

# **Posibilidades del blanqueo de la lana por vaporizado a temperaturas superiores a los 100° C en presencia de peróxido de hidrógeno**

por los Dres. **J. Cegarra** y **J. Gacén**

## **RESUMEN**

*Se estudia, a través de un plan central rotacional de experiencias, el blanqueo oxidante y reductor de la lana con peróxido de hidrógeno, en medios alcalino y ácido, y bisulfito sódico a temperaturas superiores a 100°C. La relación entre las variables del proceso y las propiedades de la lana blanqueada se ha estudiado haciendo uso de las regresiones múltiples. Las ecuaciones de regresión se ajustan francamente bien a los resultados experimentales.*

*El blanqueo de la lana en medio alcalino por el proceso de impregnación-vaporizado proporciona siempre un blanco mejor que cuando se trabaja en medio ácido. En el blanqueo alcalino, el vaporizado a temperaturas superiores a 100-120°C conduce a una disminución del efecto de blanqueo y a una superior alteración de la fibra. El blanqueo con bisulfito sódico por vaporizado a temperaturas superiores a 100°C no mejora el blanco ni reduce el tiempo del proceso en relación con el blanqueo a 100°C.*

## *Summary*

*Through a rotationnel central design of experiments, oxidizing and reducing bleaching of wool with hydrogen peroxide is studied, in both alkaline and acidic media, as well as with sodium bisulphite at temperatures above 100°C. The relation between the variables of the process and the properties of bleached wool has been also studied by means of multiple regressions. Regression equations fit quite well with the experimental results.*

*Wool bleaching in an alkaline medium by the pad-steam process yields always a better whiteness than in an acidic medium. In an alkaline medium, steaming at temperatures above 100-120°C decreases the bleaching effect and leads to a higher alteration of the fibre. Bleaching with sodium bisulphite at temperatures higher than 100°C does neither improve nor reduce the process time as compared to bleaching at 100°C.*

## **RESUME**

*Moyennant un plan central de rotation, on étudie le blanchiment oxydant et réducteur de la laine avec peroxyde d'hydrogène, en milieux alcalin et acide, et bisulfite de sodium à températures supérieures à 100°C. On a étudié le rapport*

*entre les variables du processus et les propriétés de la laine blanchie en se servant des regressions multiples. Les équations de regression s'ajustent franchement bien aux résultats expérimentaux.*

*La blanchiment de la laine en milieu alcalin par le procédé de foulardage-vaporisage fournit toujours un blanc meilleur que lorsqu'on travaille en milieu acide. Dans le blanchiment alcalin, le vaporisage à températures supérieures à 100-120°C conduit à une diminution de l'effet de blanchiment et à une altération supérieure de la fibre. Le blanchiment avec bisulfite de sodium par vaporisage à températures supérieures à 100°C n'améliore pas le blanc ni réduit le temps du processus en rapport avec le blanchiment à 100°C.*

## 1. INTRODUCCION

Estudios efectuados previamente por los autores (1) y (2), han mostrado que el blanqueo de la lana por el método de impregnación vaporizado a 100°C en medio alcalino da origen a blancos superiores cuando se realiza en medio ácido.

Dado que en el blanqueo de las fibras celulósicas por el procedimiento de impregnación en soluciones de peróxido de hidrógeno y posterior vaporizado, se consiguen grados de blanco algo más elevados y se acortan los tiempos de operación cuando se emplean temperaturas de vaporizado superiores a los 100°C (3), se pensó en estudiar qué posibilidades ofrecía el blanqueo de la lana por el método de impregnación y vaporizado a temperaturas superiores a los 100°C para ver si con ello se podían conseguir mejores grados de blanco a los obtenidos cuando la temperatura de vaporizado es de 100°C. El objeto, pues, del presente trabajo es el de buscar si existe o no esta posibilidad y para ello se ha procedido a efectuar un estudio de las condiciones óptimas del proceso para obtener mayor grado de blanqueo de la fibra con el mínimo de alteración cuando se emplea el peróxido de hidrógeno en medio alcalino y en medio ácido, considerando las temperaturas de vaporizado superiores a los 100°C y tomando como base la experiencia anteriormente adquirida en el estudio de estos sistemas de blanqueo a la temperatura de 100°C.

## 2. PLANIFICACION DE LA EXPERIENCIA

Los estudios previos realizados (1, 2) condujeron a la conclusión de que cuando se efectuaba el blanqueo por vaporizado a la temperatura de 100°C las variables que tenían más importancia en el efecto de blanqueo y el ataque de la fibra eran el tiempo de vaporizado y la concentración de peróxido de hidrógeno en el baño de fulardado. En este estudio se ha partido, pues, de considerar estas dos variables conjuntamente con la temperatura de vaporizado. Como el efecto de cada una de estas variables es directamente influenciado por las otras dos, el estudio del efecto combinado de las tres variables sobre los resultados de blanqueo se ha llevado a término a través de una planificación central compuesta de tipo rotacional de tres variables, de acuerdo con la codificación existente para el diseño de estos planes (4).

Las variables codificadas escogidas han sido:  
Blanqueo en medio alcalino y ácido

$$t = \frac{T - 8 \cdot 5}{1 \cdot 5} \qquad c = \frac{C - 8}{1 \cdot 5} \qquad v = \frac{v - 107}{8}$$

Tiempo

Concentración peróxido de hidrógeno

Temperatura vaporizado

Mediante estas variables y la codificación se fijaron las condiciones experimentales que aparecen en las Tablas I y II.

La ecuación de respuesta se ha representado bajo la forma de un polinomio de segundo grado con tres variables, cuya ecuación es:

$$Y = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + B_3X_3 + B_{11}X_1^2 + B_{22}X_2^2 + B_{33}X_3^2 + B_{12}X_1X_2 + B_{13}X_1X_3 + B_{23}X_2X_3 \quad (I)$$

Como respuesta de las experiencias se han evaluado los siguientes parámetros: grado de blanco (W), índice de amarillo (I.A.), solubilidad alcalina (A.S.) cistina-cisteína (Cys), ácido cisteínico (A. Cys.).

El cálculo de la ecuación de respuesta, para cada caso, el análisis de la variancia y el ajuste de la ecuación a los valores experimentales, fue efectuado con un computador UNIVAC 1107, según el programa BMDO 3R (5) relativo a la regresión lineal múltiple; para determinar la combinación de factores que optimizan o minimizan la respuesta se siguió el método de determinar las  $\frac{dv}{dx_n}$  para tres variables dependientes, igualando a cero las tres ecuaciones y resolviendo el sistema de ecuaciones (4).

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

#### 3.1. Materia

Se empleó peinado de lana española de 21 m $\mu$  de finura previamente lavado. Las características de la lana fueron:

Solubilidad alcalina (%)	13,6
Solubilidad urea-bisulfito (%)	25,7
Cistina-cisteína (%)	11,5
Cisteína (%)	0,13
Acido cisteínico (%)	0,22
Grado de blanco (W)	48,1
Índice de amarillo (Y.I.)	51
Resistencia stelometer (g/tex)	11,21

#### 3.2. Productos

Agentes blanqueadores:

Se empleó peróxido de hidrógeno (200 vol., de 50 % de riqueza aproximada) que contenía ácido fosfórico como estabilizador. La solución fue diluida y la concentración de la disolución determinada según se indicó en un trabajo anterior (6).

Agentes auxiliares:

En el blanqueo oxidante en medio alcalino se empleó Estabilizador C como

estabilizador del pH y Mojante RPD 70 % como humectante. En el blanqueo oxidante en medio ácido se empleó Lufibrol W como estabilizador del pH y Nekanil LN como humectante.

Se empleó hidróxido sódico y ácido sulfúrico para ajustar el pH a los valores requeridos.

### 3.3. Determinación del efecto de blanqueo

En las lanas blanqueadas con peróxido de hidrógeno, se determinaron la solubilidad en álcali (7) y los contenidos de cistina-cisteína (8) y ácido oisteico (9), para controlar y comparar la degradación experimentada por la lana en los diferentes ensayos de blanqueo.

Para eliminar errores debidos a posibles irregularidades en el tratamiento, cada muestra blanqueada fue convenientemente homogeneizada.

Grado de blanco:

El índice de blancura (W) fue determinado según la ecuación (10, 11)

$$W = \sqrt{(CF)^2 + (100 - AS)^2}$$

en donde CF es el factor de coloración (el coeficiente de amarillo, la diferencia entre las reflectancias a 650 y 450 m $\mu$ ) y AS es la luminosidad (la media aritmética de las reflectancias a 420, 450, 500, 600 y 650 m $\mu$ ). El valor W representa la variación (%) del punto calculado para la muestra respecto al blanco ideal del árbol de Munsell, siendo la lana tanto más blanca cuanto menor es este valor.

Índice de amarilleamiento:

El índice de amarilleamiento (I.A.) fue determinado según la siguiente ecuación, adaptación por Norton y Nicholls (12) de la fórmula de Hunter.

$$I_A = \frac{R_{650} - R_{425}}{R_{550}} \times 100$$

donde R<sub>650</sub>, R<sub>425</sub> y R<sub>550</sub> son las reflectancias a 650, 425 y 550 m $\mu$  respectivamente.

### 3.4. Aparatos

Se han empleado los siguientes:

- pH metro Beckman de escala expandida.
- Espectrofotómetro Beckman modelo DK2.
- Espectrofotómetro Beckman modelo DU, con su accesorio para determinar reflectancias.
- Hidroextractor para escurrir la lana blanqueada y lavada.

Máquina de vaporizado:

Para efectuar el vaporizado se ha empleado una máquina construida por P. Serracant, S. A., cuyo esquema y disposición general aparecen en las Figs. 1 y 2 respectivamente.

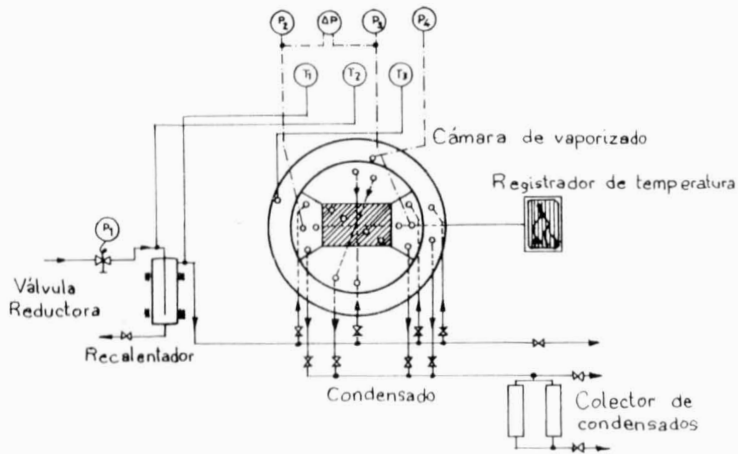
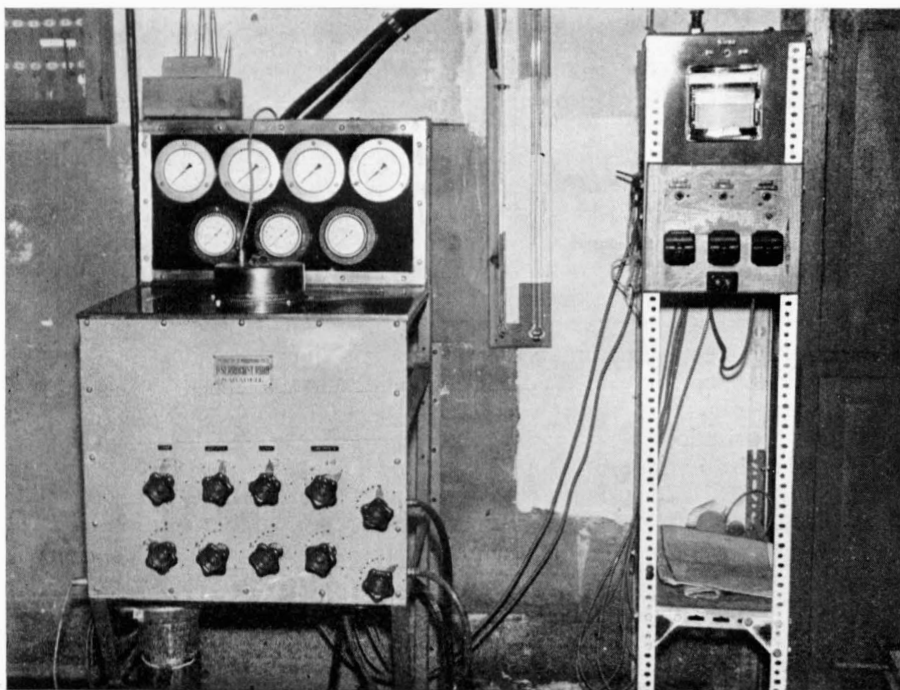


Fig. 1.- Diagrama de la máquina de vaporizado.



Figs 2 Máquina de vaporizar

Como puede apreciarse en el esquema, la máquina está compuesta de cámara de vaporizado de acero inoxidable, zona rayada, en la que se dispone la materia con densidades de empaquetado hasta de  $400 \text{ g/dm}^3$ ; en el fondo de la cámara van montados dos termopares, conectados a un registrador gráfico de temperaturas tipo 4SQ-306/61 de la casa Jacquet que permite efectuar una anotación cada cinco segundos; las paredes laterales de la cámara están agujereadas para permitir el paso del vapor proveniente de cuatro cámaras que rodean la de vaporizado. Estas cámaras van provistas de admisión de vapor y salida de condensado, pudiendo combinarse de forma que la materia esté sometida a un vaporizado por difusión del vapor o a un vaporizado por corriente de vapor; dos termopares permiten conocer las temperaturas de vapor antes de ponerse en contacto con la materia. Las cuatro secciones de vaporizado llevan una envolvente, calentada con vapor, que a su vez va aislada térmicamente.

Una serie de termómetros y manómetros completan el equipo de medida del aparato. Las condiciones del vapor pueden variarse a la entrada, mediante una válvula y un recalentador de vapor.

### 3.5. Método operatorio

En cada ensayo de blanqueo se utilizaron 50 g de peinado de lana, cortada en trozos de 12 cm. La materia fue sumergida en la solución blanqueante, durante dos minutos y escurrida en un foulard de modo que la retención de la solución fuese del 120 %.

La lana impregnada y escurrida no fue directamente colocada en la cámara de vaporizado de la máquina, pues la presencia en ella de los termopares hace difícil una regular distribución. Así pues, se preparó un bloque de lana colocando por capas las fibras en el recipiente indicado en la Fig. 3. Una vez colocada toda la lana, se ató el bloque resultante con unos hilos de algodón previamente dispuestos; a continuación se cerró el bloque con el accesorio situado a la izquierda de la figura y a través de unos agujeros situados en la parte inferior del recipiente, se clavaron dos punzones de acero inoxidable, de modo que atravesaban todo el bloque de materia. Seguidamente, se destapó el recipiente, se retiró el bloque de lana con los punzones clavados y se procedió a afofcarlo para conseguir una mayor regularidad de compacidad y que los punzones se deslizaran con facilidad a través de la lana. El bloque con los punzones era introducido en la cámara de vaporizado de modo que la parte hueca de los mismos penetrase dentro de los termopares y finalmente se sacaban los punzones, se cerraba la cámara y se procedía al vaporizado. Este fue efectuado admitiendo vapor en las cuatro secciones, con las tomas de vapor completamente abiertas, y con las válvulas de salida del condensado ligeramente abiertas para alcanzar rápidamente el equilibrio de temperatura en la cámara de vaporizado.

Finalizado se extraía el tiempo de vaporizado se abría la cámara, el bloque de lana, se retiraba la lana de las partes superior e inferior del bloque y se procedía a tres lavados con agua destilada durante 5 minutos a temperatura ambiente y se escurría la muestra en un hidroextractor, secándola a temperatura.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados obtenidos en el blanqueo con peróxido de hidrógeno en medio alcalino se muestran en la Tabla I y los hallados en medio ácido aparecen en la Tabla II.

TABLA I

*Blanqueo con peróxido de hidrógeno (medio alcalino)*

Ensayo (n.º)	Tiempo (mín.)	Peróxido de hi- drógeno (Vol. 0/1)	Tempe- ratura (°C)	W		I.A.		Solubilidad alcalina (%)		Cistina- cisteína (%)		Acido cisteico (%)		Resistencia en húmedo (g/tex)	
				Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.		
1	7	6,5	104	35,06	34,67	28,52	27,86	40,5	40,5	10,07	10,10	2,76	2,70	7,90	7,63
2	10	6,5	104	35,11	34,49	29,29	28,86	41,3	40,4	9,62	9,74	3,03	3,13	7,26	7,41
3	7	9,5	104	33,08	32,49	28,25	27,57	44	46,9	9,44	9,54	3,04	3,02	7,60	7,57
4	10	9,5	104	35,07	34,43	32,29	31,10	57,8	58,3	9,13	9,04	3,69	3,56	6,85	6,88
5	7	6,5	110	35,62	35,77	31,41	31,83	40,3	39,2	9,76	9,88	3,10	2,99	7,94	7,84
6	10	6,5	110	37,18	37,42	34,37	34,43	57,7	54,1	9,52	9,44	3,75	3,56	6,66	6,62
7	7	9,5	110	34,76	34,85	30,62	30,23	48,5	48,3	9,23	9,15	4	3,66	7,92	7,70
8	10	9,5	110	38,61	38,61	35,35	35,37	65,6	65,3	8,58	8,58	4,5	4,34	5,80	6,00
9	6	8	107	32,37	32,61	26,94	27,39	40,2	37,9	9,88	9,79	2,86	3,07	7,96	8,16
10	11	8	107	35,19	35,60	31,91	32,50	57,4	59,7	8,96	9,00	3,89	4,00	6,92	6,56
11	8,5	5,5	107	35,76	35,91	30,47	30,48	34,1	37,7	10,07	9,96	2,47	2,51	7,66	7,65
12	8,5	10,5	107	34,62	35,09	30,03	31,20	61	59,1	8,7	8,76	3,15	3,43	7,22	7,08
13	8,5	8	102	32,96	34,16	26,93	28,45	38,3	40,6	9,93	9,84	3,21	3,17	7,10	7,03
14	8,5	8	112	39,0	38,56	35,65	35,32	46,4	53,0	9,23	9,27	3,69	4,06	6,54	6,48
15	8,5	8	107	36,76	35,11	30,85	30,30	46,2	46,5	9,24	9,48	3,69	3,45	7,14	6,57
16	8,5	8	107	34,9	35,11	29,27	30,30	42,9	46,5	9,33	9,48	3,34	3,45	6,44	6,57
17	8,5	8	107	34,34	35,11	30,18	30,30	45,1	46,5	9,52	9,48	3,25	3,45	6,80	6,57
18	8,5	8	107	35,15	35,11	31,24	30,30	51,3	46,5	9,7	9,48	3,42	3,45	6,80	6,57
19	8,5	8	107	34,61	35,11	29,9	30,30	48,4	46,5	9,63	9,48	3,41	3,45	6,36	6,57
20	8,5	8	107	35,17	35,11	30,78	30,30	53,7	46,5	9,45	9,48	3,67	3,45	6,14	6,57

TABLA II

*Blanqueo con peróxido de hidrógeno (medio ácido)*

Ensayo (n.º)	Tiempo (min.)	Peróxido de hidrógeno (Vol. 0/1)	Tempe- ratura (°C)	W		I.A.		Solubilidad alcalina (%)		Cistina- cisteína (%)		Acido cisteico (%)	
				Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.	Exper.	Ajust.
1	7	6,5	104	40,5	40,5	34,3	35,0	30,4	28,4	9,70	9,87	2,66	2,53
2	10	6,5	104	40,4	40,3	34,7	34,9	39,6	41,8	9,57	9,57	2,92	2,87
3	7	9,5	104	39,3	39,1	34,9	34,4	47,0	51,1	9,25	9,30	2,84	3,02
4	10	9,5	104	40,6	40,7	34,8	35,1	59,4	55,6	8,85	8,87	3,62	3,36
5	7	6,5	110	41,4	40,9	35,8	35,7	35,8	39,8	9,61	9,68	2,82	2,96
6	10	6,5	110	42,1	42	36,5	37,5	64,2	60,3	9,37	9,38	3,46	3,18
7	7	9,5	110	40,2	39,9	36,4	36,4	59,3	57,3	8,78	8,87	3,49	3,43
8	10	9,5	110	43,0	42,7	39,2	39	66,6	68,9	8,56	8,44	3,59	3,63
9	6	8	107	39,3	39,7	34,4	34,5	42,6	40,3	9,97	9,78	2,67	2,53
10	11	8	107	41,9	41,9	37,1	36,5	59,2	61,1	9,09	9,17	2,72	2,99
11	8,5	5,5	107	41,0	41,3	36,7	35,7	41,2	41,1	9,87	9,76	2,86	2,99
12	8,5	10,5	107	40,6	40	36,0	36,4	67,5	67,2	8,49	8,50	3,78	3,78
13	8,5	8	102	39,2	39,2	34,1	34,0	35,1	34,9	9,59	9,46	2,78	2,89
14	8,5	8	112	40,6	41,2	37,9	37,8	55,5	55,5	8,98	8,95	3,43	3,48
15	8,5	8	107	39,7	39,5	35,2	33,6	46,5	45,1	9,57	9,57	3,02	2,96
16	8,5	8	107	41,2	39,5	34,1	33,6	43,8	45,1	9,61	9,57	3,01	2,96
17	8,5	8	107	38,9	39,5	33,0	33,6	41,6	45,1	9,26	9,57	2,86	2,96
18	8,5	8	107	39,9	39,5	32,9	33,6	44,2	45,1	9,44	9,57	2,85	2,96
19	8,5	8	107	39,0	39,5	33,9	33,6	47,3	45,1	9,72	9,57	2,95	2,96
20	8,5	8	107	38,4	39,5	32,7	33,6	47,1	45,1	9,75	9,75	3,10	2,96



## 5. ECUACIONES DE RESPUESTA Y ANALISIS ESTADISTICO

El planteamiento y resolución de una regresión múltiple lineal, según el programa BMD 03R del computador, ha dado los siguientes resultados:

### 5.1. Blanqueo en medio alcalino

#### 5.1.1. Grado de blanco (W)

Los valores del análisis estadístico aparecen en la Tabla III.

TABLA III

Coefficiente de determinación	0.8682
Coefficiente de correlación múltiple	0.9318
Término independiente	7.16725

#### Análisis de la variancia para la regresión lineal múltiple

Fuente de variación	G.L.	Suma de cuadrados medios		F
Debida a la regresión	9	0.00452	0.00050	7.9223
Respecto a la regresión	10	0.00069	0.00007	
TOTAL	19	0.00521		

El valor de F muestra que esta regresión es muy significativa ya que para  $P = 1\%$   $t$  es 4.14. Al analizar la significación de los coeficientes de regresión para  $P = 4\%$  el valor  $t$  es 2.23, por lo que ningún coeficiente de regresión es significativo; la no significación de los coeficientes de regresión no indica que la variable dependiente,  $W$ , no está relacionada a las variables dependientes, sino que, para el nivel de significación adoptado, sería necesario un mayor número de pruebas para definir más precisamente esta relación (13).

Se ha usado el plan factorial  $2^3$ , parte del plan central rotacional, para estudiar los efectos principales y las interacciones; la significación sólo se obtiene al nivel del  $5\%$  para el tiempo y la temperatura, no observándose influencia de la concentración de peróxido de hidrógeno ni de las interacciones.

La superficie de respuesta viene representada por la ecuación:

$$\begin{aligned}
 Y = & 7,16725 - 9,43921 X_1 - 10,65060 X_2 - 11,66997 X_3 - \\
 & - 16,01646 X_1^2 + 5,29488 X_2^2 + 4,99421 X_3^2 + 23,55851 X_1 X_2 + \\
 & + 10,16323 X_1 X_3 + 6,98718 X_2 X_3
 \end{aligned} \quad (II)$$

en donde:

$$Y = W \cdot 10^{-2}; X_1 = \text{min} \cdot 10^{-2}; X_2 = \text{Vol } 0/1 \cdot 10^{-2}; X_3 = \text{°C} \cdot 10^{-2};$$

El análisis de la existencia de máximos o mínimos (14), confirma la existencia de un minimax.

El sistema de ecuaciones (III) para determinar el mínimo valor de  $W$ , o sea el mayor grado de blanco, viene dado por:

$$\frac{dy}{dX_1} = -9,43921 - 32,03292 X_1 + 23,55851 X_2 + 10,16323 X_3 = 0$$

$$\frac{dy}{dX_2} = -10,65060 + 23,55851 X_1 + 12,58976 X_2 + 6,98718 X_3 = 0 \quad (\text{III})$$

$$\frac{dy}{dX_3} = -11,66997 + 10,16323 X_1 + 6,98718 X_2 + 9,98842 X_3 = 0$$

La resolución de los valores siguientes:

$$X_1 = 10 \text{ minutos}; X_2 = 10,95 \text{ vol } 0/1; X_3 = 99^\circ\text{C}$$

La inclusión de estos valores en la ecuación (II) da para W un valor de 33,5 el cual puede tomarse como adecuado por estar los valores de las variables dependientes muy próximas a las condiciones escogidas en el campo experimental. Este valor es muy similar a los encontrados para los ensayos 3, 9 y 13.

En la Fig. 4 se puede apreciar la evolución de los valores minimax de W, para cada valor del tiempo de vaporizado ( $X_1$ ); los valores correspondientes a la concentración de peróxido de hidrógeno ( $X_2$ ) y a la temperatura ( $X_3$ ) se obtienen por intersección de las ordenadas y abscisas octogonales de W con los ejes oblicuos correspondientes.

Tal como puede apreciarse en la Tabla I la mayor diferencia entre los valores de W experimental y estimado es 1,196 W, lo que puede considerarse como muy aceptable, habida cuenta que el error experimental en la determinación de W es del orden de 0,5 — 1 W.

### 5.1.2. Índice de amarillo (Y.I.)

Los valores del análisis estadístico se dan en la Tabla IV.

TABLA IV

Coficiente de determinación	0.9169
Coficiente de correlación múltiple	0.9676
Término independiente	7.10626

### Análisis de la variancia para la regresión lineal múltiple

Fuente de variación	G.L.	Suma de cuadrados medios	F
Debida a la regresión	9	0.00999	0.00111
Respecto a la regresión	10	0.00091	0.00009
TOTAL	19	0.01090	12.2617

El valor de  $F = 12.2617$  muestra a la regresión como muy significativa; en relación a la significación de los coeficientes de regresión se pueden hacer los mismos comentarios que en el caso de W.

El plan factorial  $2^3$ , indica que la significación al nivel del 1 % se obtiene para la acción del tiempo y la temperatura, observándose una significación al 5 % para la interacción tiempo-concentración.

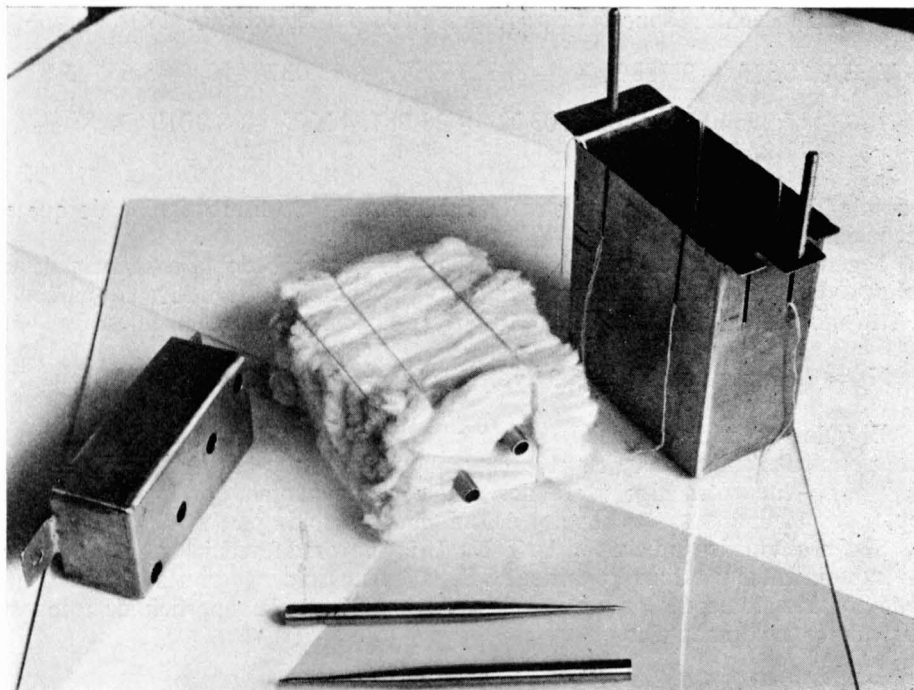


Fig. 3 Bloque de lana a introducir en la cámara de vaporizado.

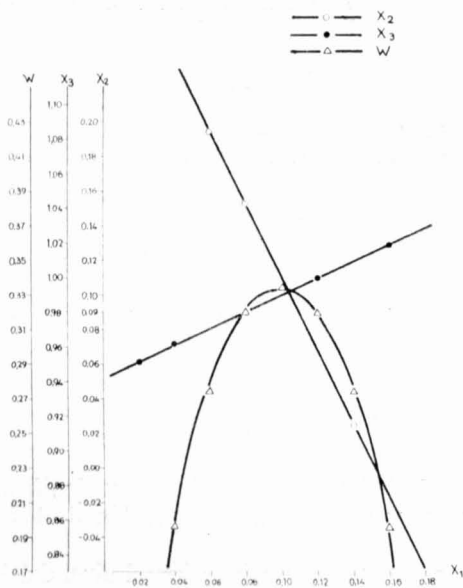


Fig. 4 Valores mínimos de  $W$  para cada valor del tiempo de vaporizado.

La superficie de respuesta viene representada por la ecuación (IV).

$$Y = 7.10626 - 9.78801 X_1 + 4.32182 X_2 - 13.03794 X_3 - 5.65723 X_1^2 + 7.25540 X_2^2 + 6.33103 X_3^2 + 28.08134 X_1 X_2 + 8.90194 X_1 X_3 - 7.25415 X_2 X_3$$

en donde  $Y = Y.I. \cdot 10^{-2}$  y las otras variables tienen el mismo significado que en la ecuación (II).

Según el criterio ya indicado (14), ha sido comprobado la existencia de un minimax. El análisis de esta superficie por el método de las derivadas parciales, muestra un valor minimax de I.A. = 27.69 en las condiciones siguientes:

$$X_1 = 7.63 \text{ minutos}; X_2 = 5.92 \text{ vol/0/1}; X_3 = 100.98^\circ\text{C}$$

El valor experimental del I.A. más cercano al del minimax encontrado, es el correspondiente a la prueba n.º 13. Hay que indicar que el valor de  $X_2 = 5.92 \text{ vol/0/1}$ , se encuentra algo fuera del campo experimental, por lo que hay que aceptar con algunas reservas el valor del minimax obtenido para I.A.

Según se puede apreciar en la Tabla I, la mayor diferencia entre los valores I.A. experimental y estimado es de 1.5 I.A., en un solo experimento, por lo que puede considerarse como muy buena la aproximación de la superficie de respuesta a los valores experimentales.

### 5.1.3. Solubilidad alcalina

Los valores del análisis estadístico pueden verse en la Tabla V.

TABLA V

Coefficiente de determinación	0.8602
Coefficiente de correlación múltiple	0.9275
Término independiente	0.43415

#### Análisis de la variancia para la regresión lineal múltiple

Fuente de variación	G.L.	Suma de cuadrados	Medios	F
Debida a la regresión	9	0.11748	0.01305	5.8351
Respecto a la regresión	10	0.01910	0.00191	
TOTAL	19	0.13658		

El valor de  $F = 6.8351$  indica una regresión muy significativa, siendo válidos los comentarios ya efectuados para la no significación de los coeficientes de regresión.

El plan factorial  $2^3$ , indica que la significación al nivel del 1 % se obtiene para la acción del tiempo, observándose una significación del 5 % para la temperatura y la concentración.

La superficie de respuesta viene dada por la ecuación (V).

$$Y = 0.43415 - 40.20890 X_1 + 35.6584 X_2 - 1.31026 X_3 + 45.30240 X_1^2 +$$