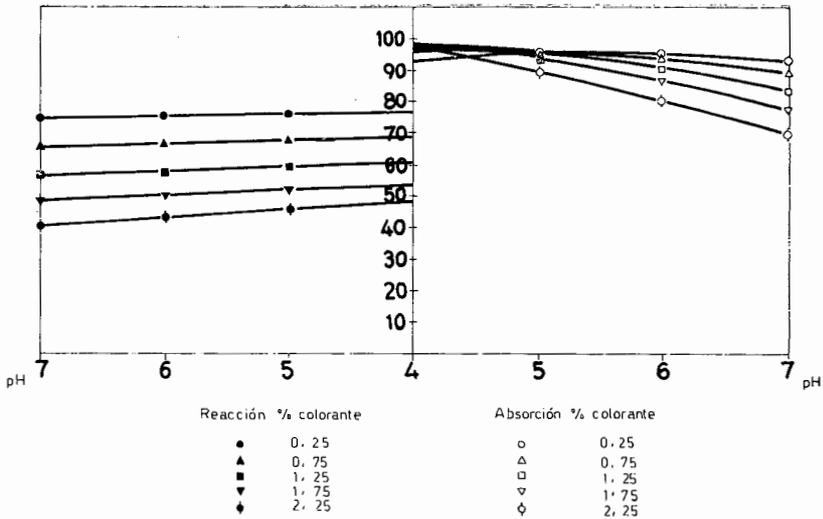


Fig. 16 Absorción y Reacción del Amarillo Lanazol 4G a diferentes condiciones de pH y concentración de colorante.

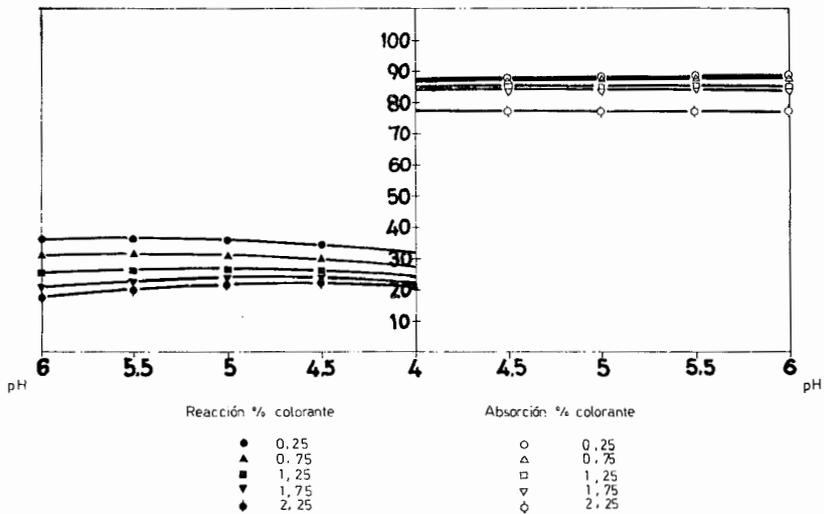


Fig. 17 Absorción y Reacción del Azul Lanazol 3G a diferentes condiciones de pH y concentraciones de colorante.

