

Tesis de Posgrado

Estudio de fibras de Bromelia serra (chaguar morado) cultivadas en La Banda (Santiago del Estero)

Wicher, Carmela J.

1954

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Química
de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Wicher, Carmela J.. (1954). Estudio de fibras de Bromelia serra (chaguar morado) cultivadas en La Banda (Santiago del Estero). Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0807_Wicher.pdf

Cita tipo Chicago:

Wicher, Carmela J.. "Estudio de fibras de Bromelia serra (chaguar morado) cultivadas en La Banda (Santiago del Estero)". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1954.
http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0807_Wicher.pdf

1-19-3
FCEFN-BA.

Universidad Nacional de Buenos Aires
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Estudio .
de
FIBRAS DE BROMELIA SERRA (chaguar morado) CULTIVADAS
EN LA BANDA (SGO. DEL ESTERO)

Resúmen de

Res de Tesis: 807

Tesis

para optar al título de Doctora en Química

por

CARMELA J. WICHER

R. 807

RESUMEN

Tres especies de bromeliáceas argentinas tiene aplicación en la industria textil: Bromelia Serra, Bromelia Hieronymi y Bromelia Sp.-

La primera es la de mayor importancia económica por constituir la gran mayoría de los matorrales explorados en el Norte Argentino; si bien la segunda provee fibras más resistentes, suaves y flexibles. La tercera mucho más escasa es de menor valor industrial.-

La Bromelia Serra es conocida también con los nombres vernáculos de "chaguar morado", "karagwatá", "chaguar blanco común" ó "chaguar".-

El elevado costo de explotación por falta de un método apropiado y económico no ha hecho posible hasta ahora su aprovechamiento industrial como sustituto del yute, cáñamo, lino textil, etc.-

En Brasil, Colombia, Panamá, Jamaica, Islas Filipinas, etc., las fibras bromeliáceas se usan intensamente, confeccionándose tejidos delicados.-

En la actualidad se recurre al desfibrado mecánico exclusivamente, siendo un método costoso y de bajo rendimiento.-

No se ha intentado en nuestro país la obtención de la fibra, por enriado, método usado rudimentariamente por los habitantes de las zonas de producción y de excelentes resultados obtenidos

en Alemania, Holanda, Bélgica, Italia, etc.- En Egipto particularmente, se efectúa desde hace centenares de años, aprovechando las cálidas y quietas aguas del Nilo. Existen varios métodos de enriado, dependientes de varios factores: cantidad y naturaleza del material cementicio que mantiene unidas las fibras, zona de agricultura, clima, suministro de agua, costo implicado y según sea efectuado en ríes, piletas u otros lugares.-

Los constituyentes principales de la fibra en estudio son, como en todas las fibras, la celulosa, la xilosa, la hemicelulosa y la lignina. En sus cenizas se halla sílice, hierro, aluminio, calcio, magnesio, cloro, azufre, sodio, potasio, fósforo, cobre y manganeso.-

La mercerización confiere a la fibra brillo y afinidad por los colorantes. La fibra en estudio se tiñó con diversos colorantes, entre ellos el rojo de p-nitroanilina, escarlata directo 4B.S., azul de cobre 3R, amarillo C.H.T., etc.-

Al chaguar morado, si bien posee menos resistencia a la tracción que otras fibras, puede aprovecharse ventajosamente, mezclada a otras fibras, en la confección de trenzillas para alpargatas, bolsas, etc.-

Sería sumamente conveniente practicar el enriado en el lugar de producción para sacar resultados concluyentes, ya que el método, económico de por sí, puede verse dificultado por las propiedades del agua de zona en explotación.-

FOEN-DA.

Consecuentemente debe asegurarse una legislación forestal que contemple la explotación equitativa, ya que aunque las fuentes naturales son muy abundantes, no son inagotables.-

El aprovechamiento de esta fuente de riqueza, beneficiaría a los pobladores de la zona, que mejorarían sus precarias condiciones de vida, contribuyéndose al engrandecimiento de nuestra floreciente industria nacional.-

Rodolfo Sponte

J. D. C. S.

Universidad Nacional de Buenos Aires
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Estudio

de

FIBRAS DE BROMELIA SERPA (chaguar morado) CULTIVADAS
EN LA BANDA (DGO. DEL ESTERO)

TESIS: 807

Tesis

para optar al título de Doctora en Química

por

CARMELA J. WICHER

Padrino de Tesis

profesor Doctor ADOLFO L. MONTES

Agradezco al Dr. Adolfo Montes, profesor adjunto de la Cátedra de Bromatología y Análisis Industriales, al Dr. Marcobich de Textilyute S.A. y a numerosos profesionales que sería largo enumerar, toda contribución que de una u otra forma ha hecho posible la realización del presente trabajo.-

BROMELIA SERRA



Consideraciones generales.-

Tres especies de bromeliáceas indígenas textiles han sido identificadas en nuestro norte argentino a saber; Bromelia serrra, gris; Bromelia Hieronymi y Bromelia sp.-

La primera especie citada es la de mayor importancia económica en razón de constituir la gran mayoría de los matorrales explorados en el lugar de referencia, siguiendo B.Hieronymi, si bien ésta provee fibras más resistentes, suaves y flexibles. La última especie no representa económicamente alguna importancia por ser escasa su distribución y por poseer fibras de poco valor industrial; su gran semejanza con B.Serra confundida en la recolección ha falseado datos para ésta.-

La especie B.Serra Gris es conocida también con los nombres vernáculos de "chaguar morado", "karagwatá", "chaguar blanco común", ó "chaguar", es una planta esencialmente estolonífera. Sus filodios son de color verde intenso en la cara superior y algo grisáceo en la inferior y están provistos de aguijones sumamente punzantes y de punta alargada.-

Los meritallos pueden considerarse breves o cortos y sostienen en la parte superior una inflorescencia paniculada o infrutescencia globosa.-

Las plantas están provistas en la base del corto tallo que las caracteriza, de rizomas horizontales o simplemente estolones superficiales que permiten el nacimiento de los hijuelos ó vás-

tagos, encargados a su vez de perpetuar la especie.-

También se reproducen por medio de semillas; pero ello ocurre en menor proporción debido a que los frutos son apetecidos por los pájaros, roedores u otros animales que las uevoran antes de la maduración total.-

Todas las bromeliáceas son vegetales capaces de soportar grandes sequías, no siendo propicio su desarrollo en climas húmedos.-

Tanto los rizomas como las hojas poseen fibras de aplicación textil; pero sólo se las extrae de estas últimas por razones prácticas.-

El elevado costo de explotación por falta de conocimiento de un método apropiado y económico no ha hecho posible hasta ahora su aprovechamiento industrial como sustituto de yute cáñamo, hibiscus, lino textil, crin vegetal, etc., o bien mezclándolo convenientemente con ellos.-

En Brasil, Colombia, Panamá, Jamaica, las fibras bromeliáceas se usan intensamente. En las Islas Filipinas se las utiliza para confeccionar tejidos delicados y transparentes conocidos con el nombre de "batista de ananá".-

Extracción de la fibra:

Las plantas no deben desarraigarse para su recolección, pues se impide la emisión de rizomas y estolones, por tanto la cosecha debe efectuarse por cortes, exclusivamente, dejando intacta

la roseta foliar central a fin de asegurar una nueva aparición de filodios.-

La cosecha debe efectuarse por medio de utensilios cortantes (machetes, cuchillos, etc.), debiendo tomarse precauciones usando botas y guantes para protegerse de los agujones.-

Los períodos aconsejados para la recolección de hojas son: prefloración, plena floración, postfloración y fructificación, con lo que se consigue mejorar la calidad y el rendimiento de la fibra.-

En la actualidad se recurre exclusivamente al desfibrado mecánico directo, costoso y de bajo rendimiento.-

El ensayo de enriado, efectuado por Fitting, no dió resultados satisfactorios, no obstante cabe destacar que este método es practicado con excelentes resultados en Alemania, Holanda, Bélgica, Italia, etc., y en Egipto, donde hace centenares de años las cálidas aguas del Nilo, proveen condiciones casi ideales.-

Existen numerosos métodos de enriado ya sea en estanques o en corrientes suaves de agua. La elección del mismo depende de varios factores: cantidad y naturaleza del material cementico que mantiene unidas las fibras, zona de agricultura, clima, suministro de agua, costo implicado y según se efectúe en piletas, ríos u otros lugares.-

El método más simple consiste en remojar la fibra y dejar que las bacterias hongos y levaduras que se hallan residiendo en

el material, se desarrollen y actúen en ese ambiente acuoso y a temperatura que puede estar comprendida entre los 26-28° ó 30 a 32°. A más altas temperaturas, el enriado es más rápido; pero disminuye la calidad de producto resultante.-

Las formas aerobias predominan al comenzar el eteque ya que consumen el oxígeno disuelto en el agua, lo que termina ocasionando un ambiente desprovisto de oxígeno que favorece el desarrollo rápido de las formas anaerobias que elaboran enzimas que hidrolizan la pectina y los tejidos perenquimatosos que mantienen unidas las fibras. Durante la fermentación se producen varias sustancias especialmente ácidos orgánicos (acético, butírico, etc.) que es necesario neutralizar con álcali.-

La neutralización y el lavado posterior debe efectuarse a tiempo a fin de evitar un ulterior ataque a la pectina lignificada que daría por resultado una fibra sin condiciones para su aprovechamiento.-

Este método probado en el laboratorio ha dado muy buen resultado.-

En La Banaa, Provincia de Santiago del Estero, lo practican los naturales de la zona, obteniendo fibras que utilizan en la fabricación de cordeles.-

Existe una gran cantidad de organismos anaerobios selectivos en el proceso de enriado, que deberán escogerse según el fin perseguido.-

En nuestro país la operación del desfibrado se ha encarado desde otro punto de vista; el mecánico. Aparecen con alguna frecuencia máquinas desfibradoras con las que se obtienen desfibrados deficientes y bajos rendimientos.-

En ellas, las hojas, en número reducido (4 ó 6 por vez) se introducen en el alimentador de la desfibradora y la fibra es expulsada al estado húmedo por la parte posterior del aparato, siendo necesario lavarla inmediatamente con fuertes chorros de agua para quitarle la cutícula y el tejido parenquimatoso que no obstante estar desprendidos quedan adheridos merced a los jugos resinosos de la hoja.-

Posteriormente el producto debe ser secado a la intemperie a fin de que los rayos solares lo deshidraten y blanqueen mejorando su aspecto.-

La playa de secado debe poseer una instalación sencilla llamada "tenual", consistente en un alambrado de 2 ó 3 hilos de alambre galvanizado o cañas tacuaras dispuestas horizontalmente, sobre las cuales se extiende la fibra húmeda abriéndola con la mano.-

La fibra limpia cuyas impurezas no excedan del 4 a 8 % peinada y enfarvelada, ya es material textil susceptible de aprovechamiento industrial en las hilanderías y tejedurías.-

El rendimiento de materia verde y fibra seca en estas plantas silvestres es muy variable, estando sujeto a la especie y

al procedimiento de la

asignación.-



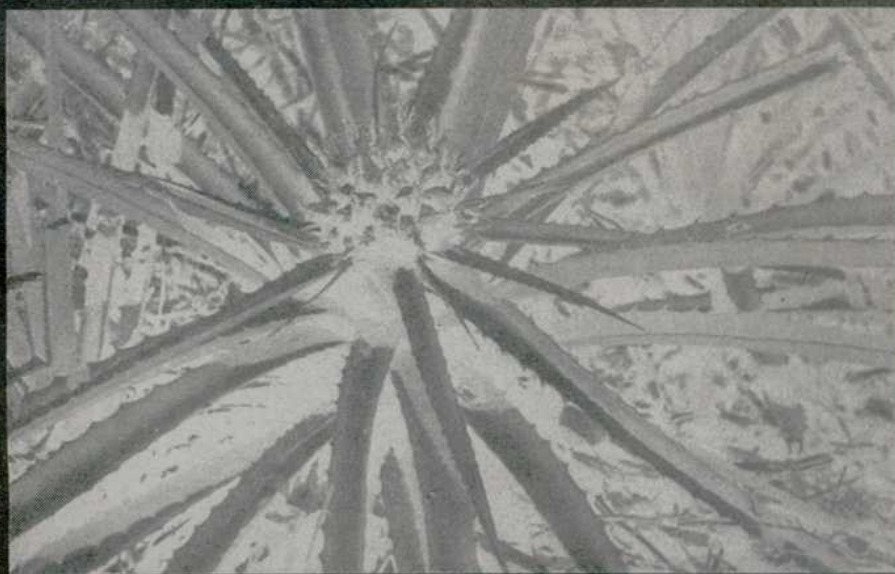
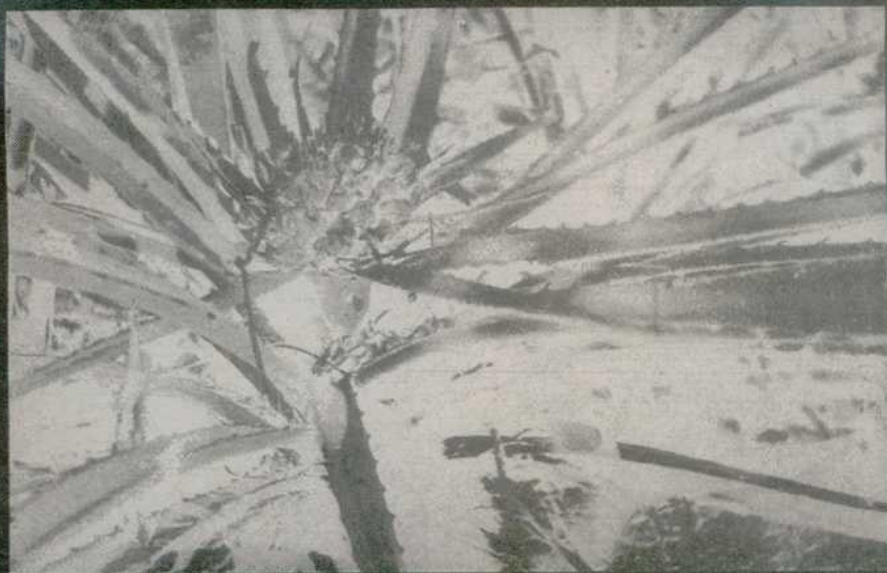
13 (III-26). *Bromelia serra*. — Inserción de los filodios en la roseta foliar. Prefloración. Parcela de prueba N° 18. Campo del Lapacho, Huiraitirenda, departamento Orán, provincia de Salta. (Fot. del autor).



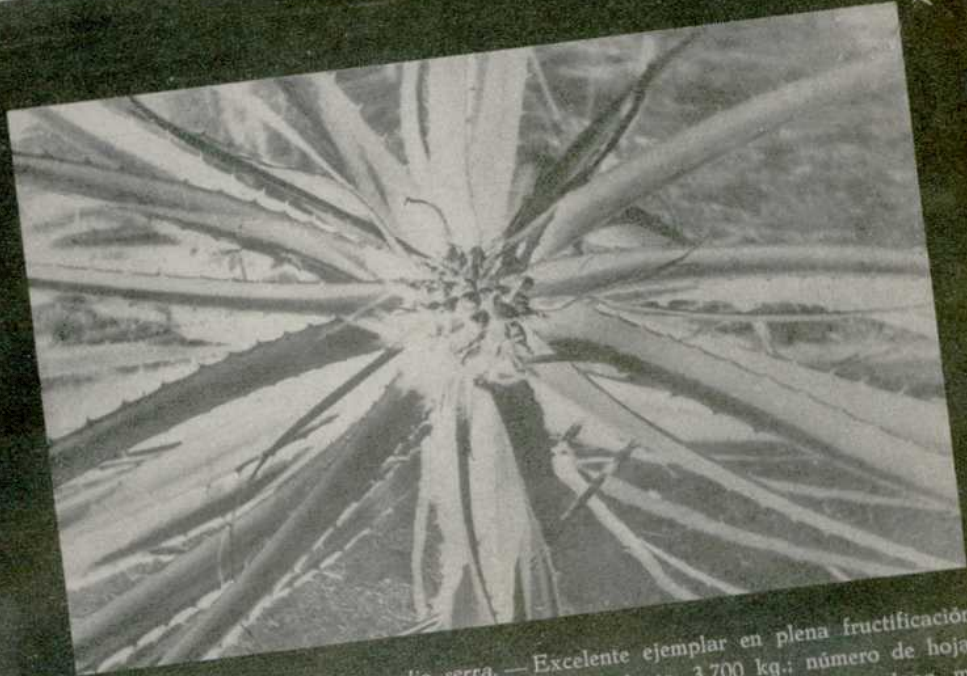
14 (III-27). *Bromelia serra*. — Una planta al cumplir su ciclo vegetativo. En la parte superior se inició el marchitamiento general con la muerte del meritallo. Parcela de prueba N° 18. Campo del Lapacho, Huiraitirenda, departamento Orán, Salta. (Fot. del autor).



19 y 20 (V-9 y 13). — *Bromelia serra*. — Corte longitudinal central de una planta en plena fructificación, lo que permite observar detalladamente de abajo hacia arriba: raíces, tallo o eje folioso, inserción de los filodios o roseta, meritallo, pedúnculo e infructescencia. Campo del Anta, Huiraitrenda, departamento de Orán, Salta (Fot. del autor).



17 y 18 (V-2 y 6). *Bromelia serra*. — Planta en plena fructificación. Obsérvense bien las bayas que integran las infrutescencia globosa y la inserción del meritallo. Parcela de prueba N° 7. Campo del Anta, Huiraitirenda, departamento de Orán, provincia de Salta. (Fot. del autor).



23 y 24 (VII-21 y 24). *Bromelia serra*. — Excelente ejemplar en plena fructificación con las siguientes características: peso total de la planta, 3,700 kg.; número de hojas útiles, 26; número total de hojas, 39; longitud media hojas útiles, 142.8 cm.; long. mínima, 140 cm.; longitud máxima apreciada con cinta métrica, 148 cm. Campo del Anta, Huiraitirenda, departamento de Orán, Salta. (Fot. del autor).

Estudio químico de las fibras

Los constituyentes principales de las fibras son: la celulosa, la xilosa, la hemicelulosa y la lignina; se hallan en todas las especies de maderas y por eso se les denomina: "constituyentes comunes".-

La madera al estado seco contiene del 50 al 60 % de celulosa, 15 - 30 % de lignina. Tiene también cantidades pequeñas de resinas, sustancias gomosas, taninos, aceites esenciales, azúcares, materias colorantes, ceras, sustancias nitrogenadas, ácidos orgánicos libres, (comprendido dentro de los constituyentes secundarios), etc.-

Celulosa: importante producto de la síntesis clorofiliana, polisacárido de sostén de los vegetales, constituye las paredes de los vasos y membranas de sus células de ahí su nombre. Es el principal componente orgánico.-

Fué caracterizada como especie química por Payen en 1838. Presenta diferencias en su aspecto, forma externa y estructura interna, según edad, origen y tejidos de los que forma parte. Se presenta como fibras endurecidas en los tallos leñosos y madera.-

En los diferentes tejidos de las plantas el contenido en celulosa varía fundamentalmente. La sustancia seca de las hojas tiernas, llega a tener menos de un 10 % de celulosa. En hojas de

mayor desarrollo alcanza a veces 20 %; en paja: 35 %. Un 60 % en tejidos leñosos de árboles y arbustos, la fibra de lino un 80 %; los filamentos de la semilla de algodón más o menos 90 %: es el más alto porcentaje que existe en sustancias naturales.-

En tejidos jóvenes hay celulosa pura; a medida que el tejido vegetal va envejeciendo, en las paredes de las células se depositan sustancias de incrustación que juntamente con la celulosa forman combinaciones mal definidas. En la Ladera, corteza y tallos de los árboles, la celulosa se acompaña de lignina, hemicelulosa, taninos, grasas, ceras, resinas, aceites esencia les, materias colorantes, etc.-

La importancia de la celulosa es muy conocida; es fundamental en la industria textil, manufactura de papel, celofán, rayón, lacas, explosivos, materias plásticas en general, y películas fotográficas. La separación de la celulosa de las plantas leñosas, es base de la industria del rayón, papel y pulpa.-

La celulosa pertenece a la familia de los compuestos hidrocarbonados. Está constituida por C, H₂ y O en las proporciones siguientes: 44,4 %; 6,2 %; 49,4 % respectivamente. Tiene la fórmula siguiente: (C₆H₁₀O₅)_n.-

Se admite que está constituida por mezclas de diversos polímeros que varían en el valor n, variando sus propiedades físicas: densidad, solubilidad, resistencia, etc., ante los agentes químicos, de acuerdo al grado de polimerización.-

La celulosa pura se obtiene de materias vegetales. En laboratorio el mejor método, es extraerla del papel de filtro o del algodón hidrófilo que se lava con potasa caústica, HCl; H₂O, alcohol y éter. Secada al aire adquiere el aspecto de un polvo blanco, amorfo o fibras nuevas cuya humedad que es del 6 al 8 % se elimina por calentamiento al vacío (100 - 105° C). Perdiendo humedad la fibra de algodón se pulveriza y quiebra fácilmente.-

En fábricas de tejidos de algodón se evita este inconveniente regulando el grado higrométrico del ambiente.-

A 150° C. la celulosa se descompone y por destilación destructiva da varios productos como: fenol, ácido, acético, etc.-

Por la acción del I₂ da un color amarillo o pardo, y color azul con solución de I₂ en cloruro de Zn.-

Es una reacción del amiloide, producido por hidrólisis incipiente de la celulosa.-

La celulosa se usa por el método de Cross y Bevan, que consiste en que todos los materiales vegetales que acompañan a la celulosa se conviertan en productos solubles, por intermedio de una corriente de Cl₂ húmeda, lavando con cuidado y pesando el residuo que no ha sido atacado que es celulosa pura.-

Es insoluble en ácidos diluidos y calientes, en H₂O y en disolventes orgánicos comunes.-

Se disuelve en solución amoniacal de hidróxido cúprico

(Reactivo de Schweitzer) $(\text{Cu}(\text{NH}_3)_4)(\text{OH})_2$, que se precipita por agregado de ácidos, álcalis, sales.-

Se disuelve transformándola en xantato de celulosa.-

Todos estos tratamientos alteran física y químicamente la celulosa, de manera que al precipitarla se recuperan celulosas regeneradas, que son diferentes a la celulosa original.-

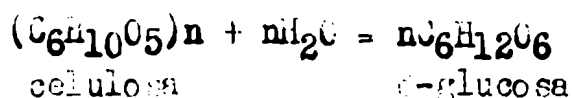
Cuando la celulosa se somete a la acción de los ácidos o álcalis, se observa una alteración química de su molécula, que conduce a las celulosas degradadas, cuyos tipos más importantes son los hidratos de celulosa, las hidro y la oxi-celulosas.-

Constitución de la celulosa:

Hirviéndola con ácidos minerales concentrados, se obtienen productos degradados como la α -glucosa.-

El SO_4H_2 la disuelve hidrolizándola lentamente, solución que vertida sobre gran cantidad de agua, precipita un amiloide, que con I_2 ; da la reacción del almidón.-

A la temperatura ambiente, el SO_4H_2 al 72 % desdobra la celulosa en α -glucosa; vertiendo la mezcla en agua hasta que la concentración del ácido sea del 3 %, calentando una hora a 120°C y neutralizando la solución se comprueba que se ha producido la siguiente reacción:



Observándose de tal modo que la α -glucosa es el constituyen

te fundamental de la celulosa, de tal forma la celulosa sería un polímero de anhidro glucosa.-

Es difícil aislar productos intermedios de la hidrólisis total, pues la degradación de la celulosa es demasiado rápida, no obstante si se disuelve celulosa en HCl de D 1,21, dejando en reposo la solución a 20° C., vertiéndola luego sobre hielo, y neutralizando con CO_3Pb , Willstätter y Zechmeister tuvieron resultados donde se observa cierto paralelismo con la hidrólisis del algodón. Como producto de hidrólisis parcial se halla celobiosa.-

La hidrólisis de la celulosa metilada conduce a un 99,4 % de 2-3-6- trimetilglucosa, y 1,06 % de 2-3-4-6 tetrametilglucosa.-

Hirviendo celulosa con SO_4H_2 concentrado y anhídrido acético se obtuvo el octo-acetato de un disacarido: la celobiosa, siendo ésta la unidad anhidro-disácarido fundamental de la celulosa; por tanto la celulosa es un policelobiósido formado por numerosos grupos de gluco piranosa, unidos como en la celobiosa por enlaces B-glucosídicos entre las posiciones 1-4.-

Si la molécula de celulosa es una cadena abierta debe llevar un OH en posición 4, cuya metilación daría la 2-3-4-6 tetrametilglucosa. Sobre el C1 deberá existir un grupo reductor libre al cual se deberá su propiedad reductora.-

El almidón y la celulosa difieren por tanto en el carácter

glucosídico de las uniones de los monosacáridos que la forman, siendo α glucosídico en el almidón y β glucosídico en la celulosa.-

La molécula de la celulosa es más simétrica que la del almidón, porque están alternados los grupos alcohólicos con los puentes del O_2 , hallándose por arriba y por debajo de la cadena principal.-

La constitución glucosídica de la celulosa conduce a largas cadenas rectilíneas que dan a la molécula el aspecto filiforme llamado molécula - cadena: factor responsable de la existencia de la fibra.-

Dosaje de celulosa:

- a) Métodos de cloruración o bromuración.
- b) " " oxidación en solución.
- c) " " " e hidrólisis.

a) La cloruración y bromuración permiten fijar los halógenos en la lignina, dando un compuesto no definido llamado cloruro o bromuro de lignina, soluble en soluciones alcalinas débiles, insoluble en agua, y forma en la superficie de la materia prima un film protector; que evita la posterior penetración del reactivo, lo que limita las dimensiones de las partículas a analizar.-

En el método de cloruración de Cross-Bevan: la materia prima se lleva a ebullición con soda durante media hora, de esta manera se eliminan ceras y resinas favoreciendo la acción ulterior

de los reactivos, una vez lavada y seca se somete a una lenta corriente de Cl_2 y por lavado con agua se elimina el HCl que pueda tener. En una solución de sulfito de Na al 2 % en la cual se ha añadido HONa hasta una concentración 0,2 %, se lleva a ebullición el cloruro de lignina formado con lo cual se disuelve. Se decanta, filtra, lava con agua caliente y si es necesario se blanquea con hipoclorito de Na ó MnO_4K al 0,1 %. Se termina lavando con una solución de SO_2 , luego con agua.-

Renker, y otros objetan el método anterior, pues dicen provocar un ataque parcial de la celulosa, además el número y duración de cloruraciones es muy difícil de determinar, lo mismo que el tamaño más conveniente de la materia prima a tratar.-

b) Igual que el método anterior, la oxidación en solución solubiliza la lignina como compuestos mal definidos.-

Se usan varios reactivos para este fin con resultados más o menos plausibles. Hay diferentes métodos que se caracterizan por reactivos y condiciones operatorias.-

Entre los métodos tenemos: hipoclorito de sodio, técnica perfeccionada por Norman y Jenkins: quienes hacen preceder la acción del ClONa por una acción con SO_3Na_2 al 3 %, que ataca la lignina y por tanto permite la introducción del reactivo principal. Se agita con fuerza 10 minutos, estando presente el ClNa con 0,8 % de Cl_2 , se disuelve el compuesto de lignina por ebullición en baño maría en presencia de SO_3Na_2 al 3 %; después

se vuelve a realizar el procedimiento, hasta la completa desaparición de la lignina.-

Sieber aprueba este dosaje de celulosa que no requiere aparatos especiales, se aplica a pajas y maderas; los resultados que se obtienen son semejantes a los obtenidos por el de Cross y Bevan.-

c) Este tercer método del dosaje de celulosa se basa en la combinación de agentes hidrolizantes y oxidantes, aceptada por numerosos autores. Kurschner y Hofer, utilizan el NO_3H concentrado (d: 1;14) en solución en alcohol; la lignina queda transformada en nitrolignina soluble en alcohol, éste actúa disolviendo las materias grasas, resinas y ceras. En parte se hidrolizan las hemicelulosas.-

El reactivo no requiere material bien pulverizado para su penetración, es un método simple, sin necesidad de aparatos especiales.-

A estos métodos empleados, se les ha objetado al comparar unos con otros por falta de concordancia en los datos.-

No obstante la hidrólisis rápida, la celulosa es atacada en partes y transformada en hidrocélulosa, soluble parcialmente; gran parte de los hexosanos y pentosanos se eliminan en el transcurso de dicha reacción.-

El método de Normann y Jenkins da un resultado semejante a los métodos de cloruración.-

El de Kurschner y Hofer tiene error con respecto al de Normann y Jenkins.-

Dosaje de celulosa: Método de Normann y Jenkins. Los reactivos que se requieren son los siguientes:

- a) solución de ClONa comercial con 15-17 % de Cl_2 . (puede tener poco ClNa , pero sin álcali).-
- b) Solución de SO_3Na_2 al 3 % y 6 %.-
- c) SO_4H_2 al 20 %.-

Realización del dosaje.-

Se toma fibra en forma de aserrín, pasado por el tamiz 60 a 80, y se trata con mezcla alcohol-benceno (1:2) así se desencebra la fibra. Más o menos 2 gr. de la muestra se introducen en 100 c.c. de una solución de SO_3Na_2 al 3 %, se lleva a ebullición, se filtra por crisol de placa filtrante, luego con agua destilada caliente se lava y se pasa a un vaso. Esta operación facilita el ataque de la lignina y prepara la materia prima para la ulterior acción del hipoclorito. Se añaden 100 cc. de agua, 5 cc. de hipoclorito de Na y con varilla de vidrio se desprende durante 10 minutos. Luego en crisol de placa filtrante, se filtra, se pasa a un vaso de precipitación, llevando a 50 ml. con agua y se añade 50 ml. de SO_3Na_2 al 6 %, durante 20'; se hierve, luego se filtra y lava y se vuelve a repetir el procedimiento con hipoclorito y luego con SO_3Na_2 . Se realiza un tercer tratamiento con solución de 100 ml. de agua destilada, 5 ml. de ClONa (3 % de

Cl₂ útil) y 2 cc. de SO₄H₂ al 20 %.-

El material se suspende en esta solución durante 10-15', luego se desprende, filtra por crisol de placa filtrante y lava, se lleva a 50 ml. con agua destilada y otra vez se trata con sulfito. Si todavía tiene color púrpura, es por la lignina, por ello se sigue el tratamiento con hipoclorito en medio ácido hasta la desaparición de la lignina (las pajas necesitan 2 a 3 tratamientos, la madera 5), la celulosa se lleva al crisol de placa filtrante, se lava con agua caliente, hasta que no haya ácido ni sulfito. Se seca a 150° C. y pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso celulosa}}{\text{peso fibra}} \quad 100 = \% \text{ celulosa}$$

$$\frac{1,200 \cdot 100}{2 \text{ gr.}} = 60,00 \% \text{ celulosa}$$

Método de

Kurschner y Hofer

Reactivos usados:

Está constituido por una mezcla de 20 ml. de alcohol y 5 ml. de NO₃H concentrado (para 1 gr. de fibra).-

Debe tenerse precaución en la exactitud de las proporciones, el punto de ebullición y temperatura de la reacción dependen de ello.-

Realización del trabajo:

1 gr. de fibra seca al aire, en forma de aserrín pero no demasiado fino, se lleva a un Erlenmeyer de 300 ml., de cierre esmerilado montado a un refrigerante a reflujo, se agrega el reactivo sin exponerlo a la luz solar, pues se altera, se calienta a baño maría, a 90° C, durante una hora, se decanta en crisol de placa filtrante, se reúnen las fracciones pasadas por el crisol y se realiza un segundo ataque en iguales condiciones que el anterior, se lava por decantación con H₂O destilada.-

Se coloca en el Erlenmeyer unos 100 ml. de H₂O destilada y se calienta a ebullición durante 30', se filtra y lava.- Si el agua es ácida, se vuelve a hervir con agua destilada. La menor cantidad de NO₃H₂ durante el secado, ataca la celulosa. Se filtra por crisol de placa filtrante, se lava con agua, se seca a 105° C. y se pesa.-

Si la materia prima contiene mucha lignina, se efectúa un tercer ataque.-

En este método, los valores acusan error por defecto, con relación al método de Norman y Jenkins.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso celulosa} \cdot 100}{\text{peso fibra}} = \% \text{ celulosa}$$

$$\frac{0,530 \text{ gr.} \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 53,0 \% \text{ celulosa}$$

Holocelulosa y celulosa, su transformación.-

Se coloca la holocelulosa en un vaso de precipitado de 600 ml. con 200 ml. de SO_4H_2 al 1,3 %. Se coloca en baño maría 2 horas, se mantiene el nivel del líquido, añadiendo el reactivo, se filtra, lava con agua caliente, alcohol y éter, se seca en estufa a 105°C . y pesa.- (Se usó holocelulosa obtenida a partir de 2 gr. de fibra).-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso celulosa} \cdot 100}{\text{peso fibra}} = \% \text{ celulosa}$$

$$\frac{1,175 \text{ gr} \cdot 100}{2} = 58,7 \% \text{ celulosa}$$

Alfa-celulosa.-

Según el comportamiento de la celulosa frente a una solución de CHNa al 17,5 %, a 20°C . y en ambiente desprovisto de O , se obtienen las , y celulosas; la primera es la fracción insoluble en el reactivo y la más importante textilmente; la segunda se disuelve, pero se reprecipita por acidulación de la solución alcalina; la tercera forma el grupo de las celulosas compuestas que permanecen en solución.-

Estas diferencias se deben a la variación de la longitud de la cadena molecular como también a la inclusión de hemicelulosas como el xilano.-

El algodón contiene 98 % más o menos de α -celulosa, en la madera el contenido es muy bajo, pero posee mayor contenido en

β y γ celulosa.-

Dosaje de -celulosa.-

1 gr. de celulosa en un vaso de precipitados se trata con 10 ml. de OHNa al 17,5 %, libre de CO_3Na_2 ; se deja actuar 5 minutos se marca con varilla de punta achatada 10 minutos agregando simultaneamente porciones de 4 ml., 4 veces de OHNa al 17,5 % y a 20° C., dejando actuar 30 minutos completándose un total de 45 minutos de maceración.-

Se filtra con crisol de placa filtrante y se lava con 250 ml. de agua destilada, se desconecta el vacío y se deja actuar durante 15 m. 15 ml. de ácido acético al 10 %, se filtra y se lava con agua destilada hasta reacción neutra de tornasol, se seca a 105° C. y se pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso celulosa} \cdot 100}{\text{peso celulosa}} = \% \text{ celulosa}$$

$$\frac{0,8484 \text{ gr.} \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 84,84 \% \text{ celulosa}$$

Holocelulosa:

Es la fracción que se obtiene tratando la fibra alternadamente con Cl_2 y alcohol-piridina o de Cl_2 y alcohol de 95° conteniendo un 3 % de monoetanolamina. Estos métodos deslignifican la fibra sin extraerles los carbohidratos, por tanto la holocelulosa sería la parte no lignificada de la membrana celular, com

prendiendo los polisacáridos y los grupos de sustitución; metoxil, acetil y carboxil.-

Dosaje de holocelulosa:

Según Van Beckum y Ritter, no se destruye la hemicelulosa, si la materia prima se halla seca y se emplea un solvente de lignina degradada no acuoso, que no provoque la hidrólisis: la monoetanolamina.-

Reactivos:

Solución al 3 % de monoetanolamina en alcohol de 90°, preparado a 75° C.-

Técnica:

Se trata la fibra finamente dividida con solventes orgánicos, (alcohol, benceno), luego con agua caliente durante 3 hs.- Se seca al aire y 2 gr. de este aserrín de humedad conocida se clorura lentamente con suave succión, mediante Cl_2 pasado por un embudo invertido sobre el crisol adaptado a un frasco de succión, manteniéndolo frío con agua helada. Se agita el aserrín, se repite el tratamiento con Cl_2 2 minutos. El Cl_2 y HCl producido se eliminan por lavado con alcohol. Se hace vacío y se lo interrumpe vertiendo sobre la fibra suficiente solución caliente de monoetanolamina, hasta cubrirla, dejándola 2 m. y se eliminan los disolventes por succión. Se repite el tratamiento, se lava 2 veces con alcohol de 95 ° y con agua destilada. Debe cuidarse que la monoetanolamina no esté en contacto con el agua para evitar su hidrólisis.

La humedad en exceso se elimina al vacío. Los tratamientos combinados de Cl_2 y de solvente se repiten hasta que el residuo que de blanco después de la cloración y no se coloree al tratarlo con alcohol-monoetanolamina. Se lava 2 veces con alcohol, 2 con agua fría, otra vez con alcohol hasta la reacción neutra al tornasol y finalmente con éter, se seca al aire, luego a 105° , y se pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso holocelulosa} \cdot 100}{\text{peso fibra}} = \% \text{ holocelulosa}$$

$$\frac{1,654 \text{ gr.} \times 100}{2 \text{ gr.}} = 82,70 \% \text{ holocelulosa}$$

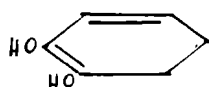
Lignina:

Es un producto de transformación de la celulosa que conserva la forma de ésta y endurece sus membranas. Las fibras de celulosa lignificadas se unen entre sí por medio de la xilana o goma de madera, constituye el material cementicio, confiriendo al tallo su fuerza y rigidez.-

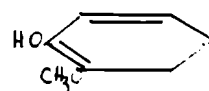
Su separación y purificación de la celulosa resulta muy difícil, de ahí que su constitución sea conocida parcialmente; parece ser un producto de polimerización de unidades derivadas del fenilpropano. Es un compuesto aromático formado por C, H, y O. Su peso molecular se estima entre 3.900 a 4.000. No posee estructura cristalina en el análisis con rayos X.-

Contiene grupos fenólicos y metoxilos, éstos varían según

el origen de la lignina. Los grupos OH se identifican por acetilación o metilación, hallándose los siempre en relación estequiométrica. Contribuye a la formación de alcohol metílico, ácido acético, alquitranes y carbón vegetal en la destilación de la madera. Su carácter aromático se manifiesta en la fusión alcalina, pues da ácido protocatéquico y por destilación con polvo de Zn da guayacol y propil-guayacol.-



ácido proto-catéquico



guayacol

Freudenberg cree que la lignina es un polímero del alcohol conifenílico: donde n oscila alrededor de 12.-

Dosaje de lignina:

No hay métodos exactos, pudiendo ser directos e indirectos.

Métodos directos:

La materia prima debe pulverizarse hasta forma de aserrín, debiendo estar completamente seca si se usan ácidos concentrados como SO_4H_2 y FH anhidro. Respecto a un tratamiento previo con agua, ácidos débiles o solventes orgánicos, Harris y Mitchell objetan una disolución parcial importante de la lignina. En cambio Schwalbg, lo considera útil a fin de extraer grasas, ceras y parafinas.-

Sieber, limita la extracción con solventes orgánicos, que

sin atacar la lignina, eliminan las ceras, resinas y parafinas, pero no indica qué solventes son los más convenientes. Durante la reacción, para verificar la existencia de azúcares simples, provenientes de la hidrólisis celulósica se determinan dextrinas, añadiendo una gota de líquido ácido a un tubo con agua; la turbiedad blanquecina indica que la hidrólisis no es completa; el fin de la hidrólisis se comprueba haciendo hervir una parte alícuosa con licor de Fehling o al microscopio con yodocloruro de Zn.-

a) Métodos al SO_4H_2 :

El método de Klason, dá buenos resultados; la madera finamente dividida se extrae con mezcla de alcohol y benceno en partes iguales. Se lava con alcohol y luego con agua caliente. Se deja 48 hs. en SO_4H_2 al 72 % (50 cc. de ácido para 2 gr. de fibra), luego se vuelca en un vaso de precipitados con 50cc. de agua y se lleva a ebullición. Se decanta, se lava por decantación hasta eliminar sulfatos, se filtra y se seca.-

Se comprobó que la acción prolongada del ácido, evita la formación de hidratos de carbono y otras sustancias, dando un valor alto en lignina. Además la disolución en frío puede dejar dextrinas que dificultan la filtración y falsean los resultados. El período de ebullición más conveniente es de 2 hs.-

Los métodos más usados en la práctica son los de U.S. Forest Products Laboratory de Noll y de Hägglund.-

Métodos al HCl.:

Son muy usados para extraer la lignina, pero son poco usados para su dosaje por no dar valores comprobables, si no se mantienen estrictamente las condiciones operatorias, especialmente la temperatura. Por lo general se opera en frío, con ácido concentrado o gaseoso. Willstätter y Zechmeister tratan el aserrín de madera previamente desencerado, con HCl, al 39,9 % durante 28 hs. a 22° C. (40 ml. de ácido para 3 gr. de aserrín seco). Pasadas las primeras 4 hs. se agrega un poco de hielo para evitar el calor excesivo; terminada la operación, (se controla al microscopio) se diluye con agua fría, obteniéndose un líquido poco coloreado. La lignina queda en suspensión. Se filtra, se lava con HCl y con agua conteniendo un poco de soda que disocia el cloruro de lignina que pudiera haberse formado, por último con agua pura. Esta técnica ha sido muy modificada por diversos autores.-

Métodos de dosaje indirectos:

a) Dosaje de metoxilos.-

Puede hacerse por transformación en yoduro de metilo por medio del HI ó al estado de alcohol metílico por destilación en presencia de SO_4H_2 al 72 %, en ambos casos el ataque directo de la madera dan los metoxilos provenientes de la lignina y de otros constituyentes especialmente las pectinas. Estos últimos se eliminan en forma de alcohol metílico al tratar la materia

prima previamente con soda al 10 %. Se dosan por tanto los metoxilos de la lignina en el residuo anterior o bien se hace el ataque con soda por una parte y con SO_4H_2 y HI por otra, calculando por diferencia el resultado final.-

Método al HI:

Por medio del HI fumante (D:1,7) los metoxilos se transforman en caliente en ICH_3 , según la siguiente reacción: $\text{R-OCH}_3 + \text{HI} \rightarrow \text{R-OH} + \text{ICH}_3$.-

Se destila por arrastre con gas Cl_2 . El yoduro gaseoso que se desprende se recoge y se dosa por diversas técnicas. Benedict y Bamberger lo hacen burbujear en solución alcohólica de NO_3Ag ; dando un precipitado gris de yoduro de Ag que se filtra, lava y seca.-

b) Fijación de halógenos:

Tanto el Cl_2 como el Br_2 , permiten determinar lignina por su fijación en las maderas.-

Waentig y Kerewji, desenceran y humedecen la fibra con agua y le pasan una corriente lenta de Cl_2 hasta que la absorción total sea constante. El exceso de Cl_2 se elimina con una corriente de aire. El tenor en lignina se calcula multiplicando 0,71 por el peso de Cl_2 absorbido. En el método con Br_2 , éste se dosa por el desplazamiento del Br_2 por I_2 proveniente de una solución de IK que se titula con hiposulfito. La acción del Br_2 es por lo general lenta en las condiciones habituales, pero

en atmósfera enrarecida se logra con más rapidez valores más precisos, pues el Br_2 se fijaría únicamente sobre la lignina, no interfiriendo las ceras, resinas y parafinas existentes. Se puede suprimir la extracción con solventes orgánicos tratando la materia finamente dividida directamente.-

c) Método a la floroglucina:

Se dosa la lignina por la cantidad de floroglucina absorbida por la madera. Un volumen en exceso y conocido de floroglucina en HCl , con lignina produce un complejo no bien definido dosable. El exceso de reactivo se determina con aldehído fórmico, o con furfurool o con la p-nitroanilina diazotada. Si el HCl no contiene trazas de SO_4H_2 la reacción no marcha bien. La floroglucina ha sido reemplazada por la floroglucina-dimetiléter.-

Comparación de los métodos:

Dosaje directo:

Los métodos que usan SO_4H_2 dan valores concordantes, excepto el de Schwalber y Noll que dá valores muy bajos, no conociéndose el motivo. Los métodos al HCl , varían notablemente según los operadores; se ha demostrado que las ligninas clorhídricas son más impuras que las sulfúricas, dando por tanto valores más altos.-

Dosaje indirecto:

Son interesantes en ensayos en series en la industria y

como control de los métodos directos. Excepto los que determinan ácidos acético y fórmico; estos métodos dan datos solamente aproximados.-

Métodos empleados para dosar lignina.-

Método directo de la U.S. Forest Products Laboratory:

1) Reactivos:

SO_4H_2 al 72 %

2) Técnica:

Se pesan 1 ó 2 gr. de fibra finamente dividido y seca (tamiz malla 60 a 80) y se coloca en un crisol de alundum. Se seca a 105° C. hasta peso constante. Se extrae 4 hs. en Soxlet, con mezcla azeotrópica de alcohol y benzol, se extrae el disolvente por vacío, se lava con alcohol para separar el benzol y se añade 400 ml. de agua caliente sobre baño maría 3 hs. Se filtra, se lava con agua caliente y con alcohol y se seca. El residuo seco se pasa a un pesa filtro y se mezcla bien con 25 ml. de SO_4H_2 al 72 % a 20° y se mantiene 2 hs. a esa temperatura. Todo se pasa a un erlenmeyer y se agrega agua hasta diluir el ácido a 3 %. Se hierve a reflujo 4 hs. Se filtra por crisol de alundum tarado, se lava con agua hasta eliminar la acidez, se seca y se pesa. El contenido en lignina se calcula sobre mezcla seca; para corregir por ceniza se transporta a un crisol de platino, se calcina, se pesa y se resta el peso de cenizas obtenidas.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso lignina} \cdot 100}{\text{peso fibra}} = \% \text{ de lignina}$$

$$\frac{0,143 \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 14,30 \% \text{ de lignina}$$

Método de Noll: (directo)1) Reactivos:

a) Dimetilanilina pura.-

b) SO_4H_2 al 78 %.-2) Técnica:

Para pulpa no blanqueada se procede de la siguiente manera: se pesan 2 muestras de 1 gr. de fibra finamente pulverizada y extraída con alcohol y secada a 100°C . Una muestra se usa como testigo de la totalización de la hidrólisis. A cada muestra se agrega 5 ml. de dimetilanilina mezclando bien. A los 3m. ó 4m. se agregan 25 ml. de SO_4H_2 al 78 %, se agita 10 m. obteniéndose la hidrólisis. De la muestra testigo se toman 0,5 ml., se diluye con H_2O , se filtra y se agrega 20 veces su volumen de alcohol. Si la solución es clara, la hidrólisis es completa, en este caso la muestra usada se diluye para la determinación con 200 ml. de agua caliente, se hierve 5 m. se deja 1 hs. a baño maría y la lignina insoluble se filtra y se lava con agua caliente, se seca a 100°C . se pesa, se calcina y se corrige por ceniza. Para pulpa blanqueada se procede así: se pesan 2 muestras

de 3 gr. c/una y se tratan con 8 ml. de dimetilanilina y 35 ml. de SO_4H_2 al 78 %. Unos minutos después se colocan los vasos en un baño de 50°C . 45 minutos. Se ensaya sobre la muestra testigo si la hidrólisis es completa y de ser así se agregan 300 ml. de alcohol de 80 % en peso y se deja una hora a baño maría. Se filtra, se lava con alcohol, agua caliente, se seca 4 hs. a 100°C . se pesa, se calcina y se descuentan las cenizas.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso lignina} \cdot 100}{\text{peso fibra}} = \% \text{ de lignina}$$

$$\frac{0,182 \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 18,2 \% \text{ de lignina}$$

Pentosanos:

Su fórmula general es $(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_4)_n \cdot \text{H}_2\text{O}$. Se encuentran en las células vegetales lignificadas, y su contenido varía en primavera y en otoño.-

Dosaje: Se funda en la medición del furfural obtenido por ataques de HCl y IBr.- El método no es exacto por cuanto hay muchas sustancias en las maderas que no son pentosanos y que producen furfural. Además otras sustancias presentes en la materia prima se atacan dando aldehidos volátiles (metil furfurol, oximetil furfurol, aldehído fórmico) cuya separación del furfural es casi imposible. Hay sustancias como los nitratos que impiden la formación de furfural. El método dá una idea analítica convencional, pero ha sido objeto de diversas controversias y de

sucesivas modificaciones que no siempre han dado resultados reproducibles.-

Dosaje de furfural.-

Pueden ser gravimétricos, volumétricos o colorimétricos.

Los primeros: gravimétricos se basan en la precipitación del furfural de sus soluciones de NH_3 , fenilhidrazina, pirogalol, floroglucina, ácido barbitúrico y sus derivados. Sólo las dos últimas técnicas tienen importancia.-

Los métodos volumétricos se basan en el dosaje por reducción de licor de Fehling, por la Ag, hidroxilamina, fenilhidrazina, bisulfito, bromuro, bromato, etc.-

Los métodos colorimétricos: son los más rápidos, pero el único exacto es el que emplea el colorímetro de Fulfrich. Consiste en la medición de la intensidad del color rojo que produce el furfural con el acetato de anilina.-

Los métodos gravimétricos son muy específicos del furfural

Método de Launer y Wilson para dosaje de pentosanos:

Transforma los pentosanos en furfural por el HCl y dosa con bromuro-bromato volumetricamente, por fijación directa y por exceso. El método se basa en la fijación del Br_2 por el furfural. (El Br_2 se obtiene por la acción de un ácido sobre la mezcla de bromuro y bromato de K). El punto final de la reacción es muy difícil de determinar, dificultad que se evita usando un exceso de Br_2 titulando el remanente con IK, valorando el I_2 .

puesto en libertad con hiposulfito; por diferencia entre el ensayo real y el blanco se tiene el Br₂ fijado.-

Técnica.-

a) Transformación de pentosanos en furfural.-

1) Reactivos:

HCl al 12 %

2) Técnica:

Alrededor de 1 gr. de muestra finamente dividida, se coloca en un balón de destilación de 500 ml., sobre el que se coloca un embudo con 400 ml. de HCl al 12 %. Se dejan caer 100 ml. del ácido y se dejan caer los 300 ml. con la rapidez necesaria a fin de mantener el volumen de 100 ml. Un condensador enfriado con agua, comunica por medio de un adaptador a un frasco de reacción con tapón de vidrio, de 1 litro. El tiempo de destilación es de 100 minutos, siendo importante observar los tiempos y las cantidades.-

b) Dosaje de furfural.-

1) Reactivos:

Solución de bromato-bromuro N/5 (5,57 gr. de bromato de K y 50 gr. BrK por litro).-

Solución de IK al 10 %.-

Solución de 0,1N de hiposulfito de Na puro, cristalizado con 5H₂O.-

Almidón.-

Solución de HCl al 12 % (53 ml. de HCl puro de 21° Be en 100 ml. de agua pura).-

2) Técnica:

El destilado proveniente de los pentosanos se diluye en 50ml. de agua y 250 gr. de hielo puro triturado. Cuando la temperatura llega a - 2° C. - 0° C. se añaden 20 ml. de solución bromuro-bromato, agitando suavemente. Se cierra el frasco de reacción y se agita bien. A los 5 m. se agregan 10 ml. de la solución de IK. Se agita nuevamente para absorber los vapores de bromuro, el I₂ libre se titula con la solución de hiposulfito usando el almidón como indicador.-

El ensayo se efectúa diluyendo 270 ml. de HCl al 12 % a un volumen de 350 ml., agregando hielo, bromato-bromuro y IK y titulando con hiposulfito.-

Cálculo del contenido en pentosano:

$$\text{Pentosano } \% = 1,03 \frac{6,60 \times N (V_2 - V_1) - C}{P}$$

C: Material volátil separado de la celulosa durante la destilación. Es 0,9 para 300 ml. de destilado.-

N: Normalidad de la solución de tiosulfato.-

V₂: Volumen de tiosulfato gastado en el blanco.-

V₁: " " " " " la titulación después de la oxidación.-

P: Peso de la muestra corregida de humedad.-

1,03: Factor de corrección debido a la pérdida de furfural en la destilación.-

6,60: Es el producto de $\frac{100 \cdot 0,048}{0,727}$ en donde, 0,048 es el peso de furfural en gr. correspondiente a 1 ml. de solución de hiposulfito N.-

0,727: Factor de corrección de pentosanos a furfural.-

Peso fibra húmeda: 1 gr.-

" " corregida de humedad: 0,9720 gr.

Volúmen de tiosulfato N gastado para el ensayo en blanco: $\frac{35,20}{10}$ ml.-

Volúmen de tiosulfato N gastado para titular la solución: $\frac{26,09}{10}$ ml.-

$$\text{Pentosanos} = 1,03 \frac{6,60 \times \frac{1}{10} (35,20 - 26,09)}{0,9720} - 0,9 = 5,47 \%$$

Pectinas:

Se llaman sustancias pécticas a un conjunto de hidratos de carbono coloidales que confieren la viscosidad típica de los jugos de las plantas y contribuyen a mantener unidas las partes carnosas de los frutos y raíces. El componente principal de las pectinas es el ácido péctico. Son insolubles en H₂O, pero se hinchan en ella y hervidas se desdoblán en arabinosa y sales de Ca y Mg del ácido pectínico. La hidrólisis completa de éste, produce a su vez 65 % de ácido galacturónico, 11 % de arabinosa, 13 % de galactosa, 6 % de alcohol metílico y 11 % de ácido acé-

tico.-

El ácido pectínico forma jaleas, con el azúcar con los ácidos y con los iones metálicos. Su peso molecular varía entre 10.000 y 180.000. Lo forman largas cadenas de unidades de ácido, anhidro-galacturónico, soldadas en 1-4 por uniones a glucosídicas.-

Es un polímero del ácido galacturónico, esterificado parcialmente con alcohol metílico. Las sustancias pécticas en las maderas van acompañadas de hemicelulosa y almidón en cantidades variables.-

Dosaje de pectina:

Existen métodos directos e indirectos.-

En el método indirecto se determinan componentes de las pectinas como el ácido galacturónico y el alcohol metílico. Ambos métodos no son seguros por no ser elementos exclusivos de las pectinas, pues se los halla en otros componentes de la madera especialmente en las hemicelulosas.-

Los directos extraen las pectinas en forma de sales de Ca.

Extrayendo en agua se obtiene la pectina A, extrayendo en HClN/20 la pectina B y la pectina C, se extrae con NH₃ al 5 %.-

Método de Anderson directo para dosaje.-

1) Extracción de pectina.-

Se eliminan las ceras, resinas y parafinas tratando la fibra 2 veces con acetona y alcohol caliente. Inmediatamente se

trata 3 veces con agua a 97° C. durante 3 horas. Los extractos acuosos se mezclan y se añade solución de Cl_2Ca al 10 %. La pectina A se precipita por el agregado de 3 volúmenes de alcohol. Se filtra y se lava con agua. El residuo de la extracción, se trata 2 veces con $\text{HClN}/20$, durante 2 hs. en baño de vapor hirviente. Se filtra y lava con agua. Dicha solución se lleva a medio ligeramente alcalino con NH_3 , luego a acidez débil con ácido acético. Se agrega solución de Cl_2Ca al 10 %.- Se precipitan las pectinas B por agregado de alcohol de la misma manera que se precipitaron las pectinas A.-

2) Pectinas: su purificación.-

Las pectinas A y B son calentadas a 85° C. en baño de vapor con 50 veces su peso de HCl al 1 % hasta que la reacción de almidón (3 hs. aproximadamente) dé negativo. Se filtra y precipitan los ácidos pécticos A y B por alcohol.-

Se disuelven en (amoníaco) NH_3 al 3 % y agrega 1 % de soda. Se deja reposar 1 hora el HCl lo acidifica al 1 % y precipita por alcohol. Se centrifuga y lava con alcohol. Nuevamente se disuelve el precipitado lavando con amoníaco diluido. Ligeramente se acidifica con ácido acético y se precipitan finalmente las pectinas bajo forma de pectatos de calcio, con solución al 10 % de cloruro de Ca. Se filtra y lava con H_2O caliente, hasta obtener reacción negativa de cloruros.-

3) Análisis de pectatos:

Sobre los precipitados obtenidos y sobre cada uno de ellos se dosa el tenor de Ca.-

Resultado Obtenido:

No detectable.-

Acido oxálico.-

En la naturaleza existe al estado de sal cálcica, insoluble; existe en las paredes celulares y en el interior de las mismas, en algas, líquenes, helechos, hongos. Se halla en planta superiores, la sal sódica en las salicornias y las de magnesio en las hojas de las gramíneas.-

El ácido oxálico como los oxalatos tiene un rol importante en la fisiología vegetal.-

Dosaje de ácido oxálico, método empleado:

Método gravimétrico de Bau: precipitándolo como oxalato de Ca.-

1) Reactivos:

Solución de acetato de Ca: en H₂O caliente se disuelve 330 gr. de C₂H₃O₂Na₃H₂O. Se enfría y diluye a 500 ml. (solución a). Se disuelven 25 gr. de Cl₂Ca y lleva a 500 ml. con anhídrido acético al 50 % (solución b). Se mezcla a y b y deja en reposo durante 48 hs. a 7° C. más o menos. Se filtra.-

2) Técnica:

La solución para determinar el ácido oxálico libre de combinado se realiza haciendo una maceración en H₂O ó en HCl diluido en atmósfera de CO₂.-

Como el ácido tartárico tiene una acción perturbadora, se trata la solución que no contenga más de 0,2 % de ácido oxálico con 1/4 de mol. de ácido bórico por mol. de ácido tartárico.-

Se precipita el oxalato de Ca, añadiendo 1/5 de su volumen de la solución de acetato de Ca, se deja reposar a 7° C. en una heladera durante 38 ó 48 hs. Se filtra, se lava el precipitado hasta la desaparición del Cl. Se seca, calienta y pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso OCa} \cdot 1,604}{\text{Peso fibra}} 100 = \% \text{ oxálico}$$

Oxálico: no detectable.-

Extracción con solventes orgánicos:

Se separan grasa, ceras y resinas.-

Extracto etéreo: 0,92 %

Extracto en alcohol-benzol: 2,9 %

Humedad:

Se pesan 1 ó 2 gr. de fibra, se seca en estufa a 105° C. hasta peso constante.-

Cálculo:

$$\frac{(\text{Peso fibra húmeda} - \text{Peso fibra seca})}{\text{Peso fibra húmeda}} \cdot 100 = \% \text{ humedad}$$

$$(1-0,9636)\text{gr} \cdot 100 = 3,64 \% \text{ humedad}$$

Cenizas:

3 ó 4 gr. de fibra se incineran, secada antes en estufa, en crisol de Pt tarado, sobre llama en mechero de Bunsen, hasta lle

gar a carbón. Hay que tener especial cuidado que no se inflame la fibra, por provocar pérdidas de cenizas, debido a fuertes corrientes de convección. El crisol se pone en horno eléctrico, al rojo, hasta la combustión completa del carbón, en caso de no quemar bien el carbón, se agrega en frío, cantidades mínimas de NO_3NH_4 ó H_2O_2 al 3 % para facilitar la combustión, se enfría en desecador y pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso ceniza}}{\text{Peso fibra}} \cdot 100 = \% \text{ ceniza}$$

$$\frac{0,0555}{3 \text{ gr.}} \cdot 100 = 1,85 \% \text{ ceniza}$$

Cuadro de valores de las determinaciones efectuadas

Celulosa (%): Norman y Jenkins: 60,00 %.-

Kurschner y Hofer: 53,00 %.-

Método de transformación de holo-celulosa: 58,7 %.-

Alfa celulosa: (% en celulosa): 84,84 %.-

Holo-celulosa (%): 82,70 %.-

Lignina (%): U.S.Products Laboratory: 14,30 %.-

Noll: 18,2 %.-

Pentosanos (%): Lamur y Wilson: 5,47 %.-

Pectinas (%): Método de Anderson: no detectable.-

Metoxilos (%): Benedict y Bamberger: 0,0132 % en fibra.-

Oxálico (%): Método de Bau: no detectable.-

Grasas, ceras y resinas (%): (extracto en alcohol-benzol): 2,9%

Humedad (%): 3,64 %.-

Cenizas (%): 1,85 %.-

Los valores que figuran corresponden a los promedios de varias determinaciones.-

Análisis de las cenizas:

Se realizan por los métodos ya conocidos de la química mineral, aplicado al residuo de la calcinación de una cantidad suficiente de fibra.-

Carbón y silicatos insolubles:

1 gr. de ceniza con HCl al 10 % se hierve unos minutos y se filtra el silicato y carbón insoluble en crisol de Gooch. Se lava con H₂O caliente y se seca a 110° C. hasta peso constante. Se calcina hasta eliminar totalmente el carbón y se pesa, así se tiene el peso de los silicatos insolubles, el carbón está dado por la diferencia.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso silicato} \cdot 100}{\text{peso ceniza}} = \% \text{ silicatos}$$

$$\frac{0.078 \text{ gr.} \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 7,8 \% \text{ silicatos insolubles}$$

carbón: negativo.-

Silíceos:

El filtrado anterior se evapora a sequedad en cápsula de Pt a baño maría. Se aumenta la temperatura por flameado de la cápsula sin que llegue al rojo. Se humedecen las sales con HCl, se deja en reposo unos minutos. Se revuelve con varias porciones de H₂O caliente, decantando cada porción sobre un filtro que no deje cenizas. Cuando ya nada más permanece sin disolver, se lleva la sílice al filtro, se lava con agua caliente, se se-

ca, se calcina en crisol de Pt, y se pesa.-

Cálculos:

$$\frac{\text{Peso SiO}_2}{\text{Peso ceniza}} \cdot 100 = \% \text{ de sílice}$$

$$\frac{0,104}{1 \text{ gr.}} \cdot 100 = 10,4 \% \text{ SiO}_2$$

Hierro y Aluminio:

El filtrado proveniente de la determinación de sílice se trata con HONH_4 , agitando hasta formar un precipitado, no agregar exceso de reactivo. Se agrega HCl. hasta aclarar la solución. Se calienta a baño maría a 50° , se añade solución de acetato de amonio hasta producir un precipitado, luego se añade un ligero exceso y enseguida se adicionan 4 ml. de ácido acético glacial.-

El calentamiento a 50° C. se continúa hasta tener un precipitado más bien escaso de mezcla de Fe y AL.- Se filtra por papel que no dé cenizas, se lava con H_2O caliente, se seca y se calcina en crisol de Pt. a temperatura moderada.-

Cálculo:

Como el porcentaje de alúmina calculado para las cenizas es por lo general inferior al 0,1 %, es más exacto calcular el peso de óxido de hierro, multiplicando el peso de los fosfatos mezclados por 0,53 (factor de conversión de PO_4Fe a Fe_2O_3) pasando por alto la alúmina.-

Cálculo:

$$\text{Peso } \text{PO}_4\text{Fe. } 0,53 \cdot 100 = \% \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

$$0,019 \cdot 0,53 \cdot 100 = 1,00 \% \text{ de } \text{Fe}_2\text{O}_3$$

Calcio:

Se lo obtiene precipitándolo como oxalato de calcio.-

El filtrado proveniente de los fosfatos mezclados, acidificado con ácido es añadido de un exceso de solución de acetato de amonio. Se calienta a 50° C. y se deja una noche.- Se filtra por papel que no produzca ceniza. Se lava con H₂O caliente y se calcina elevando la temperatura gradualmente hasta el rojo, luego en mufla para transformar el CO₃Ca en OCa. Se enfría en desecador sobre SO₄H₂ y se pesa.-

$$\text{Peso OCa} \cdot 100 = \% \text{ OCa}$$

$$0,125 \text{ gr} \cdot 100 = 12,5 \% \text{ OCa}$$

Magnesio:

Se lo obtiene como fosfato amónico magnésico. Después de precipitar el oxalato de Ca, se añade HONH₄ al filtrado, agitando hasta reacción alcalina. Se agrega un pequeño exceso - igual a la décima parte del volumen final. Se deja 3 hs. y se filtra por crisol de Gooch. El precipitado se lava con HONH₄ al 4 %. Se seca, se calcina y se pesa el pirofosfato de magnesio obtenido.-

Cálculo:

$$\text{Peso } \text{P}_2\text{O}_7\text{Mg}_2 \cdot 0,3623 \cdot 100 = \% \text{ OMg}$$

$$0,0398 \cdot 0,3623 \cdot 100 = 14,37 \% \text{ OMg}$$

Cloro:

Se precipita como cloruro de Ag. a 1 gr. de ceniza se añade NO_3H (1:1). Se agitan y se agrega NO_3Ag ; se calienta casi a ebullición con agitación continua, se filtra por crisol de Gooch. Se lava con H_2O caliente, se seca y calcina, sin llegar al rojo, se pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso ClAg. } 0,2474 \cdot 100}{\text{Peso ceniza}} = \% \text{ Cl}_2$$

$$\frac{0,050 \text{ gr. } 0,2474 \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 1,24 \% \text{ Cl}_2$$

Azufre:

Se precipita como sulfato de Ba . Se disuelve 1 gr. de ceniza en HCl al 10 %, se filtra y se lava. Se evapora a sequedad, se añade HCl y se separa la sílice en la forma y indicada. El filtrado se recoge en cápsula y se evapora hasta pequeño volumen. Se añade agua caliente y se pasa a un vaso de precipitados diluyendo a 50 - 70 ml. Se lleva a ebullición y se deja caer Cl_2Ba gota a gota en ligero exceso. Se deja una noche, se filtra por papel de filtro que no deje cenizas, se seca, calcina y pesa.-

Cálculo:

$$\frac{\text{Peso } \text{SO}_4\text{Ba} \cdot 0,3430 \cdot 100}{\text{Peso ceniza}} = \% \text{ SO}_3$$

$$\frac{0,141 \text{ gr. } 0,343 \cdot 100}{1 \text{ gr.}} = 4,83 \% \text{ SO}_3$$

Sodio y Potasio:

El filtrado proveniente de la separación del SO_4B_a se lleva a ebullición, añadiendo $(\text{OH})_2\text{B}_a$ hasta total precipitación. Se filtra y lava el precipitado con agua caliente. El precipitado contiene Fe, Al, Ca, Mg y P. El filtrado se lleva a ebullición, se añade solución $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$ hasta completa precipitación. Se filtra y lava con agua caliente. El filtrado se evapora hasta sequedad y se calcina sin llegar al rojo, para eliminar las sales de amonio, se disuelve el residuo en un poco de agua caliente. Se ensaya con unas gotas de solución de $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$.

Si el precipitado es insignificante, se filtra por papel de filtro pequeño y el filtrado se recoge en una cápsula tarada. Se evapora a sequedad para eliminar las sales de amonio. Se enfría en desecador y se pesa la mezcla de los cloruros de Na y K. Si al hacer el ensayo con $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$ se forma un precipitado considerable, se filtra, se evapora el filtrado y se calcina. Se disuelve el residuo en H_2O y se repiten las precipitaciones sucesivas con $(\text{OH})_2\text{B}_a$ y $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$ evitando un exceso de los reactivos. Se filtra por papel de filtro pequeño y el filtrado se recoge en cápsula tarada y se procede como antes. El K. se determina por el método gravimétrico de Schlossing y Wense con perclorato, que se base en la insolubilidad del ClO_4K en etanol al 97 % y solución del ClO_4Na .

La mezcla de los cloruros se disuelve en 20 ml. de H_2O ca-

liente, se añade 5 ml. de ClO_4H al 20 % y se evapora cuidadosamente hasta separación de las sales. El residuo se disuelve en 10 ml. de agua caliente y se añade 5 ml. de ClO_4H . Se evapora a sequedad en baño de arena, si es necesario se repite este último tratamiento hasta que en la evaporación se formen humos densos provenientes del ácido. Se enfría a unos 15°C . y se añaden 20 ml. de una solución al 0,2 % de ClO_4H en etanol al 97 % saturada con ClO_4K : solución de lavado. Se agita para disolver el ClO_4N_a . Se rompe el precipitado de ClO_4K , y se deja en reposo 30 m. en baño de agua helada, se decanta en crisol de Gooch tarado. Se lava 3 veces con porciones de solución para lavado, se seca 1 hs. a 130°C . y se pesa.-

Cálculo:

$$\text{ClO}_4\text{K} \cdot 0,3399 \cdot 100 = \% \text{ de OK}_2$$

$$0,450 \text{ gr} \cdot 0,3399 \cdot 100 = 15,30 \% \text{ de OK}_2$$

$$\text{ClO}_4\text{K} \cdot 0,538 = \text{ClK}$$

$$0,450 \text{ gr} \cdot 0,538 = 0,2421 \text{ gr. ClK}$$

$$(\text{ClNaClK}) - \text{ClK} = \text{ClN}_a$$

$$0,3700 \text{ gr.} - 0,2421 = 0,1279 \text{ gr. ClN}_a$$

$$\text{ClNa} \cdot 0,5303 \cdot 100 = \% \text{ ONa}_2$$

$$0,1279 \cdot 0,5303 \cdot 100 = 6,77 \% \text{ ONa}_2$$

Fósforo:

Para determinarlo gravimétricamente, se lo precipita con fosfato de amonio y magnesio. Se humedece en una cápsula de porcela-

na, 5 a 10 gr. de muestra secada al aire con 10 ml. de solución de $(\text{NO}_3)_2\text{Mg}$ se seca y calcina. Se hierve el residuo con ClH al 10 %. Se filtra, lava y añade OHNH_4 hasta formar un precipitado estable; se agregan unas gotas de NO_3H para disolver el precipitado y 15 gr. de NO_3NH_4 cristalizado. Se agita hasta la disolución del nitrato y calienta la solución a ebullición. El P se precipita al añadir a la solución un exceso de solución de molibdato. Mientras está caliente, se agregan unos pocos ml. de solución de molibdato, añadiendo más si fuera necesario. Se deja sedimentar el precipitado de fosfomolibdato de amonio durante una hora, filtra y lava con agua fría. Se disuelve el precipitado con HONH_4 (1:9) y lava con agua caliente. Se neutraliza con ClH . Se enfría y agrega un exceso de mixtura magnesia, gota a gota y agitando. Se incorpora HONH_4 hasta 1/10 del volumen final. Después de 3 hs. se filtra por crisol de Gooch, se lava con solución de HONH_4 (1:9), seca y calcina, hasta llegar al rojo, se mantiene así 5 m. Se enfría y pesa.-

$$\frac{\text{Peso } \text{P}_{207}\text{Mg}_2 \cdot 0,6379 \cdot 100}{\text{Peso fibra}} = \text{P}_{205} \%$$

$$\frac{0,008 \cdot 0,6379 \cdot 100}{5 \text{ gr.}} = 0,10 \% \text{ P}_{205} \text{ en fibra}$$

$$\frac{0,10 \cdot 100}{1,85} = 5,40 \% \text{ P}_{205} \text{ en ceniza}$$

Es directo este método en el sentido de que el ácido fosfórico se determina directamente en la muestra pesada y calcinada,

sin necesidad de pesar las cenizas; es indirecto en el sentido de que el ácido fosfórico es en primer término precipitado como fosfomolibdato y no directamente como fosfato de amonio y Mg. Es método oficial.-

Preparación de los reactivos.-

Solución de $(\text{NO}_3)_2\text{Mg}$: Disolver 15 gr. de OMg en un ligero exceso de $\text{HNO}_3(1:1)$ añadir OMg en exceso, se calienta a ebullición, filtra y diluye a 100 ml.-

Solución de molibdato: Disolver 100 gr. de $\text{MoO}_4\text{H}_2\text{H}_2\text{O}$ en una mezcla de 144 ml. de ONH_4 y 271 ml. de H_2O y verter lentamente y agitando esta mezcla sobre otra constituida por 489 ml. de HNO_3 y 1.148 ml. de H_2O . Dejar todo en reposo en lugar templado durante varios días y decantar.-

Mixtura magnesiaca: Disolver en 130 ml. de H_2O , 11 gr. de $\text{Cl}_2\text{Mg}.6\text{H}_2\text{O}$ cristalizado y 28 gr. de ClNH_4 . Agregar 27 ml. de HONH_4 y diluir a 200 ml. Dejar en reposo durante un día.-

Cobre:

El método de Biazzo sirve para determinarlo colorimétricamente, con piridina-tiocianato. Se calcinan 5 gr. de muestra, se disuelve en HCl al 50 % y evapora en baño maría. Se añade H_2O y se lleva a un embudo de decantación. Se diluye hasta 20 ml. aproximadamente y se agrega solución de HONa hasta reacción alcalina a la fenolftaleína.- Se acidifica con ácido y luego se incorporan unas gotas de solución concentrada de tiocianato de pota-

sio y un poco de piridina. La mezcla se extrae con 5 ml. de cloroformo y compra el color de la solución clorofórmica con el de una solución valorada de SO_4Cu tratada en igual forma.-

Resultado obtenido:

No contiene.-

Manganeso:

Se dosa colorimétricamente previa oxidación a permanganato con bismutato, persulfato o periodato.-

El método colorimétrico con bismutato: como agente de oxidación se usa el bismutato de sodio.-

La fibra se calcina y disuelve en SO_4H_2 , al que se le ha añadido HNO_3 , repitiendo la operación si fuera necesario. Se calienta a ebullición la solución obtenida con SO_4H_2 diluido y se agrega 0,02 a 0,5 gr. de bismutato de sodio, se continúa el hervido hasta la total revelación del color.-

Colorimetricamente se compra con solución valorada de Mn, preparada en igual forma, y que contenga más o menos la misma cantidad de Mn. Es conveniente preparar dos soluciones valoradas de Mn, una más concentrada, y otra menos que la muestra problema y verter la primera sobre la segunda hasta la obtención de la muestra.-

Resultado obtenido:

% Mn: 0,47

Alcalinidad de las cenizas.-

Su determinación se efectúa disolviendo las cenizas en exceso de ácido y titulando luego el exceso con álcali.-

Se seca en estufa a 110° C., 2 gr. de fibra y reduce a cenizas.-

Se trata con 10 ml. de $\text{SO}_4\text{H}_2\text{N}/10$. Se cubre con vidrio de reloj y calienta durante una hora en baño de vapor. Se traslada a un erlenmeyer de 125 ml., se añade 60 ml. de H_2O destilada y unas gotas de rojo de medio al 0,2 %. Se titula con $\text{OHNaN}/10$.-

Cálculo:

Volumen corregido de $\text{SO}_4\text{H}_2\text{N}/10$: 10,02 ml.

" " " $\text{HONaN}/10$: 6,82 ml.

$10,02 - 6,82 = 3,2$: ml. de $\text{SO}_4\text{H}_2\text{N}/10$ gastados para

CO_3^- Factor de CO_3^- 0,003 (1ml. de $\text{SO}_4\text{H}_2\text{N}/10$ se emplean para valorar 0,003 gr. de CO_3^-)

$\frac{3,2 \cdot 0,003 \cdot 100}{2} = 0,48$ gr. de CO_3^- % fibra

Cenizas %: 1,85

$\frac{0,48 \cdot 100}{1,85} = 26,19$ gr. de CO_3^- % de cenizas

$26,19 \cdot 0,733 = 19,19$ gr. CO_2 % cenizas

Composición química de las cenizas:

Silicatos insolubles: 7,8 %

Carbón: no contiene

Sílice: 10,4 %

O_3Fe_2 : 1,00 %

| | |
|---------------------------------|---------------|
| O_3Al_2 : | no detectable |
| OCa: | 12,5 % |
| OMg: | 14,37 % |
| Cl ₂ : | 1,24 % |
| SO ₃ : | 4,83 % |
| OK ₂ : | 15,30 % |
| ONa ₂ : | 6,77 % |
| P ₂ O ₅ : | 5,40 % |
| OCu: | no contiene |
| OMn: | 0,47 % |
| CO ₂ : | 19,19 % |

Estudio microscópico:

Para la identificación de la estructura morfológica de las fibras textiles, el procedimiento más eficaz consiste en el uso del microscopio.-

Cuando se utilizan fibras brutas, previamente deben limpiarse por un tratamiento de soda cáustica al 1 % en ebullición, seguido de un lavado con agua. Para observar las fibras según su sección longitudinal se limpian las fibras, se toman los filamentos y se colocan en un portaobjeto, de manera que las fibrillas principales queden debidamente separadas. Sobre la preparación se vierten unas gotas de bálsamo del Canadá y se tapa con el cubreobjeto.-

Para la observación de la sección transversal de las fibras,

se reúnen varias de la misma especie formando un pequeño manojito de hilos paralelos que se impregnan en una solución de goma adicionada en glicerina y cola para aglutinar los filamentos, que quedan rígidos después de secos.-

El haz se aprisiona entre dos semicírculos de corcho y se cortan láminas sumamente delgadas con un micrótopo.-

La fibra en estudio presenta las características siguientes: estrías longitudinales, diámetro exterior uniforme, fibra cilíndrica. No se efectuaron medidas del diámetro de la fibra debido a que éstas pueden subdividirse mecánicamente a su vez en fibras cada vez más finas, microscópicamente parece ser posible una ulterior división. La fibra está constituida por un conjunto de fibrillas.-

Reacciones microquímicas:

La acción de los diversos reactivos químicos, que se usan en el reconocimiento de fibras pueden observarse mejor a través del microscopio.-

1) Tratamiento con solución sulfúrica de I₂. (Reactivo de Veilard).-

Preparación del reactivo:

Solución a) Un gramo de IK se disuelve en 100 ml. de H₂O destilada, y se agrega un exceso de I₂ en cristales hasta que parte de éste quede en el fondo del frasco (la solución se agita de vez en cuando).-

Solución b). A dos de glicerina purísima, se agrega un volumen de agua y poco a poco y enfriando, 3 volúmenes de ácido sulfúrico. La fibra a ensayar se toca primero con una de las soluciones y luego con la otra, no interesa el orden de su empleo. Un filamento de fibra se coloca sobre el portaobjeto y se añaden unas gotas de la solución (a) y el exceso de líquido se absorbe con papel de filtro. Se añaden unas gotas de solución (b). Se coloca el cubre y se observa al microscopio.-

Este reactivo tiñe el azul de las celulosas más puras.-

La fibra en estudio se tiñe de color pardo negruzco.-

2) Tratamiento con iodo-cloruro de cinc.-

Preparación del reactivo:

Solución a). Se disuelven 4,2 gr. de IK y 0,2 gr. de I_2 en 100 ml. de agua. Soluci'

Solución b). Se disuelven 40 gr. de Cl_2Zn seco en 200 ml. de agua. Se mezcla a y b. Se deja en reposo y decanta la solución que debe estar en frasco hermeticamente cerrado y al abrigo de la luz. Al frasco cerrado, conviene añadir unos cristales de I_2 . La fibra se impregna con el reactivo y se observa al microscopio. Las celulosas puras como algodón y lino, toman color violáceo y de amarillo las fibras lignificadas.-

La fibra en estudio se colorea de amarillo pardusco.-

3) Tratamiento con solución alcohólica de floroglucina al 10 % acidificada de HCl.-

Sobre la fibra se aplica durante unos minutos unas gotas del reactivo y luego unas gotas de HCl.-

Las fibras lignificadas se colorean de rojo violáceo, las que tienen un poco de lignina adquieren un ligero color rosado y las celulosas puras permanecen blancas.-

La fibra con este reactivo, reacciona muy debilmente hacia el amarillo.-

4) Tratamiento con reactivo de Schweitzer: (Solución de óxido de Cu amoniacal).-

Se disuelven 10 gr. de SO_4Cu en 100 ml. de H_2O destilada y añade $HONH_4$ hasta la redisolución del precipitado y luego HOK al 10 % para precipitar el OCu hidratado. Se filtra por amianto y lava bien. Se redisuelve el precipitado en NH_3 concentrado.-

Sobre la fibra se coloca una gota del reactivo y observa al microscopio. Este reactivo disuelve el algodón y lino. Las fibras poco lignificadas, como el cáñamo, se hinchan sin disolverse. Las muy lignificadas se hinchan poco.-

La fibra en estudio se disuelve parcialmente.-

Solubilidad en diversos reactivos:

(Los reactivos han actuado durante 24 hs. en frío).-

- a) En HCl concentrado: se desintegra.-
- b) En SO_4H_2 concentrado: Soluble.-
- c) En HOK (solución al 5 %): Se hincha.-
- d) En ácido acético glacial: Insoluble.-

Acción de los agentes hinchadores.- Bajo la acción de agentes que producen hinchamiento, el comportamiento es distinto, de acuerdo a cada especie de fibra, que sirve juntamente con otras características para identificarlas.-

Por acción de ácidos fuertes, álcalis, y ciertas sales se provoca el hinchamiento. De acuerdo a la figura del mismo se hacen las observaciones del microscopio, relacionadas con la estructura de la fibra.-

La hipótesis de hinchamiento, que estableció Nageli, sostiene que la fibra está compuesta de elementos alternantes de sustancias capaces de hincharse en mayor o menor grado. Se puede definir la alternancia de los mismos por sus apariencias morfológicas y por los distintos índices de refracción.-

Esta hipótesis es muy discutida pero no existe otra teoría aceptable para eliminarla.-

Las soluciones comunmente usadas son cloro-ioduro de cinc, HONa en soluciones desde 12 a 18 % y licor cupro-amoniacoal. Este último es un agente hinchador de primer orden. Se usa en distintas concentraciones de Cu. Por lo que se toman soluciones de 0,55 %, 07 %, 1 %, 1,2 %, 2 % y 3 %. Existen otros reactivos, que aunque se usan no presentan fenómenos notables y característicos.

El HOK, por ejemplo, usado en solución de 32 %, tiene características similares a las del HONa. Para esta experiencia se pueden usar fibras al estado natural, que no se han sometido a

ningún tratamiento o fibras blanqueadas.-

En este trabajo se emplearon fibras al estado natural y fibras lavadas con H₂O y jabón común.-

a) Acción del OHNa al 17 %: Se producen estrechamientos y estrangulaciones.-

b) Acción del licor cupro amoniacal: Con (solución al 55 %) se observan deformaciones con estrangulaciones.-

Reacciones químicas:

La fibra se coloca en un tubo de ensayo y se trata con los diversos reactivos.-

- 1) Con HCl al 4 % en caliente; se hincha sin disolverse.-
- 2) Con SO₄H₂ concentrado (58°Be) en frío: se disuelve.-
- 3) Con HOK al 10 % en caliente: se hincha sin disolverse.-
- 4) Coloración con solución de Vetilard; parda.-
- 5) Con solución al 60 % de Cl₂Zn en caliente: insoluble.-
- 6) Con solución alcohólica de floroglucina: no varía.-
- 7) Con reactivo de Schweitzer: se disuelve lentamente.-
- 8) Con NO₃H concentrado: rosado.-

Estudio mecánico de la fibra:

Resistencia a la tracción y alargamiento:

La resistencia de una fibra textil, es la que determina la calidad de dicha fibra.-

El valor textil y su filatura dependen de la resistencia a la tracción, que será mejor cuanto mayor sea dicha resistencia.-

Resistencia a la tracción o carga de rotura es la fuerza que actúa sobre una fibra en el momento de romperse.-

Se expresa en Kgr. por cm. ó por metro.-

La elasticidad o alargamiento de una fibra textil es de su ma importancia, aumenta la duración del material, facilita su tejeduría. Tiene gran importancia en los procesos de aprestos. Se expresa en mm% de longitud de la fibra o bien en % de longitud de la muestra que se rompe.-

Estas determinaciones se realizan con dinamómetros especiales; para la determinación de las fibras textiles se emplea el dinamómetro tipo pendular. Por ejemplo el de Schopper, de baja capacidad.-

La fibra está sujeta entre dos mordazas del aparato y entre ambas existe una distancia determinada, indicada en el aparato; una palanca de carga, atiranta la fibra. Haciendo girar uniformemente una manivela, la palanca de carga queda automáticamente detenida cuando la fibra se rompe; un índice sobre una escala indica el peso que actuó sobre la fibra en el instante de romperse. En la palanca de carga, en forma simultánea, se mueve otra palanca; cuyo índice sobre otra escala, indica en mm. el alargamiento de fibra hasta llegar a su rotura.-

La escala que posee el dinamómetro de Schopper da el alargamiento, cuando la fibra individual que se encuentra entre las dos mordazas de dicho dinamómetro tiene 2 cm. de longitud y en

caso de fascículos la longitud es de 10 a 30 cm.- El promedio se halla luego de varias determinaciones.-

Ensayos efectuados con haces retorcidos de 1,28 mm. de espesor:

Carga de rotura obtenida resultó ser: $6,83 \pm 0,75$ Kgr.

Alargamiento: $6,4 \pm 0,4$ mm%.-

Con fibras individuales, cuyo espesor oscila entre 33,2 y 66,4 micrones:

Carga de rotura: $65 \pm 4,3$ gr.

Alargamiento: 0,8 mm/2 cm.

Ensayos con fascículos cuyo espesor oscila entre 166 y 250 micrones:

Carga de rotura: $242 \pm 13,4$ gr.

Alargamiento: $1,84 \pm 0,1$ mm/5 cm.

Dichas determinaciones se realizaron a temperatura ambiente 18 - 20°C. y humedad relativa 60 a 68 %. Los valores corresponden al término medio.-

Torsión:

Para retener las fibras juntas, se realiza la torcedura que consiste en darle una forma espiral al hilo, la torcedura tiene por objeto, hasta cierto punto, dar resistencia o fortalecer el hilo, pero pasando de ella provoca un debilitamiento del hilo. Existe un "contador de torcedura", que es el que efectúa las determinaciones; dicho contador tiene dos tornillos, uno fijo y el

otro movable, que gira por medio de una manivela adosada a un contador de revoluciones, que es el que indica el número de vueltas.-

Valores obtenidos: torsión de rotura 28 vueltas/pulgada (con longitud constante).-

Mercerización:

Se llama mercerización a la serie de procesos que se realizan, para transmitir a las fibras celulósicas, principalmente el algodón, un brillo permanente y un aspecto semejante a la seda, simultáneamente se producen otros procesos del textil (hinchamiento, retracción).-

John Mercer, en 1844, observó la variación de espesor, resistencia, superficie, densidad y el poder absorbente para los colorantes, que un tejido de algodón experimenta, cuando se trata con solución concentrada de sosa cáustica.-

Lo descubierto no se le dió mayor importancia, hasta que Lowe indicó que sometiendo la fibra a una fuerte tensión, se evitaba el encogimiento de la misma.-

Teoría del mercerizado:

La acción de los álcalis diluídos y en frío, actuando en un medio adecuado al abrigo del aires, atacan muy poco a la celulosa, pero en cambio contribuye a su hinchamiento e hidrólisis, que aumenta a medida que crece la concentración del líquido cáusico, transformándose, primero en alcali-celulosa y después en

hidrocelulosa.-

Si se usan soluciones de HONa de 25 a 35° Bé tiene lugar una serie de fenómenos físico-químicos. Por presión osmótica se efectúa la absorción del líquido mercerizante, la fibra se encoge se rompe su cutícula, y el canal interior se achica. Este cambio de las propiedades, es producido por ciertas soluciones básicas ácidas o salinas sobre todo las básicas, y se debe a un proceso físico-químico que tiene lugar en la celulosa.-

Según estudios recientes, dichos fenómenos químicos parecen innegables.- Este fenómeno químico se acompaña de una hidrólisis, con el consiguiente hinchamiento de la celulosa, que se va desdoblando, hasta finalizar en hidrocarbonados más sencillos, solubles, si el agente mercerizante prolonga más tiempo su acción. En cambio, si el tiempo es corto, la temperatura no muy alta, y si inmediatamente a la fibra se le da un lavado enérgico, el desdoblamiento o despolimerización se interrumpe y sólo varían o modifican las propiedades de la fibra. (Aumento de resistencia a la tracción en 50-70 %; contracción de la fibra en ancho y longitud en 20 %; el poder absorbente por los colorantes sustantivos aumenta; la densidad aumenta en 4-5 %).-

Si a la fibra durante la acción del agente mercerizante se la somete a una fuerte tensión, o bien, después de haberlo absorbido, recupera su longitud primitiva.-

El mercerizado no sólo hace varias las propiedades físico-

químicas, cambia su estructura morfológica y su acción a los diferentes reactivos.-

Grado de mercerizado.-

Se llama grado de mercerizado al mayor o menor efecto que se produce en las fibras por la acción de los agentes, dependiendo de la concentración de la solución, duración de contacto y temperatura.- Esa acción compleja, da por resultado la variación de las propiedades del textil (encogimiento, brillo, afinidad por los colorantes, etc.). Como medida del grado de mercerización se usó el efecto de contracción o poder de absorción de colorantes sustantivos de la fibra.-

Técnica:

Se emplean lejías de 25 a 35° Bé. que son las más efectivas. Las concentraciones superiores no penetran con facilidad en la fibra. 15 - 20° C. es la máxima temperatura conveniente; las menores a ésta, mercerizan bien pero no debe ser superior a los 20° C.; porque si la temperatura asciende, disminuye la retracción del textil y por lo tanto el efecto del mercerizado.-

Puede efectuarse el mercerizado con tensión de la fibra o sin ella, se realiza en el primer caso con el objeto de mejorar el aspecto y su afinidad a los colorantes. Al segundo método, de mayor importancia, se efectúa para dar a la fibra brillo de seda.-

Se empleó solución de CHNa al 17,5 % (24° Bé) para el mer-

cerizado de esta fibra, a la temperatura de 15° C. Sólo 10 m. estuvo la fibra en contacto con el agente mercerizante, luego se realizó un lavado enérgico con H₂O destilada.- Para el trabajo se operó con 5 grs. de fibra.-

Mercerización: 14,5 %.-

Blanqueo:

Es el conjunto de operaciones físicas químicas y mecánicas, que se necesitan para eliminar de las fibras textiles las impurezas que las acompañan, provenientes de sí mismas o por las sustancias adicionadas en su proceso de hilatura.-

Primeramente se efectúa el descrudado o limpieza de la fibra con agentes detergentes que extraen las sustancias extrañas, y luego se procede a la decoloración o blanqueo que elimina las sustancias que colorean la fibra.-

Los agentes detergentes facilitan la penetración de la tinte al librar a la fibra de sus impurezas. Las fibras que van a ser teñidas no necesitan ser decoloradas previamente, salvo el caso de querer obtener tonos claros.-

El descrudado y blanqueo puede efectuarse sobre la fibra tejida. La técnica del blanqueo varía en cada caso según el grado de blanco que se desee y la fibra de que se trate. Los agentes detergentes y decolorantes deben ser cuidadosamente elegidos para no restar resistencia, brillo ni suavidad a la fibra.-

El principal agente de limpieza es el agua, lo mismo para

el blanqueo, pero en este caso no debe ser ácida ni contener materia orgánica o exceso de Ca, Mg, Fe, Mn.-

A mayor pureza de agua mejor es el efecto conseguido. Los agentes decolorantes pueden ser reductores u oxidantes, siendo los segundos los de uso más general, empleándose entre ellos el Cl_2 , los hipocloritos, (especialmente el de Ca y los alcalinos), el H_2O_2 , permanganatos, persulfatos, etc.-

El alto contenido en impurezas coloreadas dificulta las operaciones de descrudado y blanqueo; por otra parte las ceras, grasas, taninos, etc. se hallan incrustadas en la celulosa, lo que hace difícil su eliminación. En el descrudado se usó soda Solvay al 5 o/oo y detergentes. Al decolorado se efectuó con hipoclorito de Na al 3 o/oo.- Los oxidantes más enérgicos atacan a la fibra.-

Todas las operaciones, incluso los lavados deben efectuarse rápidamente.-

Teñido:

Se define como el proceso por el cual una sustancia retiene más o menos sólidamente una materia colorante. La tintura puede ser sustantiva (directa) o adjetiva; requiriendo ambos, procesos extraordinariamente complicados que varían según la fibra y el procedimiento seguido.-

Para el teñido sustantivo la fibra sin previa preparación se pone en contacto directamente con la solución del colorante.

En la adjetiva se origina procesos físico o químicos secundarios. Para efectuar este tipo de teñido la fibra debe impregnarse con algún mordiente. El carácter anfótero de las fibras en general dificultan la interpretación del fenómeno de la tinción, pero permiten suponer que existen disociaciones electrolíticas que cambian de carga según las concentraciones iónicas de los baños de tintura. De todos modos se observa que en la tinción participan fenómenos de orden físico, químico y físico-químico.-

Tintura de fibras celulósicas:

Las fibras celulósicas presentan escasa afinidad por los colorantes. Los grupos NH_2 y los carboxilos de la molécula proteica de las fibras de origen animal facilitan su tinción. La fibra celulósica necesita ser descrudada y blanqueada, pudiendo en algunos casos fijarse el colorante directamente o por desarrollo sobre el textil ó mediante mordientes.-

1) Teñidos con colorantes propiamente dicho:

Se emplean poliazosicos derivados de las diaminas simétricas, de elevado peso molecular que en soluciones acuosas constituyen sistemas coloidales. Al baño se suelen agregar electrolitos que producen pectonización. La fibra sumergida en el baño de tintura, se hincha, aumentando su poder de absorción del colorante que por ser coloidesol y poseyendo carga eléctrica es atraída por la fibra que actúa como coloidegel, dotada también de carga eléctrica; ciertos autores opinan que existe un fenó-

meno de disolución del colorante en la fibra (sólido en sólido). Otros admiten que parte del coloide se absorbe en contacto con la fibra teniendo lugar un fenómeno físico-químico complejo. El cloruro o sulfato de sodio agregado al baño antes o después de sumergir la fibra, produce la hinchazón de ésta, que facilita la entrada del colorante, actuando luego sobre éste al aumentar su floculación; por éso si el colorante precipita fácilmente el cloruro o sulfato debe reemplazarse por carbonato de sodio que disuelve la materia colorante evitando la rápida floculación y portanto una tintura desigual. Debe cuidarse la temperatura en el proceso de tinción. Los colorantes directos para celulosa son sales cálcicas de compuestos ácidos.-

La celulosa es una base que se esterifica con casi todos los ácidos que fija sin despolimerizarse. Al teñido con colorantes directos puede hacerse en baño alcalino y en baño salino neutro o debilmente alcalino.-

2) Teñido con colorantes azoicos insolubles:

La fibra es impregnada con la solución de una amina o un fenol (generalmente β naftol). Se trata luego con un diazo en solución que reacciona dando un azoico insoluble que queda sobre la fibra.-

La insolubilidad del colorante formado, permite el lavado constituyendo éste un método muy superior al de los colorantes directos.-

Técnica:

1°.- Impregnación con solución alcalina de un naftolato.-

2°.- Desarrollo o copulación del diazo disuelto con naftol que haya penetrado en la fibra.-

Usando β naftol debe agregarse un "agente de mojado" (sulforricinatos) y secarse antes del desarrollo. Usando los naftoles A.S. resulta conveniente emplear impregnadores.-

Para la copulación se prepara el diazo de una amina prima disolviendo esta última en ácido y agregando solución de NO_2Na . Debe trabajarse a 4°C ., de donde reciben el nombre de colorantes al hielo. La solución del diazo debe neutralizarse con acetato o carbonato alcalino, ya que una elevada acidez impide la formación del azoico, resultando una tintura no homogénea.-

La fibra impregnada de naftol se sumerge en la solución del diazo neutralizada, formándose casi instantáneamente el color. Para que se efectúe en forma casi completa es conveniente agitar la fibra un cierto tiempo dentro del baño. Las aminas más empleadas son: para y meta nitroanilina, α naftil amina, toluidinas, bencidina, etc. Una vez teñida la fibra, se lava con agua y luego con solución jabonosa. Se enjuaga, se escurre y se seca. Con este método se obtienen buenos resultados y económicos. Los teñidos más importantes obtenidos sobre fibras mordentadas con β naftol son: rojo de p-nitroanilina, granate de

naftil amina, escarlata de cloranicilina, etc.-

3) Teñido con colorantes diazoables y copulables.-

El procedimiento se basa en la tintura directa por medio de grupos NH_2 que se diazota por acción del NO_2H (proveniente de un ácido mineral y nitrito de sodio) dando el grupo -
 $\text{R-N}=\text{N-X}$.-

Este diazo es capaz de copularse con un fenol o una amina, dando un colorante azoico insoluble en el seno de la fibra. Este método comprende tres operaciones: 1) Teñido con el colorante sustantivo. 2) Diazotación. 3) Copulación.-

Técnica:

El baño de agua no debe estar expuesto a los rayos solares que producen la descomposición del diazo, debiendo mantenerse la temperatura baja, se prefieren aparatos de madera para evitar el ataque de los metales. Se añade el nitrito de sodio disuelto en la menor cantidad posible de agua. Se agrega un ácido mineral (HCl ó SO_4H_2) se lava la fibra teñida, se escurre, y se introduce en dicho baño (15 a 30° C.) manteniendo siempre la temperatura baja para impedir la descomposición del diazo. La fibra se saca y se lava con agua lo menos calcárea posible para evitar las manchas y se lleva al baño de copulación o de desarrollo, que contiene solución de aminas ó fenoles y que actúa sobre el diazo, formando el azoico. La cantidad de desarrollador usado varía con la naturaleza del mismo y el tono

que se desee dar a la fibra.-

La fibra en estudio permite buena tinción con rojo de p-nitroanilina, escarlata directo 4 B.S., azul al cobre 3 R., y amarillo C.H.T.-

Resumen y Comentario:

El presente estudio se efectuó sobre fibra provista por la Textilyute S.A., firma que estudia la posibilidad de utilizar las bromeliáceas argentinas mezclándolas con yute, cuya introducción al país se ha visto dificultada en estos últimos años.-

El envejecimiento de la fibra explica algunos resultados obtenidos, como es el caso del ácido oxálico y pectina que no pudieron dosarse.-

El chaguar morado constituye la especie más difundida en el norte argentino. Posee menos resistencia a la tracción que otras fibras pero puede aprovecharse convenientemente mezclada a otras fibras en la confección de cordeles.-

De las observaciones consignadas en el presente estudio, se deduce que las bromeliáceas indígenas textiles son susceptibles de aprovechamiento industrial ya que se encuentran propagadas en cantidad suficiente para poder explotarlas con carácter racional.-

Estas fuentes de materia prima son abundantes en el norte de la República Argentina, sobre todo en Misiones, Chaco, Formosa, Santiago del Estero, Tucumán y Jujuy.-

Hasta el momento no ha sido solucionado el problema del costo, empleando máquinas desfibradoras, lo que ha impedido que la fibra sea usada en sustitución del yute en grandes empresas textiles bonaerenses.-

La necesidad de proveerme de fibra, cuando ya finalizaba el estudio de la misma, me obligó a obtenerla por enviado de las hojas que me fueron enviadas de La Banda.-

El excelente resultado obtenido abriría una nueva perspectiva en el campo de su aprovechamiento, ya que hasta la fecha, la dificultad mayor residió en la obtención de la fibra por medios mecánicos.-

Es obvia la necesidad de practicar el enriado en el lugar de su producción para sacar resultados concluyentes, ya que el método económico de por sí puede verse dificultado por el clima, o propiedades del agua.-

Consecuentemente deberá asegurarse una legislación forestal que contemple equitativamente la explotación maderera y de las bromeliáceas, ya que éstas crecen en el sustrato sombrío de los árboles madereros, y el mejoramiento biológico de las formas más promisorias, aumentando y propiciando su cultivo, pues aunque existan actualmente fuentes naturales en abundancia, éstas no son inagotables.-

El aprovechamiento de esta rica fuente natural beneficiaría a los pobladores de las zonas, que mejorarían sus precarias condiciones de vida, todo lo cual contribuirá al engrandecimiento de nuestra floreciente industria nacional.-

Adolfo L. Fuente

J. Pichón

BIBLIOGRAFIA

- 1) A.Castellanos. "Los géneros de las bromeliáceas de la flora argentina".-
- 2) C.Luna Ercilla. "Bromeliáceas indígenas textiles" y "Estudio e inventario de bromeliáceas indígenas textiles".-
- 3) Pérez Arbeláez. "Método químico industrial para la desfibración de las bromeliáceas".-
- 4) Navarro. "La industria de los textiles vegetales en los territorios nacionales del Norte del país".-
- 5) Bol. Min. Agric. "Los textiles de la República Argentina".
- 6) J.Fitting. "Botánica general".-
- 7) Bol. Min. Agric. "Textiles nacionales, preparación de la fibra del chaguar".-
- 8) M.Conti. "Algunos ensayos sobre resistencia de fibras textiles para cables e hilos de atadura".-
- 9) Bol. Min. Agric. "Textiles indígenas y exóticos, cultivo y elaboración nacional".-
- 10) J.Mathews. "Textiles fibers".-
- 11) Beauverie. "Les fibres textiles vegetaux".-
- 12) Dorée. "The methods of cellulose chemistry".-
- 13) A.S.T.M. "Standards on textile materials".(1946)

- 14) Emil Ott. "Cellulose and cellulose derivatives"
- 15) Wattiez et Sternon. "Elements de chimie végétale".-
- 16) Prescott and Dunne. "Industrial microbiology".-
- 17) Ludwig Weindling. "Long vegetable fibers".-
- 18) Levy - Hulot. "L'analyse immédiate des bois".-
- 19) Saladriga. "Reconocimiento y análisis de fibras textiles".-
- 20) Solaro. "Studio microscópico e chimio del riconoscimento delle fibre vegetale".-
- 21) V.Villavecchia. "Química analítica aplicada".-
- 22) Ullman. "Enciclopedia de química industrial".-
- 23) J.M.Skinkle. "Materials textiles".-
- 24) S.Ricuelme. "Química aplicada a la industria textil".-

I N D I C E

| | | |
|--|------|----|
| Consideraciones generales..... | Pág. | 1 |
| Extracción de la fibra..... | " | 2 |
| Enfriado..... | " | 3 |
| Estudio químico..... | " | 7 |
| Celulosa, constitución, dosaje..... | " | 9 |
| Alfa-celulosa, constitución, dosaje..... | " | 18 |
| Lignina, constitución, dosaje..... | " | 21 |
| Pentosanos, constitución, dosaje..... | " | 29 |
| Pectinas, constitución, dosaje..... | " | 33 |
| Acido oxálico..... | " | 36 |
| Extracción con solventes orgánicos..... | " | 37 |
| Humedad..... | " | 37 |
| Cenizas..... | " | 37 |
| Análisis de las cenizas..... | " | 40 |
| Alcalinidad de las cenizas..... | " | 48 |
| Estudio microscópico..... | " | 50 |
| Reacciones microquímicas..... | " | 51 |
| Solución sulfúrica de I ₂ | " | 52 |
| Solución iodo-cloruro de cinc..... | " | 52 |
| Solución alcohólica de floroglucina al 10 %..... | " | 52 |
| Reactivo de Schweitzer..... | " | 53 |
| Solubilidad en diversos reactivos..... | " | 53 |

| | | |
|---|------|----|
| Acción de agentes hinchadores..... | Pág. | 54 |
| Reacciones químicas..... | " | 55 |
| Estudio mecánico..... | " | 55 |
| Resistencia a la tracción y alargamiento..... | " | 55 |
| Torsión de rotura..... | " | 57 |
| Mercerización..... | " | 58 |
| Teoría del mercerizado..... | " | 58 |
| Grado de mercerizado..... | " | 60 |
| Técnica de mercerizado..... | " | 60 |
| Blanqueo..... | " | 61 |
| Teñido: Tintura de fibras celulósicas..... | " | 62 |
| a) Teñido con colorantes directos..... | " | 63 |
| b) Teñido con colorantes azoicos insolubles..... | " | 64 |
| c) Teñido con colorantes diazoables y copulables..... | " | 66 |
| Resumen y comentario..... | " | 68 |