

Aplicación de la resina Hercosett sobre lana virgen vía sistemas dispersos Hercosett/agente de blanqueo óptico/peróxido de hidrógeno estudio de las propiedades fisicoquímicas de dichos sistemas*

por **A. de la Maza, J. L. Parra, A. M. Manich y M. D. de Castellar**

Instituto de Tecnología Química y Textil (C.S.I.C.).
C. Jorge Girona Salgado, 18-26. 08034 Barcelona. España.

RESUMEN: *En el presente trabajo se investiga la aplicación de la resina catiónica Hercosett sobre lana virgen por medio de la formación de sistemas dispersos constituidos por dicha resina, un agente de blanqueo óptico de tipo aniónico, el Uvitex NFW y como tercer componente el peróxido de hidrógeno. Se investigan las propiedades físico-químicas de los sistemas dispersos formados. Se investiga asimismo la aplicación de dichos sistemas dispersos sobre la lana virgen, estudiándose tanto los efectos de inencogibilidad que promueve su aplicación sobre el sustrato proteico como el efecto de incremento del grado de blanco y los efectos degradativos que asimismo generan tales tratamientos sobre la lana. Se optimizan los resultados obtenidos por el método rotatorio de Box y Hunter para dos variables.*

PALABRAS CLAVE: *Lana, sistemas dispersos, Hercosett, agente de blanqueo óptico, peróxido de hidrógeno, propiedades fisicoquímicas.*

SUMMARY: *THE APPLICATION OF HERCOSETT/O.B.A./HYDROGEN PEROXIDE SYSTEMS ON UNTREATED WOOL. STUDY OF THE PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF THESE SYSTEMS. - Physicochemical properties of dispersion systems made with a cationic Hercosett resin, the anionic optical brightener agent Uvitex NFW, and the oxidative agent hydrogen peroxide have been investigated. The application of these systems on untreated knitted wool samples in order to obtain an improvement in the whiteness and shrinkproofing properties and the damage produced in the physico-chemical properties of keratin fibers have also been investigated using a central composite rotatable desing of Box and Hunter for two variables.*

KEY WORDS: *Hercosett resin, Uvitex NFW, hydrogen peroxide, dispersion systems, wool shrinkproofing.*

1. INTRODUCCION

En el transcurso de los últimos años se ha producido en el campo de la investigación textil una marcada tendencia conducente a la resolución tecnológica de los aspectos más importantes relacionados con el encogimiento de la lana (1-3). En este sentido, se han definido netamente dos tendencias investigadoras. Por una parte, se han desarrollado nuevos polímeros capaces de ser aplicados sobre la lana sin necesidad de pretratamientos degradativos de la misma. Por otro lado, se han modificado las propiedades físico-químicas de resinas en uso tales como la resina Hercosett a fin de que pueda aplicarse sobre la lana sin pretratamiento alguno (4). Así, en trabajos previos se describen sistemas dispersos formados por combinaciones entre dicha

* Texto recibido en enero 1991. Publicado en *Textile Res. J.* Vol. 60 n.º 12, 709-713 (1990).

resina y tensioactivos aniónicos, que permiten aplicar directamente dicha resina polimérica sobre lana virgen con buena fijación de la misma (5). En este sentido, también se han utilizado agentes de blanqueo óptico, los cuales por su estructura amfifílica, parecida a la de los tensioactivos generan con la resina Hercosett sistemas dispersos semejantes a los formados por aquéllos y con análogas propiedades al ser aplicados sobre lana.

En el presente trabajo, se describe un procedimiento conducente a minimizar el encogimiento de la lana, basado en la aplicación sobre lana virgen de sistemas dispersos constituidos por resina Hercosett, un agente de blanqueo óptico de tipo aniónico, el Uvitex NFW y peróxido de hidrógeno. Se estudian las propiedades físico-químicas de los sistemas dispersos formados y su aplicación sobre género de punto de lana no pretratada, estudiándose tanto los efectos de inencogibilidad que promueve su aplicación sobre la lana como el aumento de blancura que genera el peróxido de hidrógeno sobre dicha fibra y los efectos degradativos resultantes de dicha aplicación, optimizándose los resultados obtenidos.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

El género de punto utilizado fue lana tipo Botany R 64/2 Tex (2/28 w.c.), factor de cobertura 11,8. Las dispersiones estudiadas se prepararon con resina Hercosett 57 (solución acuosa de resina de poliamida epíclorhidrina al 10 % de materia activa, suministrada por Hercules Chemical Co.), blanqueante aniónico Uvitex NFW (derivado de diestearilbifenilo, suministrado por Ciba Geigy) y peróxido de hidrógeno (solución acuosa del 30 % peso/volumen, suministrada por Probus S.A.).

2.2. Métodos

La tensión superficial de los sistemas dispersos estudiados se determinó utilizando un tensiómetro automático Lauda, modelo TE-1. El ensayo se realizó por medición de la fuerza necesaria para romper la superficie de los sistemas dispersos formados, utilizando un anillo de platino (método de Du Nouy) (6).

La densidad óptica de los sistemas dispersos estudiados se determinó espectrofotométricamente utilizando el Espectrofotómetro Unicam SP-600, para una longitud de onda de 500 nm.

El tanto por ciento de encogimiento de las muestras de lana tratadas se determinó en un aparato cubex según las especificaciones del test 185 IWS. Se utilizó una relación de baño de 1/30, para 1 kg. de muestra, un período de lavado de 3 horas, a temperatura de 40 °C, y pH ajustado a un valor de 7,5 con tampón fosfatos (7). El contenido en ácido cisteínico y la solubilidad alcalina de las muestras de lana tratadas se determinaron utilizando los métodos descritos por la «International Wool Textile Organization» (IWTO) expresándose los resultados en % (8, 9).

La determinación de los valores de reflectancia de los tejidos de lana se realizó utilizando el fotómetro fotoeléctrico de remisión Elrepho (Zeiss). Las mediciones se realizaron en cada una de las muestras utilizando los filtros FMX/C, FMY/C y FMZ/C correspondientes a los intervalos de longitud de onda en el margen de 440, 550 y 650 nm. respectivamente y se representaron en %.

La resistencia a la penetración a la bola de las muestras de lana tratadas se determinó por medio de un dinamómetro de resistencia de tejidos según las especificaciones de la norma P.N.E. 40-385.

2.3. Tratamientos

Los sistemas dispersos constituidos por resina Hercosett 57, blanqueante aniónico Uvitex NFW y peróxido de hidrógeno, fueron preparados por adición progresiva del agente de blan-

queo óptico sobre la solución que contenía resina Hercosett (2 gr/l.) y peróxido de hidrógeno (2 volúmenes). La adición se realizó con agitación vigorosa en un recipiente de vidrio a temperatura de 20 °C.

Muestras de lana no pretratada (10 gr.), fueron inmersas en los sistemas dispersos descritos recientemente preparados. La duración de los tratamientos fue de 20 minutos a temperatura de 20 °C, con una relación de baño de 1/30 y con agitación periódica. Después del tratamiento, las muestras fueron fulardadas, secadas y polimerizadas en estufa de aire forzado a una temperatura de 80 °C durante un período de 60 minutos.

3. RESULTADOS. TRATAMIENTO ESTADISTICO Y DISCUSION

3.1. Estudio de las propiedades fisico-químicas de los sistemas dispersos investigados

3.1.1. Comportamiento Espectrofotométrico

Se ha estudiado el comportamiento espectrofotométrico de los sistemas dispersos formados por adición a una solución de Hercosett/peróxido de hidrógeno cantidades crecientes del agente de blanqueo óptico Uvitex NFW. En la gráfica A de la Figura 1 se indican los resultados obtenidos.

Puede observarse, que a medida que aumenta la concentración del componente Uvitex NFW en el medio de dispersión, la densidad óptica del sistema aumenta, presentando un valor máximo para una concentración de 4 gr. de agente óptico por gramo de resina, para una concentración constante de peróxido de hidrógeno de 2 volúmenes. La adición de nuevas cantidades del componente Uvitex NFW hace disminuir el valor de la densidad óptica del sistema disperso formado.

3.1.2. Tensión Superficial

En la gráfica B de la Figura 1 se indican los valores obtenidos de tensión superficial para los sistemas dispersos formados por 2 gr. de resina Hercosett, 2 volúmenes de peróxido de hidrógeno y cantidades creciente del agente de blanqueo óptico Uvitex NFW. Puede observarse que la adición de pequeñas cantidades del agente de blanqueo óptico promueve un acusado descenso de los valores de la tensión superficial de los sistemas dispersos formados. Es suficiente la adición de 0,2 gr. de Uvitex NFW para obtener un descenso de la tensión superficial de aproximadamente 15 dinas/cm. La adición de cantidades crecientes del agente de blanqueo óptico no influye sobre los valores de la tensión superficial de los sistemas, manteniéndose dicho valor constante en valores de aproximadamente 53 dinas/cm.

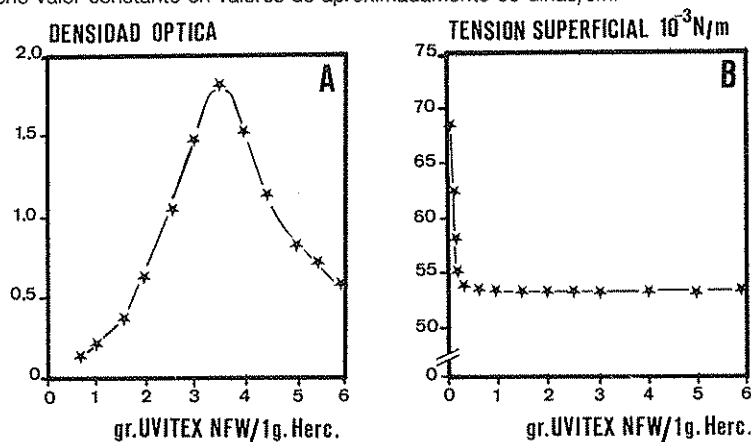


Fig. 1. — Propiedades fisico-químicas de los sistemas dispersos formados por resina Hercosett/Uvitex NFW/peróxido de hidrógeno.

3.1.3. *Aplicación de los sistemas dispersos investigados sobre lana virgen*

En la Figura 2 se indica el porcentaje de área de encogimiento de muestras de lana virgen tratadas con sistemas dispersos constituidos por Hercosett (2 gr/l.), peróxido de hidrógeno (2 volúmenes), y cantidades crecientes de Uvitex NFW comprendidas entre 1 y 5 gr. de agente de blanqueo óptico por gramo de resina Hercosett. Puede observarse, que la presencia en el medio disperso de cantidades de Uvitex NFW comprendidas entre 1 y 3 gr. por gramo de resina promueven en la lana virgen propiedades de inencogibilidad, obteniéndose valores de área de encogimiento inferiores al 10 %, cota máxima aceptable según el test de encogimiento propuesto por la «Wool Foundation» (7). La adición de cantidades de agente de blanqueo óptico superiores a 4 gr/gr. de resina Hercosett promueve sistemas dispersos de menor valor de densidad óptica y que no promueven propiedades de inencogibilidad al ser aplicadas sobre lana no pretratada.

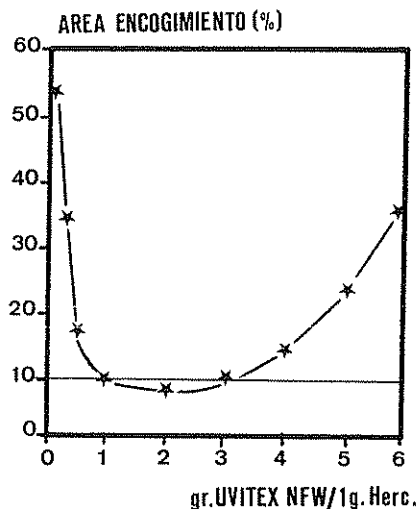


Fig. 2. – Porcentaje de área de encogimiento de muestras de lana virgen tratadas con sistemas dispersos formados por Hercosett/peróxido de hidrógeno y concentraciones crecientes de Uvitex NFW.

3.2. **Optimización del proceso de aplicación de sistemas dispersos Hercosett/Uvitex NFW/Peróxido de hidrógeno**

Dado que la presencia de peróxido de hidrógeno en el líquido de tratamiento promueve un cierto efecto oxidativo sobre las fibras de lana, se han estudiado como respuestas, además de los valores de inencogibilidad de la lana tratada y su grado de blanco, diversos parámetros químicos que proporcionan un criterio adecuado del nivel de oxidación que ha experimentado la fibra de lana. Se ha analizado, por tanto, el porcentaje de pérdida de resistencia de la lana a la perforación, el contenido en ácido cisteínico de las muestras tratadas, así como su solubilidad alcalina.

3.2.1. *Plan Experimental*

La aplicación de los sistemas dispersos obtenidos sobre lana virgen se efectuó siguiendo un diseño compuesto central rotativo de Box y Hunter (10) para las dos variables siguientes: Duración del tratamiento (variable X_1) y temperatura del tratamiento (variable X_2), los niveles experimentales de las cuales se indican en la Tabla I.

TABLA I

Niveles de las variables

Variables	Niveles codificados				
	-1.414	-1	0	+1	+1.414
X ₁ = tiempo de tratamiento (en minutos)	1 ^m	3 ^m 45 ^s	10 ^m 30 ^s	17 ^m 12 ^s	20 ^m
X ₂ = temperatura de tratamiento (en °C)	20°	28,7°	50°	71,12°	80°

TABLA II

Combinación experimental	Valores de las variables		% Resistencia Penetrac. bola	% Solubilidad alcalina	% Area de encogimiento	% Blanco	% Acido Cisteínico
	X ₁	X ₂					
1	-1	-1	1.0	19.0	12.8	47.7	0.59
2	1	-1	4.6	20.5	12.0	45.6	0.80
3	-1	1	4.6	20.4	15.6	99.8	0.84
4	1	1	10.2	25.4	7.6	108.0	1.32
5	-1.414	0	2.6	17.2	15.6	68.0	0.80
6	1.414	0	8.0	22.0	9.2	73.0	0.96
7	0	-1.414	3.8	20.1	12.0	38.0	0.59
8	0	1.414	3.6	24.0	10.8	118.0	1.17
9	0	0	3.7	19.0	8.0	50.0	0.76
10	0	0	3.2	20.0	9.0	53.0	0.97
11	0	0	3.9	18.0	7.0	51.0	0.87
12	0	0	3.9	21.0	8.0	52.0	0.79
13	0	0	3.9	19.0	9.0	51.0	0.88

TABLA III

Coefficientes de la ecuación de regresión, significación de los términos y desviación del ajuste

Respuesta	Coefficientes de la ecuación de regresión						Significación		
	Término Indep.	X ₁	X ₂	X ₁ ²	X ₂ ²	X ₁ × X ₂	Términos 1.er grado	Términos 2.º grado	Desviación del ajuste
% Penetración a la bola	3,64	2,079	2,079	0,768	0,768	0,450	1%	1%	NS
% Solubilidad Alcalina	19,40	1,661	1,477	0,255	1,450	0,875	5%	NS	NS
% Area de encogimiento	8,20	-2,231	-0,412	2,215	1,625	-1,800	5%	5%	NS
% Blanco	51,4	1,646	28,453	9,806	13,556	2,575	1%	1%	NS
% Acido Cisteínico	0,854	0,115	0,199	0,015	0,015	0,068	1%	NS	NS

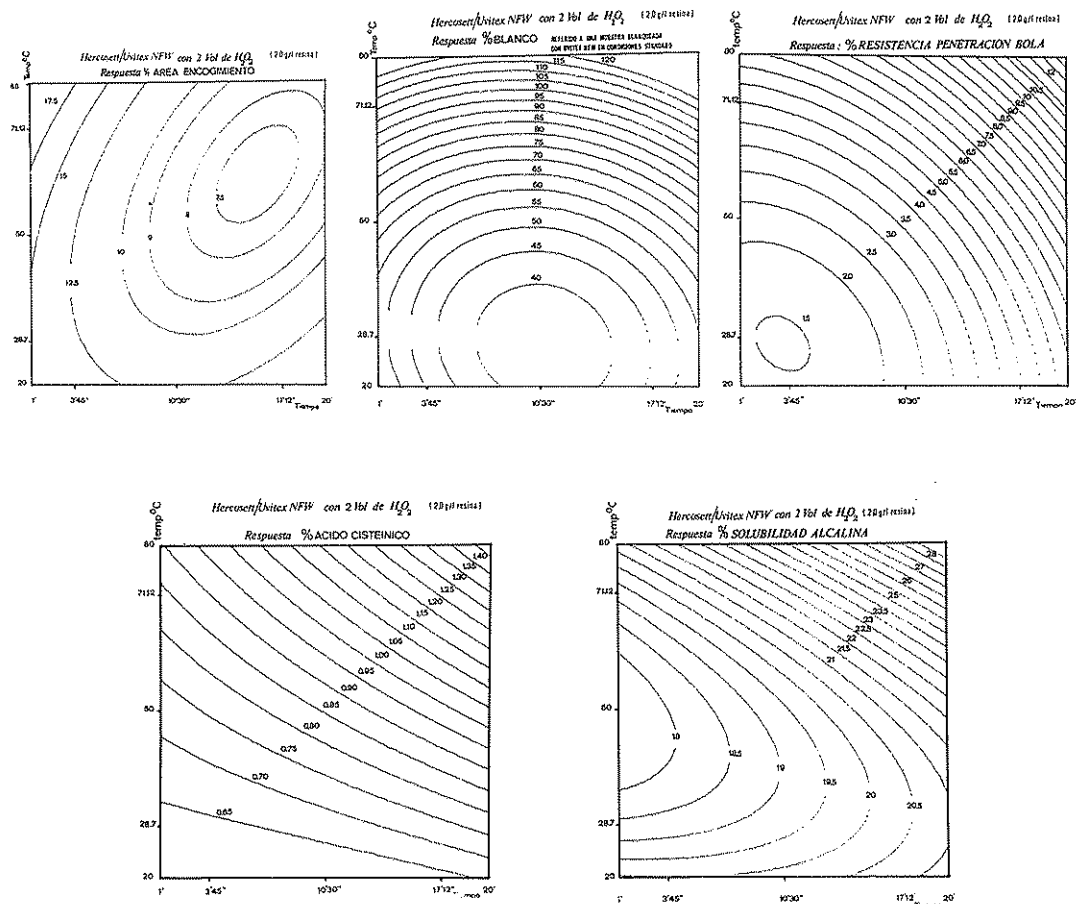


Fig. 3. - Diagramas de optimización de Box-Hunter para dos variables de sistemas dispersos de Hercosett/Uvitex NFW/ H₂O₂.

Los ensayos se efectuaron manteniendo constantes los siguientes parámetros:

- Concentración de resina Hercosett: 2 gr/l.
- Concentración de peróxido de hidrógeno: 2 volúmenes.
- Concentración de Uvitex NFW: 2 gr/gr. de resina Hercosett.
- Relación de baño: 1/30.
- Concentración de Pirofosfato tetrasódico: 0,2 %.
- Polimerización muestras tratadas: 80 °C durante 60 minutos.

Los resultados obtenidos se exponen en la Tabla II, y en la Tabla III se representan los coeficientes de las ecuaciones de regresión en variables codificadas para cada una de las respuestas, así como la significación de los términos de la ecuación de regresión y la desviación del ajuste de la misma obtenido en el análisis de la variancia.

Las superficies de respuesta se han representado gráficamente en la Figura 3 y habida cuenta de que la desviación del ajuste no es significativa en ninguna de las ecuaciones representadas, y por el contrario, los ensayos de penetración a la bola presentan una significación del 1 % tanto en los términos de primer grado como en los de segundo grado, la solubilidad alcalina presenta unos términos de primer grado significativos al 5 %, el área de encogimiento presenta también una significación del 5 % tanto en los términos de primer grado como en los de segundo grado, el % de blanco tiene todos los términos significativos al 1 % y el % de ácido cisteíni-

co los términos de primer grado significativos al 1 %, podríamos concluir que las superficies representadas en la Figura 3 representan de manera adecuada los fenómenos objeto de estudio.

3.2.2. *Discusión*

De la observación de los diagramas de la Figura 3 se pueden deducir los siguientes comentarios:

- Entre los límites de las variables estudiadas, existe una zona de mínimo encogimiento (temperatura entre 50 y 70 °C, duración del tratamiento entre 13 y 18 minutos), con un valor de área de encogimiento del orden de 7,5 % para las muestras de lana tratadas con los sistemas dispersos Hercosett/Uvitex NFW/H₂O₂.

La presencia de peróxido de hidrógeno en el sistema Hercosett/Uvitex NFW, promueve en las muestras tratadas un grado de blanco superior al 100 % para valores de temperatura comprendidos entre 70 y 80 °C y tratamientos de corta duración. Se considera el valor de 100 % de grado blanco el que presentan las muestras de lana después de ser tratadas con el blanqueante óptico considerado, es decir, el Uvitex NFW en las condiciones descritas por el fabricante.

- Para detectar el deterioro químico sufrido por las fibras de lana como consecuencia de la presencia de peróxido de hidrógeno en el sistema, se han estudiado como respuestas, el porcentaje de resistencia de las muestras a la perforación, el contenido en ácido cisteínico y la solubilidad alcalina de las muestras de lana.

En el ámbito experimental optimizado, el deterioro químico de la lana es mínimo, produciéndose únicamente una pérdida de resistencia mecánica superior al 10 % cuando las condiciones de duración y temperatura del tratamiento son drásticas.

En relación con el contenido en ácido cisteínico de las muestras y su solubilidad alcalina, todos los valores obtenidos dentro del campo experimental propuesto indican un nivel aceptable de modificación de la fibra (en ningún caso superiores al 1,5 % de ácido cisteínico o al 28 % de solubilidad alcalina).

Representando dichos resultados de forma conjunta, se puede delimitar una zona óptima del campo experimental estudiando en la que se dan simultáneamente las respuestas de un porcentaje de área de encogimiento de las muestras tratadas inferior al 10 %, un grado de blanco de las mismas superior al 100 % y un contenido en ácido cisteínico de las muestras inferior al 1,2 % (Figura 4). Dicha zona experimental corresponde a tratamientos de las muestras de lana efectuados a temperaturas superiores a 72 °C, durante períodos de tiempo comprendidos entre 11 y 15 minutos.

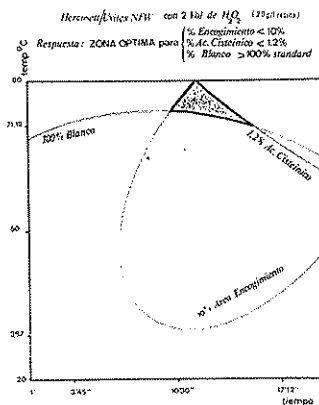


Fig. 4. - Curvas de optimización global propuestas para el sistema disperso Hercosett/Uvitex NFW/H₂O₂, para una concentración de resina de 2 g/l.

4. CONCLUSIONES

La adición de un agente de blanqueo óptico de tipo aniónico como el Uvitex NFW sobre una solución constituida por resina Hercosett y peróxido de hidrógeno promueve la formación de sistemas dispersos cuyas propiedades físico-químicas dependen de la cantidad de agente de blanqueo óptico presente en el medio disperso.

La aplicación sobre lana virgen de los sistemas dispersos formados, dentro de un cierto margen de concentración del componente Uvitex (2 gr. Uvitex NFW/1 gr. resina Hercosett) promueve sobre la lana propiedades de inencogibilidad e incremento del grado de blanco de las mismas con un deterioro mínimo de la estructura cuaternaria de la proteína, la cual se traduce en una pérdida poco significativa de la consistencia, solidez y flexibilidad de los tejidos de lana tratados.

La distribución de la resina Hercosett sobre la superficie cuticular de la lana via los sistemas dispersos investigados es regular presentando en algunas zonas uniones interfibrilares.

5. BIBLIOGRAFIA

- (1) C. A. Anderson, H. J. Katz, G. F. Wood y M. T. Goldsmith, *Text. Manuf.*, 95, 84 (1969).
- (2) T. Shaw, *Wool Sci. Rev.* 46, 47 (1973).
- (3) T. Shaw y J. Lewis, *Textile Progress*, 4, 8 (1972).
- (4) P. Smith y J. H. Mill, Machine Washable Wool, *Chem. Tech.*, 3, 748 (1973).
- (5) D. H. Feldtman, J. R. McPhee y W. V. Morgan, *Text. Manuf.*, 93, 122 (1967).
- (6) Método de Du Noüy.
- (7) Wool Foundation Tes. Method n.º 185.
- (8) Standard Specifications for Tets Methods *I.W.T.O.* 4-60 (D).
- (9) Standard Specifications for Test Methods *I.W.T.O.*, Nov. 23-70 (F).
- (10) G. E. P. Box y J. S. Hunter *Ann. Math. Stat*, 28 (1957).

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Srta. R. Leiva su contribución en el desarrollo del presente trabajo.