

REVISTA DE

# QUIMICA TEXTIL



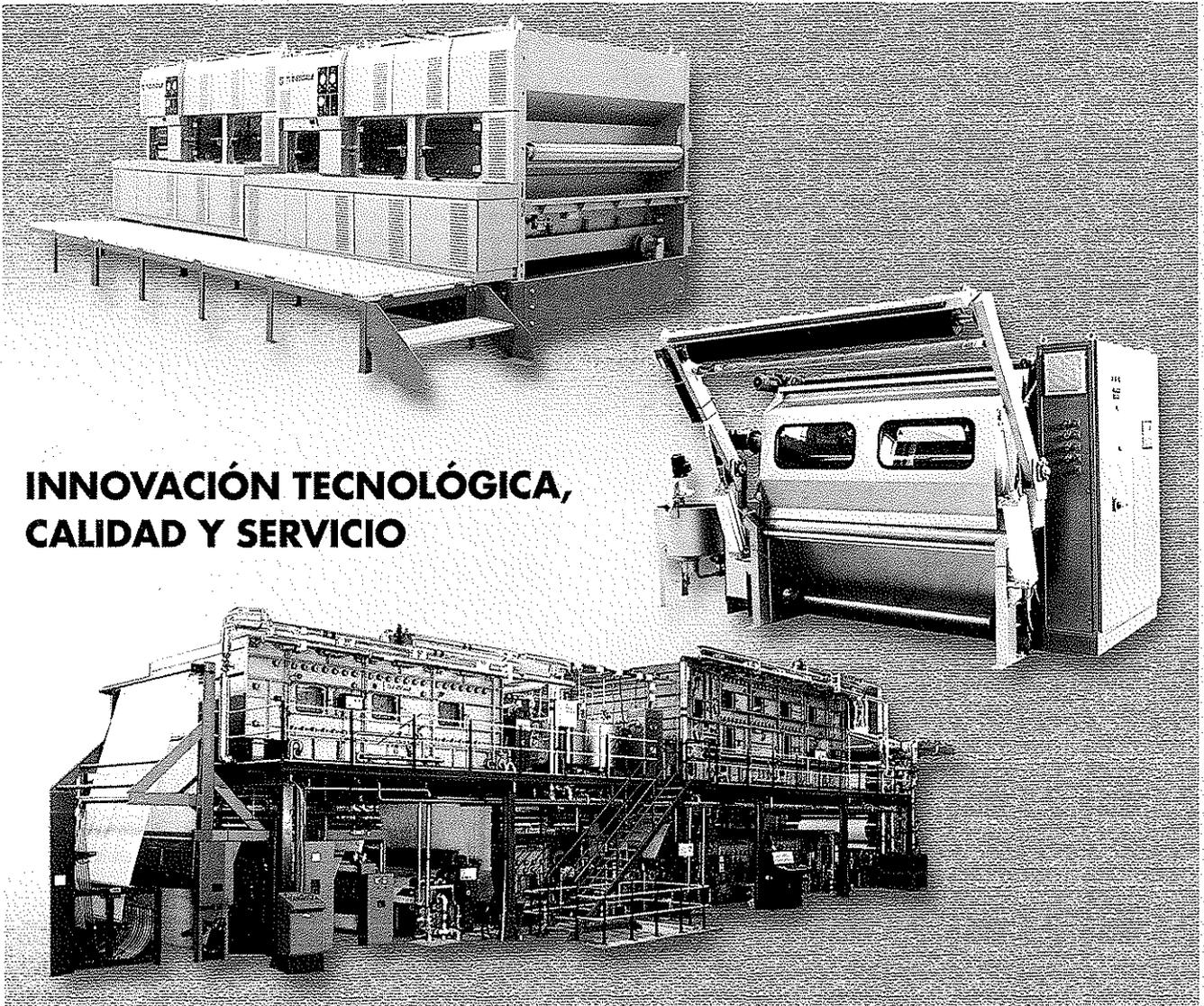
**ORGANO OFICIAL DE LA ASOCIACION ESPAÑOLA DE QUIMICOS Y COLORISTAS TEXTILES**  
 Con la colaboración de la **FEDERACION NACIONAL DE ACABADORES, ESTAMPADORES Y TINTOREROS TEXTILES**



**TVE-ESCALE EUROPE, S.A.**  
 Parc d'Activitats Econòmiques d'Osona  
 C/ Mas de la Mora, 9  
 08500 - VIC (Barcelona) - ESPAÑA  
 Tel.: (34) 938866565  
 Fax: (34) 938862486  
 E-mail: [tvescale@logiccontrol.es](mailto:tvescale@logiccontrol.es)

**Representante para España:**  
 SINTEX, SL  
 Rambla Catalunya, 31 entlo. 2º  
 08640 - OLESA DE MONTSERRAT  
 Tel.: 93 778 36 34  
 Fax: 93 778 49 95

*Nuevos modelos* **Smartex**



**INNOVACIÓN TECNOLÓGICA,  
 CALIDAD Y SERVICIO**

## ASPECTOS CINETICOS Y ESTRUCTURALES DEL USO DE LIPOSOMAS UNILAMELARES DE FOSFATIDILCOLINA EN LA TINTURA DE LANA USANDO COLORANTES DE TIPO COMPLEJO METALICO 1:2

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

### RESUMEN

Se describe la aplicación de liposomas grandes unilamelares (LUV) de tamaño definido (400 nm) como "carriers" de colorantes de complejo metálico 1:2 sobre lana no pretratada. Se usaron liposomas preparados con fosfatidilcolina de huevo (PC) conteniendo el colorante C.I. Acid Yellow 129 (debilmente polar de complejo metálico 1:2). La concentración total lipídica de los liposomas se varió desde 0.56 hasta 6.81 % sobre peso de fibra (0.25-3.0 mmol/l) y la concentración de colorante se varió desde 0.1 hasta 1.0 % sobre peso de fibra. La estabilidad física de estos sistemas se determinó midiendo el tamaño medio de distribución de las vesículas después de su preparación y durante la tintura. Se investigaron asimismo aspectos cinéticos relacionados con la adsorción y fijación del colorante sobre lana no pretratada. Este proceso de tintura dió lugar a un agotamiento controlado del colorante sobre la lana, que fue dependiente tanto de la concentración de PC en los liposomas como de la relación en peso PC/colorante. Así, a una concentración de colorante del 1 % (sobre peso de fibra) se produjo un aumento del agotamiento del colorante a medida que aumentó la concentración de PC alcanzando un máximo

para 3.97 % sobre peso de fibra (1.75 mmol/l), que correspondió a una relación en peso PC/colorante de alrededor de 4. Cantidades adicionales de PC dieron lugar a una progresiva disminución de este parámetro. Sin embargo, el mayor porcentaje colorante unido a la fibra se alcanzó a la mayor concentración de PC. El máximo agotamiento de colorante y el máximo porcentaje de colorante fijado a la fibra se alcanzó para la misma relación PC/colorante al variar la concentración de colorante en los liposomas para una concentración constante de PC (2.27 % sobre peso de fibra).

### ABSTRACT

Studies on the use of large unilamellar liposomes (LUV) of defined size (400 nm) as carriers of a 1:2 metal complex dye to untreated wool fibres are described. We investigated liposomes made from egg phosphatidylcholine (PC) containing the C.I. Acid Yellow 129 dye (weakly polar 1:2 metal complex dye). The total lipid concentration of liposomes varied from 0.56 % to 6.81 % o.w.f (corresponding to 0.25-3.0 mmol/l) and the dye concentration from 0.1 to 1.0 % o.w.f.). The physical stability of these systems was assessed by measuring the mean vesicle size distribution of the vesicle suspensions after preparation and during the dyeing process. Kinetic aspects involving dye adsorption and bonding on untreated wool samples by means of these liposomes were also investigated. This process led to the controlled exhaustion of dye in wool samples, which was dependent on the PC concentration and on the PC/dye weight ratio in liposomes. Thus, at a

\* Departamento de Tensioactivos  
Consejo Superior de Investigaciones Científicas (C.S.I.C.)  
Centro de Investigación y Desarrollo (C.I.D.)  
Calle Jorge Girona, 18-26, 08034 Barcelona, SPAIN  
Tels. (34-93) 400 61 61 - Telefax (34-93) 204 59 04

\*\* Sebastià Serra, Tints i Blanqueig, S.A., Reina Ellonor 49,  
08205, Sabadell, SPAIN

constant dye concentration (1 % o.w.f.) a progressive rise in the dyebath exhaustion took place as the PC concentration in bilayers increased reaching a maximum for 3.97 % o.w.f. (corresponding to 1.75 mmol/l), which corresponded to a PC/dye weight ratio of about 4. Additional amounts of PC in bilayers resulted in a progressive fall of this parameter. However, the total percentage of dye bonded to the fibre was reached at the highest PC concentration. A maximum in both the dyebath exhaustion and the percentage of bonded dye was also attained at the same PC/dye weight ratio when varying the dye concentration in liposomes at a constant PC concentration (2.27 % o.w.f.).

## INTRODUCCION

La interacción de colorantes debilmente polares de complejo metálico 1:2 con la lana ha sido objeto de relativamente poca atención. En este tipo de colorantes el átomo metálico está coordinado con los dos ligandos del colorante y en consecuencia no es posible la coordinación de los iones metálicos del colorante con ligandos como grupos amino o carboxilo de la fibra. Además, este tipo de colorantes presenta un carácter predominantemente hidrofóbico dado que su relativamente pequeña anionicidad está esencialmente asociada a la estructura hidrofóbica del complejo metálico 1:2. En consecuencia, las interacciones hidrofóbicas entre el colorante y los dominios hidrofóbicos de la fibra, representan una importante contribución a la sustentividad de la tintura (1).

Se cree que las propiedades de tintura y de difusión de los colorantes a través de las fibras de lana están gobernadas por la estructura lipídica de los espacios intercelulares de la fibra que pueden actuar como "solventes" de productos textiles de naturaleza hidrofóbica (2). Estudios basados en la microscopía electrónica de transmisión aportan evidencias de que los colorantes difunden preferentemente a lo largo de regiones como el "Cell Membrane Complex" (CMC) (difusión intercelular) en lugar de difundir a través de las células cuticulares (difusión transcelular) (3).

A lo largo de la última década se han desarrollado un buen número de investigaciones utilizando diferentes vehículos capaces de reducir el efecto degradativo que se produce en la tintura convencional de la lana. Así, la tecnología de microencapsulación ha dado lugar a un buen número de innovaciones utilizando los principios básicos del "targeting", difusión controlada y protección de es-

ta fibra (4-6). El uso potencial de liposomas como "carriers" en el acabado de la lana está basado en los siguientes puntos; la similitud existente entre las estructuras de bicapa del cell membrane complex (CMC) y la de los liposomas, el importante papel jugado por el CMC en el acceso de diversos reactivos químicos al interior de las fibras y en tercer lugar la gran importancia de las interacciones hidrofóbicas en la organización estructural de la lana. En este sentido, liposomas preparados a partir de fosfatidilcolina (PC) o conteniendo lípidos presentes en el CMC tales como el colesterol, han sido usados como vehículos de soluciones acuosas de cloro en los procesos de cloración de la lana (7,8). Estas aplicaciones dieron lugar a una mejora tanto en la regularidad como en la homogeneidad de este tratamiento oxidativo, minimizando la degradación de la lana y facilitando los tratamientos subsecuentes del procesado de la lana. Además, nosotros investigamos el uso de liposomas como vehículos de colorantes comerciales del tipo "milling acid" y de colorantes dispersos en la tintura de lana no pretratada (9-12).

En el presente trabajo se pretende extender estas investigaciones determinando el efecto causado por liposomas de PC en la tintura de lana no pretratada usando el colorante debilmente polar de complejo metálico 1:2 (C.I. Acid Yellow 129) ampliamente usado en la industria de la lana. Para este fin se ha determinado la estabilidad física de liposomas unilamelares conteniendo este colorante a diferentes relaciones molares PC/colorante. Esta aplicación ha sido también examinada centrandose en la atención sobre aspectos cinéticos de la adsorción del colorante y de las uniones colorante-fibra. Esta información, junto con aquella obtenida para diferentes colorantes puede ayudarnos a entender los mecanismos asociados al uso de liposomas en la tintura de la lana y a confirmar la idoneidad de los liposomas como vehículos de diferentes tipos de colorantes en esta aplicación tecnológica.

## PARTE EXPERIMENTAL

### Materiales

Se utilizó género de punto de lana tipo Botany (R64/2 tex count 2/28). Las muestras de lana fueron extraídas en Soxhlet durante 2 horas con cloruro de metileno, lavadas con agua Milli-Ro (Millipore) y secadas a temperatura ambiente. Se utilizó el colorante comercial de complejo metálico 1:2 Amarillo Irgalan 2GL KWL (C.I. Acid Yellow 129) suministrado por Ciba-Geigy. Su estructura química se indica en la **Figura 1**.

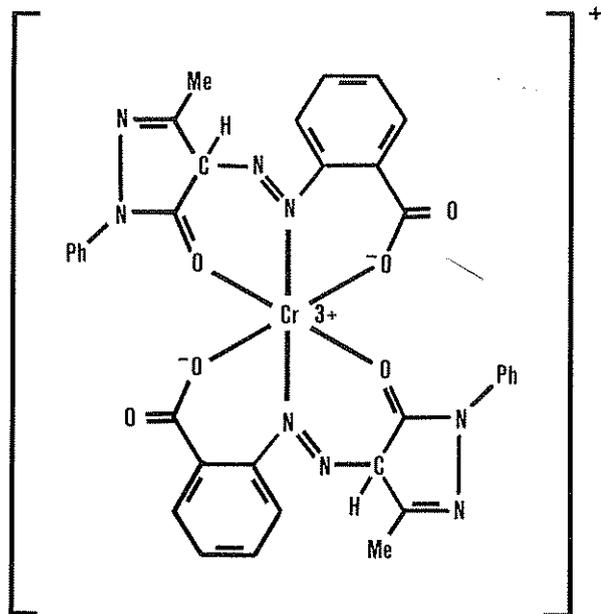


Figura 1. Estructura química del colorante de complejo metálico 1:2, Amarillo Irgalan 2GL KWL (C.I. Acid Yellow 129).

La fosfatidilcolina (PC) utilizada se purificó a partir de lecitina de huevo (Merck, Darmstadt, Germany) según el método descrito por Singleton (13) y se analizó su pureza por cromatografía en capa fina (TLC). La fosfatidilcolina utilizada se guardó disuelta en cloroformo en atmósfera de nitrógeno y a  $-20^{\circ}\text{C}$  hasta su uso. Las membranas de policarbonato de 400 y 800 nm utilizadas para la extrusión de los liposomas fueron suministradas por Nucleopore (Pleasanton, CA).

El tensioactivo noiónico Triton X-100 (octilfenol polietoxilado con 10 unidades de óxido de etileno y una proporción de materia activa del 100%) fue suministrado por Tenneco S.A. (Barcelona, España).

#### Preparación de liposomas unilamelares (LUV)

Se prepararon vesículas grandes unilamelares de tamaño definido (400 nm) por el método de evaporación en fase reversa previamente descrito (9). La concentración de PC en las bicapas estuvo comprendida entre 0.25 a 3.0 mmol/l (que corresponde a 0.56-6.81 % sobre peso de fibra) y la de colorante estuvo comprendida entre 0.1 y 1.0 % también sobre peso de fibra. Después de su preparación las suspensiones de liposomas fueron extruidas a través de membranas de policarbonato de entre 800 y 400 nm hasta obtener una distribución uniforme de tamaños de vesícula de alrededor de 400 nm. (14). Las suspensiones de liposomas resultantes se mantuvieron en reposo durante 15 minutos y a continuación se aplicaron a la tintura de la lana.

#### Procedimiento de tintura

Se trataron muestras de género de punto con suspensiones de liposomas LUV recientemente preparadas a una concentración de PC comprendida entre 0.56 to 6.81 % sobre peso de fibra (correspondiente a 0.25-3.0 mmol/l), la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra), o bien variando la concentración de colorante (desde 0.1 hasta 1.0 % sobre peso de fibra) la concentración de PC permaneciendo constante (2.27 % sobre peso de fibra), que correspondió a 1.0 mmol/l. La correspondencia completa de concentraciones de PC en porcentajes sobre peso de fibra y en mmol/l se indica en la **Tabla I**. El colorante se aplicó a un pH constante de 5.5 (por adición controlada de ácido acético) y una relación de baño de 30:1. La tintura se inició a una temperatura de  $50^{\circ}\text{C}$  y se aumentó a razón de  $0.9^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$  hasta  $90^{\circ}\text{C}$ . El tiempo de tintura fue de 120 minutos. Finalizada la tintura las muestras se lavaron con agua durante 10 minutos y se secaron a temperatura ambiente. La tintura se realizó en un aparato de tintura Multi-Mat (Renigal, España). Muestras de lana también se tiñeron en ausencia de liposomas usando un baño de tintura conteniendo 0.5 % de Albigal A y 5 % de sulfato sódico (sobre peso de fibra) a pH constante de 5.5 (ácido acético) y en las mismas condiciones de tintura usadas anteriormente en presencia de liposomas.

El agotamiento del baño de tintura se analizó espectrofotométricamente usando un espectrofotómetro Shimadzu UV-265FW. Alicuotas del baño de tintura conteniendo liposomas (0.5 ml) se añadieron periódicamente a cubetas de cuarzo conteniendo 2 ml de una solución acuosa del tensioactivo noiónico Triton X-100 (2% peso/volumen). La interacción entre el Triton X-100 y los liposomas dio lugar a la completa solubilización de los liposomas vía formación de micelas mixtas (15), transformando las suspensiones de liposomas en soluciones transparentes. La **Figura 2** muestra el efecto de la solubilización de los liposomas por Triton X-100 en el espectro de absorción del colorante (concentración de PC comprendida entre 2.27 y 6.81 % sobre peso de fibra). Puede observarse que la  $\lambda_{\text{max}}$  del colorante usado en este estudio no cambió en presencia de cantidades crecientes de PC en las micelas mixtas.

#### Distribución media del tamaño de las vesículas y estabilidad de los liposomas.

El tamaño medio de las vesículas así como la polidispersidad de las suspensiones de liposomas se determinaron por medio de un espectrómetro

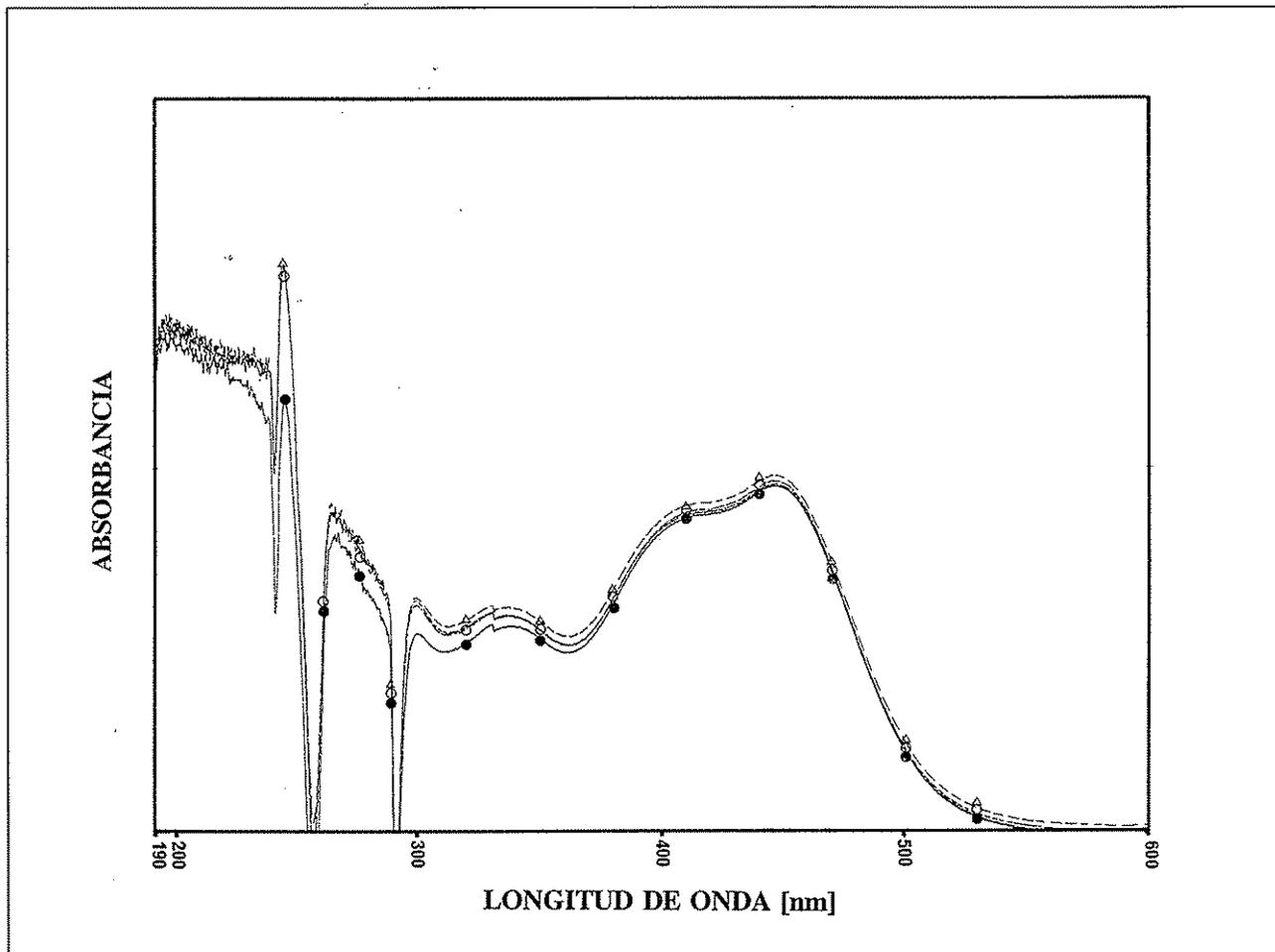


Figura 2. Espectro de adsorción del colorante de complejo metálico 1:2, Amarillo Irgalan 2GL KWL (Acid Yellow 129) en presencia de micelas mixtas a diferentes concentraciones de PC, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). Concentración de PC expresada en % sobre peso de fibra. 2.27 (●), 4.54 (○), 6.81 (Δ).

correlador de fotones (Malvern Autosizer 4700c PS/MV). El estudio de la distribución media de las partículas se realizó por medición del número de partículas. Las muestras se ajustaron a un rango de concentraciones apropiado y las mediciones se realizaron a 25°C con un ángulo de detección de 90°. El estado de agregación de las vesículas fue estimado como medida de la estabilidad física de los liposomas y se realizó midiendo la variación de la distribución media del tamaño de los liposomas con el tiempo.

#### Concentración en PC de los liposomas

La concentración en PC de los liposomas se determinó por medio del aparato analizador latroscan MK-5 TLC-FID. El acoplamiento de la cromatografía en capa fina (TLC) a un sistema automático de detección de ionización de llama (FID) es una reciente innovación, que aumenta considerablemente la sensibilidad del TLC y ha permitido la cuantificación de distintos tipos de lípidos de dife-

rentes orígenes (16,17). Este método ha demostrado ser adecuado para cuantificar la concentración de distintos lípidos tales como la PC incluso cuando se hallan formando liposomas en soluciones acuosas.

#### Extracción de colorante de las muestras teñidas

El colorante unido superficialmente a las fibras por medio de fuerzas no polares (interacciones hidrofóbicas, fuerzas de Van der Waals y puentes de hidrógeno) se extrajo con etanol a 25°C durante 60 min (9). Sucesivas extracciones con amoníaco (0.5% a 60°C durante 15 minutos) eliminaron el colorante difundido en la fibra y no substantivamente unido por uniones de tipo iónico (18). La concentración de colorante extraído se evaluó espectrofotométricamente.

Los porcentajes de colorante unido a las fibras de lana se expresan por medio de la siguiente ecuación:

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

donde  $C_B$  es el porcentaje relativo del colorante unido a la fibra (%),  $C_A$  es la cantidad de colorante absorbido (agotamiento de colorante dado en mg de colorante por gr de lana) y  $C_E$  es la cantidad total de colorante extraído con etanol y amoníaco (mg colorante por gr lana).

### Microscopía Óptica

Se tomaron muestras representativas teñidas con liposomas a diferentes concentraciones lipídicas (concentración de PC comprendida entre 0.56 y 6.81 % sobre peso de fibra) o usando la tinte convencional en ausencia de liposomas. Las muestras se observaron directamente usando un microscopio óptico Reichert Polyvar (Leica, Wien, Austria). Se utilizó para la iluminación de las muestras una fuente de luz halógena de 100 W. El rango de aumentos usado para determinar la regularidad en la distribución del colorante sobre la superficie de la lana estuvo comprendida entre 200 y 1000 aumentos. A fin de determinar los cambios en la difusión de colorante en el interior de la fibra, debidos a la presencia de liposomas, fibras teñidas fueron embebidas en resina (resina Imedio, Perfecta Chemie B.V. Goes, Holland). Se realizaron secciones transversales de las mismas por medio de un microtomo (Cuenca lana microtome, Ulloa Optico Oftalmología S.A. Madrid, España). Las secciones obtenidas fueron examinadas por medio de un microscopio Reichert Polivar 2.

## RESULTADOS Y DISCUSION

### Estabilidad de las suspensiones de liposomas

La estabilidad de las suspensiones de liposomas durante el proceso de tinte se estudió midiendo las variaciones en la distribución de los tamaños de las vesículas así como la polidispersidad de estas suspensiones en ausencia de muestras de lana, usando un método de 'quasi-elastic light scattering' (19). Los resultados obtenidos para una concentración de PC comprendida entre 0.56 to 6.81 % sobre peso de fibra (correspondiente a 0.25-3.0 mmol/l) y una concentración constante de colorante (1.0 % sobre peso de fibra) se indican en las **Figuras 3-A** y **3-B** respectivamente. Se observó una inicial disminución en el tamaño de las vesículas (mínimo obtenido a los 30 minutos de tinte) seguido por un pequeño aumento en el tamaño de las mismas en las siguientes etapas de tinte. El índice de

polidispersidad (PI) permaneció después de los tratamientos siempre inferior a 0.15, indicando que las suspensiones de liposomas presentaron una distribución de tamaño homogénea durante todo el proceso de tinte. La presencia de cantidades crecientes de PC en los liposomas aumentó ligeramente su estabilidad frente a la agregación, reduciendo tanto el tamaño medio de las vesículas como los índices de polidispersidad durante todo el proceso.

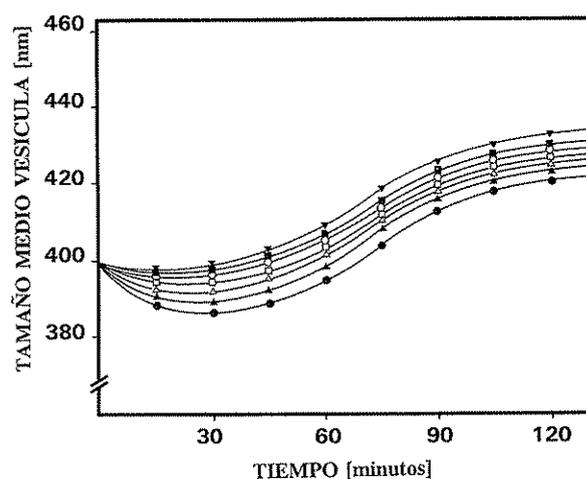


Figura 3-A. Distribución del tamaño medio de las vesículas de liposoma a diferentes concentraciones de PC, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). Concentración de PC expresada en % sobre peso de fibra, 0.56 (▼), 1.70 (■), 2.83 (○), 3.97 (□), 5.10 (△), 6.24 (▲), 6.81 (●).

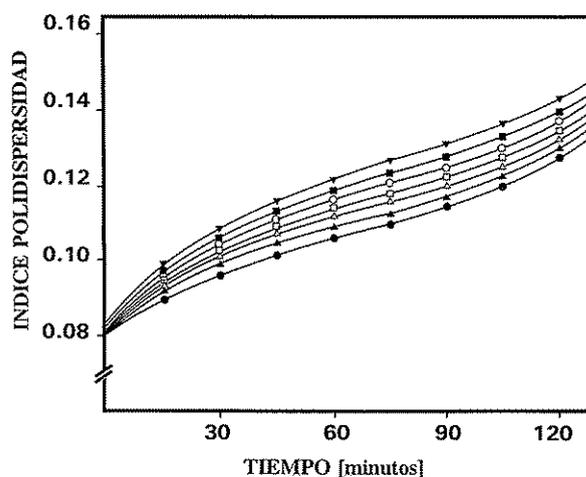


Figura 3-B. Índices de polidispersidad de liposomas a diferentes concentraciones de PC, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). Concentración de PC expresada en % sobre peso de fibra, 0.56 (▼), 1.70 (■), 2.83 (○), 3.97 (□), 5.10 (△), 6.24 (▲), 6.81 (●).

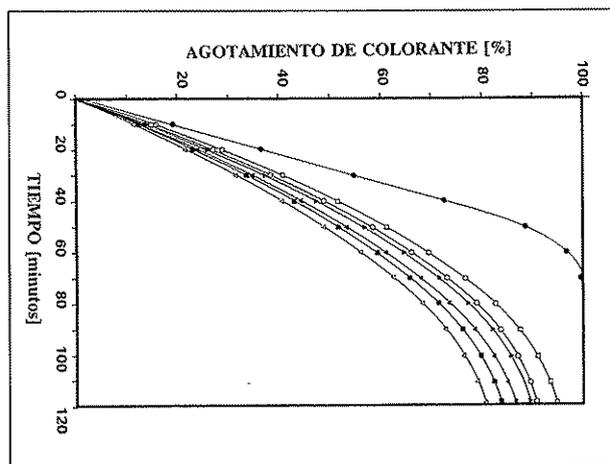


Figura 4-A. Cinéticas de agotamiento del colorante Acid Yellow 129 sobre lana no tratada a diferentes concentraciones de PC, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). Concentración de PC (% sobre peso de fibra), 0 (●), 0.56 (▽), 1.70 (▼), 2.83 (○), 3.97 (□), 5.10 (▲), 6.81 (■).

### Cinéticas de tintura

Se realizaron estudios cinéticos del agotamiento del colorante en tinturas de lana no pretratada usando sistemas colorante-liposomas a diferentes relaciones en peso PC/colorante. A este fin, se realizaron una serie de tratamientos variando la concentración de PC (desde 0.56 hasta 6.81 % sobre peso de fibra), que corresponde a 0.25-3.0 mmol/l, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). Los resultados obtenidos se representan en la **Figura 4-A**. El uso de suspensiones de liposomas en la tintura de la lana dió lugar a una inhibición en el agotamiento del colorante con respecto a aquel obtenido en la tintura en ausencia de liposomas (●). Además, el agotamiento del colorante aumentó a medida que la concentración de PC en las bicapas aumentó, alcanzándose un máximo para 3.97 % sobre peso de fibra (95 %), que corresponde a 1.75 mmol/l. Mayores concentraciones de PC dieron lugar a una progresiva disminución en el agotamiento del colorante.

A fin de determinar la influencia de la concentración de colorante en el agotamiento del baño de tintura se realizaron una serie de tratamientos variando la concentración de colorante (desde 0.1 hasta 1.0 % sobre peso de fibra), la concentración de PC permaneciendo constante (2.27 % sobre peso de fibra), que corresponde a 1.0 mmol/l. Los resultados obtenidos se representan en la **Figura 4-B**. Puede observarse que el agotamiento de la tintura aumentó a medida que aumentó la concentración colorante en los

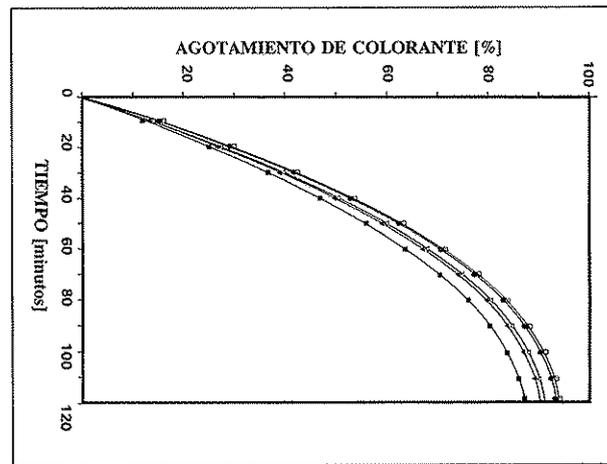


Figura 4-B. Cinéticas de agotamiento del colorante Acid Yellow 129 sobre lana tratada a diferentes concentraciones de colorante, la concentración de PC permaneciendo constante (2.27 % sobre peso de fibra). Concentración de colorante (% sobre peso de fibra), 0.10 (■), 0.30 (▽), 0.50 (□), 0.60 (●), 0.90 (▼).

liposomas, alcanzándose el máximo valor (aproximadamente el 94 %) para una concentración de colorante comprendida entre 0.5 y 0.6 % sobre peso de fibra. Mayores concentraciones de colorante también dieron lugar a un descenso en el agotamiento del colorante en el rango relativo de concentraciones de PC y colorante investigadas. Es interesante hacer notar que el máximo agotamiento se alcanzó en ambos casos aproximadamente a una relación en peso PC/colorante de 4. Esto significa que fué necesaria en todos los casos una concentración de PC cuatro veces superior (en peso) a la del colorante para obtener el máximo agotamiento del mismo sobre la fibra.

### Influencia de la relación en peso PC/colorante en la unión de colorante con la lana

A fin de determinar si las bicapas lipídica como vehículos de colorantes debilmente polares de complejo metálico 1:2 producían alteraciones en las fuerzas de unión colorante-fibra se realizaron extracciones de las muestras teñidas a diferentes relaciones en peso PC/colorante. Dichas extracciones se realizaron con etanol (9) y amoníaco (18). En la **Tabla I** se indican los resultados de colorante adsorbido (agotamiento de tintura expresado en mg colorante/g lana), colorante extraído con etanol y con amoníaco (mg colorante/g lana), colorante fijado (valor porcentual derivado de la ecuación 1) para la aplicación de liposomas a una concentración de PC comprendida entre 0.56 y 6.81 % sobre peso de fibra (que corresponde a 0.25-3.0 mmol/l) y a concentración constante de

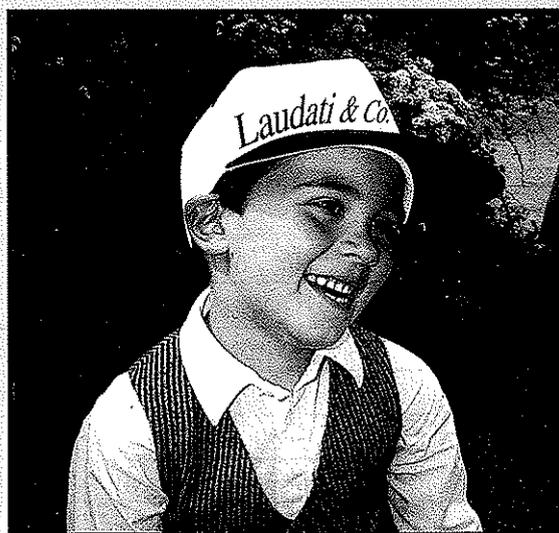
colorante (1.0 % sobre peso de fibra) . Como se indicó anteriormente las concentraciones de PC se han expresado tanto en porcentajes sobre peso de fibra como en mmol/1 a fin de facilitar la correlación de estos datos. En la **Tabla II** se indican asimismo los resultados correspondientes a la aplicación de liposomas a una concentración constante de PC (2.27 % sobre peso de fibra, que corresponde a 1.0 mmol/1), variando la concentración del colorante desde 0.1 hasta 1.0 % sobre peso de fibra.

En términos generales, las cantidades de colorante extraído de las muestras tenidas en ausencia de liposomas (primera línea de la Tabla I, indicadas como concentración de PC 0%) fueron mayores que aquellas extraídas de muestras teñidas en presencia de estas estructuras. Además, las cantidades de colorante extraído usando soluciones de amoníaco fueron en todos los casos mayores que aquellas extraídas con etanol, que fueron muy pequeñas en todos los casos.

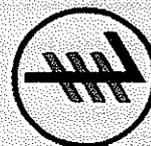
Las cantidades de colorante extraído estuvieron en todos los casos estrechamente ligadas a la relación en peso PC/colorante en los liposomas. Así, a medida que aumentó la concentración de PC en las bicapas menores fueron las cantidades de colorante extraído en ambas extracciones (**Tabla I**). Asimismo, a medida que aumentó la concentración de colorante en los liposomas mayores fueron las cantidades de colorante extraído en estas extracciones (**Tabla II**). Es interesante resaltar que las cantidades de colorante extraído variando la concentración de PC (**Tabla I**) fueron en todos los casos menores que aquellas publicadas para extracciones similares de lana teñida con "milling acid dyes" via liposomas unilamelares y multilamelares (9). Estos resultados enfatizan el alto nivel de fijación en lana exhibido por los colorantes de complejo metálico 1:2 con respecto a los "milling acid dyes"(1).

El hecho de que las cantidades de colorante extraído con amoníaco decrecieron al aumentar la concentración de PC en los liposomas puede atribuirse a la creciente contribución de las interacciones no polares a la fijación del colorante a la fibra de lana. Este hecho pone de manifiesto el importante papel desempeñado por la PC en las interacciones hidrofóbicas entre el colorante y las regiones hidrofóbicas de la fibra, que como se indicó anteriormente son esenciales en la sustentividad de este tipo de colorantes.

Las **Tablas I y II** también muestran los porcentajes de colorante unido a la fibra (obtenidos a par-



*Trabajamos para ellos*



**Laudati & Co.**

BARCELONA-SPAIN

QUEMADORES EN VENA DE AIRE  
ECOLÓGICOS,  
FILTRACIÓN ELECTROSTÁTICA  
DE HUMOS

08191 RUBÍ. C/ Milà i Fontanals N° 14, 3°, 2° Telf. 93 588 18 54\* Fax 93 588 74 53  
E-mail. [laudati@laudati.net](mailto:laudati@laudati.net) Web. <http://www.laudati.net>

PC conc.		colorante Adsorbido	Colorante extraído		colorante unido	TM 193 IWS	ISO/R 105 (V)
(% peso fibra)	mmol/l	(mg colorante/g lana)	A	B	%		
0	0	10.0	0.15	2.74	71.10	2-3	4-5
0.56	0.25	8.1	0.13	2.45	68.14	2-3	4-5
1.13	0.50	8,4	0.12	2.23	72.02	3	5
1.70	0.75	8.7	0.10	2.03	75.51	3-4	5
2.27	1.00	8.9	0.09	1.80	78.76	3-4	5-6
2.83	1.25	9.1	0.06	1.60	81.75	3-4	5-6
3.40	1.50	9.3	0.03	1.51	83.44	4	6
3.97	1.75	9.5	0.02	1.46	84.42	4-5	6-7
4.54	2.00	9.2	0.02	1.43	84.23	4-5	6-7
5.10	2.25	9.0	0.01	1.37	84.66	4-5	6-7
5.67	2.50	8.8	-	1.34	84.77	4-5	6-7
6.24	2.75	8.6	-	1.25	85.46	5	6-7
6.81	3.00	8.4	-	1.22	85.47	5	6-7

A mg colorante/g lana fibra extraído con etanol (9)

B mg colorante/g lana fibra extraído con amoniaco (18)

Tabla I. Cantidades de colorante adsorbido (mg colorante/g lana), colorante extraído (mg colorante/g lana) y colorante fijado (%) en lana teñida usando liposomas a diferentes concentraciones de PC, la concentración de colorante permaneciendo constante (1.0 % sobre peso de fibra). También se incluyen los niveles de solidez de las muestras teñidas al lavado y a la luz de xenon.

Conc Colorante	Colorante Adsorbido	Colorante Extraído		Colorante unido	TM 193 IWS	ISO/R 105 (V)
	(mg colorante/g lana)	A	B	%		
0.1	0.87	0.01	0.24	71.26	2-3	4-5
0.2	1.78	0.02	0.45	73.59	3	5
0.3	2.73	0.04	0.55	78.38	3-4	5-6
0.4	3.72	0.06	0.70	79.56	3-4	5-6
0.5	4.70	0.07	0.75	82.55	4	6
0.6	5.64	0.07	0.97	81.56	3-4	5-6
0.7	6.54	0.08	1.25	79.66	3-4	5-6
0.8	7.32	0.08	1.45	79.09	3-4	5-6
0.9	8.10	0.09	1.62	78.88	3-4	5-6
1.0	8.90	0.09	1.80	78.76	3-4	5-6

A mg colorante/g lana fibra extraído con etanol (9)

B mg colorante/g lana fibra extraído con amoniaco (18)

Tabla II. Cantidades de colorante adsorbido (mg colorante/g lana), colorante extraído (mg colorante/g lana) y colorante fijado (%) en lana teñida usando liposomas a diferentes concentraciones de colorante, la concentración de PC permaneciendo constante (2.27 % sobre peso de fibra). También se incluyen los niveles de solidez de las muestras teñidas al lavado y a la luz de xenon.

tir de la ecuación 1). La presencia de cantidades crecientes de PC aumentaron los porcentajes de colorante total fijado hasta alcanzar un máximo para la mayor concentración de PC (**Tabla I**). Asimismo, la **Tabla II** muestra que se alcanzó un máximo en el porcentaje de colorante unido para una concentración de colorante comprendida entre 0.5 y 0.6 % sobre peso de fibra y cantidades adicionales de colorante aumentaron la cantidad de colorante extraído. Este rango de porcentajes corresponde aproximadamente a una relación en peso de PC y colorante del 4.

Comparando las **Figuras 4-A y 4-B** con los datos de la **Tabla II** se observa que tanto el máximo agotamiento de la tintura como el máximo porcentaje de colorante fijado se alcanzaron aproximadamente para una relación en peso de PC y de colorante del 4. Estos resultados confirman la importancia de esta relación tanto en el transporte como en la adsorción del colorante sobre la lana así como en su fijación en la fibra.

A fin de determinar la solidez al lavado de las muestras teñidas en ausencia o en presencia de liposomas las muestras teñidas se sometieron al test del IWS TM 193 (correspondiente al test ISO 105:C06 (1978) y al test UNE 40-120-81). La muestras que presentaron los mayores porcentajes de colorante fijado (**Tablas I y II**) también exhibieron los mejores niveles de solidez (4 o superiores).

Así, en términos generales a medida que aumentó la concentración de PC en las bicapas mejoró la solidez del color de las muestras teñidas. Además, las muestras teñidas a una relación en peso de PC y colorante de 4 (correspondiente al máximo agotamiento del colorante, su máxima difusión y su mayor fijación en la fibra) también presentaron el mejor nivel de solidez en todos los casos. Las muestras que mostraron la mejor solidez al lavado también presentaron un buen nivel de solidez a la luz de arco xenon (6 o mayor) ISO/R 105 (V), Parte 2a, correspondiente a la norma UNE 40-187-73). Estos valores también se indican en las **Tablas I y II**.

A fin de obtener información adicional sobre la distribución y difusión del colorante en el interior de la fibra se observaron muestras teñidas en ausencia y en presencia de liposomas a diferentes concentraciones de PC y a diferentes relaciones en peso PC/colorante utilizando microscopía óptica. Estas observaciones demostraron que el uso de liposomas aumentó la regular distribución del colorante sobre la superficie de las fibras y que la

presencia de cantidades crecientes de PC en los liposomas aumentó dicha regularidad. Además, la aplicación de liposomas a una relación en peso PC/colorante de 4 dió también lugar a los mejores resultados de regularidad.

El análisis de secciones transversales de fibras también mostró que la presencia de concentraciones crecientes de PC aumentaron ligeramente la difusión del colorante en el interior de las fibras así como su regularidad de distribución en la superficie de la misma. De forma paralela, el uso de liposomas a una relación en peso PC/colorante de 4 también dió lugar a la mejor difusión del colorante en la fibra. En consecuencia, estos resultados confirman la utilidad de esta relación específica en peso en la mejora de la difusión del colorante en el interior de la fibra.

La mayor contribución científica de este trabajo consiste en la extensión de la aplicación de liposomas a la tintura de la lana a colorantes de tipo complejo metálico 1:2, extensamente aplicados en la industria textil, usando una concentración lipídica similar a la usada para los aditivos convencionales (sulfato amónico, sales de Glauber, albegal, etc).

Este método permite controlar el agotamiento del colorante sobre lana no tratada mejorando tanto la fuerza de unión del colorante con la fibra, en particular a una relación en peso PC/colorante de aproximadamente 4 como la distribución del colorante sobre la superficie de la fibra y su difusión en el interior de la misma. Desde un punto de vista práctico diferentes industrias textiles europeas especializadas en la tecnología de lana han colaborado en un proyecto CRAFTin a fin de aplicar esta innovación tecnológica a nivel industrial (20).

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Dirección General de Investigación Científica y Técnica (Proyecto N° PB94-0043), España y por el proyecto CRAFT BE-ST 2213 CEE.

## REFERENCIAS

1. S.M. Burkinshaw, Coloranteing Lana con Metal-Complex Colorantes, in "Lana Coloranteing", edited by D.M. Lewis, Society de Colorantes y Colourists, Bradford, Engly, 1992, chapter 7.
2. J.D. Leeder, Lana Science Rev., 63 (1986) 3.

3. J.D. Leeder, et al., 7th Int. Lana Text. Res. Conf., Tolyo, Vol 5, (1985) 99.

4. G., Nelson, Rev. Prog. Coloration, 21, (1991) 72.

5. G., Nelson, D.S. Wales y B.F. Sagar, BP 9 001 008.1 (1990)

6. E. Barni, et al. J. Dispers. Sci. Technol. 9 (1988) 75.

7. A. de la Maza, et al. Textile Res. J., 61, (1991) 357.

8. A. de la Maza y Parra, J.L. Textile Res. J., 63 (1993) 44.

9. A. de la Maza et al., J.S.D.C. 108 (1992) 540.

10. A. de la Maza y J.L. Parra, J.S.D.C. 110 (1994) 64.

11. A. de la Maza et al., J.S.D.C. 111 (1995) 30.

12. A. de la Maza et. al., Use de liposomas in lana coloranteing, in "Hybook de nonmedical applications de liposomas" edited by D.D. Lasic y Y. Barenholz, CRC Press, Boca Raton, Florida, Vol IV, 1996, chapter 12.

13. W.S. Singleton, et al., J. Amer. Oil Chem. Soc., 42 (1965) 53.

14. F. Szoka et al., Biochim. Biophys. Acta 601 (1980) 559.

15. D. Lichtenberg et al., Biochim. Biophys. Acta, 737 (1983) 285.

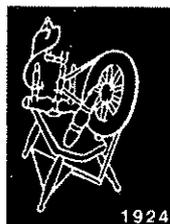
16. R.G. Ackman J. de Planar Chrom., 3 (1990) 450.

17. L. Coderch, Textile Res. J., 62 (1992) 704.

18. E.R. Trotman, in "Coloranteing y Chemical Technology de Textile Fibras", Edited by Charles Griffin y Company Ltd., Engly, (1984), chapter 21.

19. C.S. Chong y K. Colbow, Biochim. Biophys. Acta, 426 (1976) 260.

20. S. Serra, et al., Technological innovations de textile coloranteing using liposomas, CRAFT Project BE-ST 2213 CEE (1996).



## jordi rius caba

**Ingeniero Técnico Textil**  
CTex Fellow Textile Institute  
Gestor de Calidad  
AEC+ENAC  
Quality Manager EOQ  
Teléfono 677 45 90 80



## EPSILON

**Laboratori Metrològic, S.L.**  
Pau Claris, 155, 2on. 1a.  
08009 Barcelona  
Teléfono 934 882 499  
Fax 932 154 975  
N.I.F. B-60943826

Confirmaciones Metrológicas para  
ISO 9000



## OLSEN FUND, S.L.

**Aparatos de laboratorio**  
**Accesorios técnicos textiles**  
Tordera, 66, bajos  
08012 Barcelona  
Teléfono 932 071 534  
Fax 932 074 403  
N.I.F. B-61786257