

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

DIFERENCIACION DE FIBRAS Y COLORANTES
A BASE DE SU CONTENIDO DE AZUFRE

TESIS
Que para su examen profesional de
QUIMICO
Presenta

Eulalia Martínez Alcázar



TIPOGRAFICA ORTEGA
Emperadores 114
México, D. F. — 1950

1996



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

**DIFERENCIACION DE FIBRAS Y COLORANTES
A BASE DE SU CONTENIDO DE AZUFRE**

T E S I S
Que para su examen profesional de
Q U I M I C O
P r e s e n t a

Eulalia Martínez Alcázar



TIPOGRAFICA ORTEGA
Emperadores 114
México, D. F. — 1950

A MIS QUERIDOS PADRES,
Con respeto y agradecimiento.

Al Dr.

FEDERICO L. HAHN,

Agradecida por su valiosa
cooperación en la dirección
de este trabajo.

A MIS MAESTROS
Respetuosamente.

INTRODUCCION

Uno de los problemas creados en la industria textil por el descubrimiento de nuevas fibras artificiales, es la diferenciación entre ellas, ya que entre las naturales es fácil establecer diferencias precisas por su aspecto macroscópico y microscópico; casi siempre suficientes para un observador experto.

Las fibras artificiales, contrariamente, son más uniformes en su estructura; no se distinguen por la forma redonda o aplanada, recta o torcida de su hilo (que siempre es redondo), ni por el largo de las fibrillas individuales o la distancia de los nudos (ya que no hay tales). Por esta razón, aunque conserva su valor el examen físico (color, brillo, tacto), hay que recurrir para su diferenciación a pruebas químicas, a las que se sujetan en casos dudosos también las fibras naturales.

La prueba química más sencilla, consiste en calentar un hilo y observar si éste se quema quedando solamente cenizas o si forman bolitas, ocasionadas porque la fibra se funde y no se calcina; las fibras que ocasionan esto son: el nylon y el acetato de celulosa, y las que sí se queman son: la viscosa y la nitro celulosa.

Otra prueba sería el olor a pelo quemado que se desprende al calentar la fibra, ocasionado por fibras del tipo albiminoide como la lana.

Otras reacciones químicas serían:

Substancias con que se tratan las fibras.	Lana	Fibras tratadas. Seda	Algodón
H ₂ SO ₄ 66°Be	insoluble	soluble	soluble
Na OH	soluble	—	insoluble
H ₂ SO ₄	—	—	azul
ácido pícrico	amarillo	amarillo	—
azúcar y H ₂ SO ₄	rosa	rosa	—
HNO ₃	insoluble	soluble	insoluble
acetato de plomo	negro	—	—
nitroprusiato de sodio	violeta	—	—
CuSO ₄	violeta a café	violeta	—

Una reacción química que da una coloración característica para cada fibra, y que ya permite diferenciar también fibras artificiales, es el tratamiento con neocarmina W. que es una solución mezclada de varios colorantes.

La mezcla se prepara de modo tal, que teniendo sus componentes mayor o menor afinidad para las diferentes clases de fibras, éstas por absorber los colorantes selectivamente, se tiñen en colores diferentes.

Las fibras se penetran con alcohol y se tiñen con una solución de neocarmina en frío; se enjuaga y se mete en agua que contenga de 3 a 4 ml de amoníaco por litro, se lavan nuevamente y se secan. Los tintes que se obtienen son los siguientes:

- a).—Amarillo vivo hasta chillante: seda acetil celulosa, lanital.
- b).—Amarillo-amarillo verdoso sucio: lana, seda natural engomada tussa.
- c).—Verde sucio: seda natural cruda.
- d).—Rojo-guinda: viscosa seda de piroxilina.
- e).—Azul: algodón: lino blanqueado, seda de cobre.

f) —Gris azulado sucio: lino crudo.

g) —Café olivo: yute.

Pero hay otros casos, en los que el aspecto de dos fibras diferentes es idéntico o muy parecido y tampoco se conocen reacciones químicas sencillas y seguras que permitan diferenciarlas; tenemos por ejemplo las dos clases de seda artificial; viscosa por un lado y seda Bemberg por el otro, que se distinguen sólo por una reacción especial.

El estudio presente se propone ampliar las pruebas reseñadas por una reacción que permite distinguir, en las fibras naturales y artificiales, dos grandes grupos: las que contienen azufre y las que no lo contienen.

Esta prueba es instantánea y sumamente sensible a la vez que de manipulación sencilla, por lo que es posible usarla para diferenciar fibras en la industria textil, sin tener que efectuar fuertes gastos, puesto que se usan cantidades microscópicas de reactivos.

En ciertos casos, la misma reacción también puede ser usada en la industria textil para diferenciar en fibras teñidas los colorantes que tiñen las fibras. Cuando se efectúa la reacción con una fibra teñida y ésta es positiva, se procede a decolorarla y lavarla perfectamente con ácido clorhídrico diluido y agua, hasta eliminar las últimas huellas del colorante; efectuada la reacción, si ésta es negativa, se puede decir que el colorante contiene azufre: si es positiva, sabemos que la fibra tiene azufre y no podemos mediante esta prueba determinar la naturaleza del colorante.



CAPITULO I

CLASIFICACION DE LAS FIBRAS SEGUN SU CONTENIDO DE AZUFRE.

Entre las fibras naturales debemos distinguir las de origen animal (lana y seda) que contienen azufre, y las de origen vegetal (algodón, lino, yute, ixtle etc.,) que, debidamente purificadas, no lo contienen.

Entre las fibras artificiales se encuentran las obtenidas de la celulosa como son: la seda Chardonnet, la seda Bemberg o cupro amoniacal, la viscosa y el acetato de celulosa; así como las fibras obtenidas de substancias proteínicas, derivadas de la caseína, del frijol soya, del maíz etc., como el lanital, tiolan y nylon que se obtiene por condensación de diamidas con diácidos.

La Seda Chardonnet se prepara nitrando algodón por medio de una mezcla sulfonítrica. La nitro celulosa obtenida se disuelve en una mezcla de éter y alcohol, formándose un colodión concentrado que es sometido al proceso de hilatura; luego se elimina la mayor parte de los grupos nitro mediante un baño de reducción, ya sea sulfuro de amonio o de sodio, transformando los nitratos en hidratos eliminando en esta forma la excesiva inflamabilidad de la fibra. Este material ya no se usa.

Seda Bemberg (o cupro amoniacal).—Para obtener esta seda se aprovecha la propiedad que tiene la celulosa de disolverse en el reactivo de Schweitzer o sea una solución de hidróxido de cobre en amoníaco concentrado (llamado también: cuoxám).

Una vez disuelta la celulosa, se filtra y se pasa por los orificios

de hilatura, a una solución de hidróxido de sodio que es el baño coagulante.

Viscosa.—Cross, Bevan y Beadle descubrieron otro proceso para licuar e hilar la celulosa.

Para la fabricación de la viscosa actualmente se usa de preferencia celulosa al sulfito la cual se somete a la acción de una solución de sosa cáustica con una concentración de más de 12% la que se combina en una relación de una molécula de NaOH por cada grupo $C_6H_{10}O_5$ para dar sodio celulosa; ésta se trata con sulfuro de carbono formándose el xantogenato sódico según la ecuación:



En la fabricación de la viscosa se emplea un exceso de sosa por lo menos doble cantidad de la citada anteriormente) ya que los xantogenatos así son más solubles, para obtener una solución que se deja madurar en tanques apropiados para ello.

Junto con el xantogenato sodio celulósico se forman, por la acción del sulfuro de carbono sobre el exceso de sosa y por el desdoblamiento del ácido xantogénico, distintos productos secundarios como sulfuros, polisulfuros y tiocarbonatos que constituyen las impurezas de la viscosa bruta.

Obtenida la maduración requerida, se pasa a través de filtros prensa y de ahí al proceso de hilatura. El baño coagulante más usado es una solución de ácido sulfúrico y sulfato de sodio.

Acetato de celulosa.—Esta artísela es un éster de la celulosa; se obtiene acetilando los linters de algodón sometidos a una purificación. Es soluble en cloroformo y en acetona.

Fibras proteicas.—La proteína empleada para la fabricación de fibras, se obtiene de varias fuentes, de la que una muy importante es la precipitación de caseína con ácido sulfúrico de la leche desengrasada.

Se lava la caseína perfectamente hasta dejarla libre de ácidos.

Esta caseína se redisuelve en sosa cáustica y se precipita nuevamente con ácido sulfúrico, a fin de reducir su contenido mineral, se disuelve y se somete al proceso de hilatura.

Para darle dureza a las fibras se le agrega a la solución antes de hilarla pequeñas cantidades de calcio, bario o aluminio, y para aumentar su flexibilidad se le agrega 10% de ftalato de glicol, aceite para rojo turco, urea etc.

La solución se deja reposar para eliminar las burbujas e hidrolizarla hasta que las cadenas laterales se rompan y se asegure una agrupación lineal de las moléculas proteínicas.

Después de la hilatura, las bobinas pasan a unos tanques de insolubilización de la fibra, donde se sumergen durante 16 horas en solución de 3% de formaldehído.

Nylon.—Es algo similar a la seda y lana pero con una estructura química única. Nylon es el nombre genérico que describe las poliamidas lineales sintéticas de los tipos obtenidos por la polimerización de las diamidas con los ácidos dicarboxilos o sus derivados amídicos.

El primer paso para la fabricación del nylon es la reacción de la hexametileno diamida con el ácido adípico para formar el adipato hexametileno diamonio o “la sal” como comúnmente se le llama.

Se mantiene un control riguroso de la solución de la sal, ya que, si se aumenta la temperatura se oxida, si disminuye cristaliza. La conversión de la sal en nylon se lleva a cabo en varios pasos.

- 1°—Se evapora el agua que disuelve la sal.
- 2°—Polimerización del material.
- 3°—Estiramiento y endurecimiento del material en una rueda.
- 4°—Corte del material endurecido en pedacitos.
- 5°—Mezclado.
- 6°—Fundición de los materiales de deshecho.
- 7°—Hilatura.

Clasificando ahora las fibras mencionadas según si contienen o no

contienen azufre, es decir según se debe esperar de ellas una reacción positiva o negativa, tenemos:

Fibras naturales:

De origen animal: positiva.

De origen vegetal: negativa.

Fibras artificiales:

Seda Chardonnet (caso de que haya todavía): negativa.

Seda Bemberg: negativa.

Viscosa: positiva, debido a las impurezas inevitables.

Acetato de celulosa: negativa.

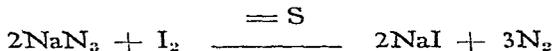
Fibras proteicas: positiva.

Nylon: negativa.

CAPITULO II

DESCRIPCION DE LA PRUEBA DE AZUFRE.

La prueba de referencia ha sido indicada por Feigl y se basa en el efecto catalítico que tienen compuestos azufrados en la reacción que se efectúa entre la azida de sodio y una solución de yodo, efectuándose un desprendimiento instantáneo de nitrógeno.



Compuestos azufrados activos en esta reacción son: sulfuros (solubles o insolubles), tiosulfatos, tiocianatos y compuestos orgánicos que contengan los grupos R-SH o $=\text{C}=\text{S}$ y ciertos de R-S-R' (por ejemplo tiofeno).

La reacción es sumamente sensible y puede usarse según Feigl, para comprobar la presencia de grupos activos de azufre en las fibras naturales de lana y seda.

Repetiendo estos ensayos hemos observado que efectivamente se forman algunas burbujas de nitrógeno cuando una fibra de esta clase se introduce en el reactivo; pero la prueba resulta mucho más convincente, cuando la fibra se calienta previamente con una solución de plumbito de sodio, de modo que una mayor parte del azufre contenido en las fibras se transforma en sulfuro de plomo catalíticamente activo.

Introduciendo una fibra así tratada en el reactivo de azida y yodo, se observa un desprendimiento abundante de burbujas. Estas nacen a lo largo de la fibra formándose un rosario de perlas pequeñas que van

creciendo hasta reventar en la superficie; también se observa que el color amarillo de la mezcla de solución de azida y yodo baja de tono notablemente. Otra mejora conveniente consiste en preparar la mezcla de azida y yodo no en solución acuosa sino mezclando la solución acuosa de azida con otra de yodo en cellosolve; esta mezcla tiene un poder humectante elevado para las fibras y facilita notablemente la reacción.

PREPARACION DE SOLUCIONES

Azida de sodio 1 g en 20 ml de agua.

Yodo 1.5 g en 100 ml aproximadamente de cellosolve.

Plumbito de sodio 11.9 mg de acetato de plomo en 12 ml de sosa cáustica aproximadamente O. I. N.

La solución de azida de sodio se mezcla con la solución de yodo en el momento que se va a usar.

DETERMINACION DEL DISOLVENTE MAS APROPIADO PARA HACER LA SOLUCION DE PLUMBITO DE SODIO.

Disolvente usado	Reacción
agua	Se moja con dificultad la fibra, burbujas pequeñas y abundantes.
alcohol etílico de 96° cellosolve.	Se moja rápidamente la fibra y las burbujas son grandes y abundantes.

Por lo que el cellosolve es el disolvente más apropiado, ya que la impregnación es rápida y la reacción se efectúa fácilmente, así como el punto de ebullición del cellosolve es mayor (130°) y por lo tanto el tiempo de evaporación aumenta del que se efectuaría con el alcohol (P. E. 71°C a la presión de México) o el agua P. E. 92°C a la misma presión) facilitando como ya se dijo la transformación del plumbito de sodio en sulfuro de plomo.

CAPITULO III

ENSAYOS PARA ENCONTRAR EL MEJOR MODO DE OPERAR.

1er. ensayo.—Se hicieron ensayos en tubos de ensaye regulares tomando una pequeña cantidad de fibras, visibles al ojo; las fibras se trataron con la solución de plumbito de sodio, unos dos o tres mililitros, se sometió a la ebullición para extraer el azufre que contiene la fibra, quedando éste en solución formando sulfuro de plomo activo; se dejó enfriar, se tomó una gota microscópica, se colocó en un porta objetos y se trató con el reactivo, momentos antes preparado mezclando la azida de sodio y la solución de yodo; si hay desprendimiento de burbujas éstas nos indican que la fibra tiene azufre ya sea como impureza o formando parte de su molécula, el desprendimiento siempre era exiguo, aun con fibras de contenido en azufre notable.

Se observan mejor, las burbujas, evaporando la solución de plumbito de sodio y tratando posteriormente con el reactivo. La evaporación se puede efectuar en una estufa a una temperatura de 80 a 90°C o a baño maría.

2º ensayo.—Se tomó una sola fibra, se colocó en un porta objetos así como una pequeña gota de solución de plumbito de sodio, se evaporó, se dejó enfriar y al colocarla en un microscopio se observaron las burbujas que se desprenden al agregar el reactivo.

En este método se ensayaron otras modificaciones, sencillas pero importantes para el buen resultado de la reacción, tales como cubrir la fibra con un cubre objetos antes de secarla, con el fin de que la eva-

poración de solución de plumbito de sodio, sea más lenta y haya tiempo para que el azufre que se encuentra en la fibra forme el sulfuro de plomo que catalizará la reacción.

Otra modificación es la que la fibra solamente se humedece o sea que se coloca la solución de plumbito mínima que puede usarse procediendo como en el caso anterior, tapparla con un cubre objetos, secarla y tratarla con el reactivo.

La técnica que mejor resultado da, es la siguiente: Con unas pinzas finas se toma una fibra, se humedece un extremo en la solución de plumbito y se coloca en un porta objetos aprisionándolo con un extremo de un cubre objetos; se seca y se agrega el reactivo.

Conclusiones.—Para la obtención de los mejores resultados en la reacción, entre la azida de sodio y la solución de yodo, debe usarse solución de plumbito de sodio en cellosolve, azida de sodio en solución acuosa y yodo en cellosolve, y mezclar estos dos en el momento de usarlos.

Al efectuar la reacción debe humedecerse la fibra, y tapparla con un cubre objeto procurando que al secarse la evaporación sea en el mayor tiempo posible, una vez frío, tener el cuidado de enfocar primero la muestra, antes de ponerle el reactivo.

Se sobreentiende, pero no es por demás insistir en este hecho, que en tales reacciones microquímicas debe observarse un cuidado extremo para que no se "infecten" los implementos de trabajo con trazas de la materia que se busca; sin estas precauciones hay el peligro que se obtengan reacciones "positivas" donde en realidad ésta no existe. Así deben lavarse perfectamente las láminas, los cubre objetos y las pinzas con que se manejan las fibras, y se recomienda practicar de vez en cuando "un blanco" haciendo la reacción con una fibra seguramente exenta de azufre (algodón, lavado varias veces con HCl diluido, para eliminar impurezas que puede contener); sólo si este blanco da un resultado claramente negativo, se tiene la seguridad de que la reacción positiva significa un contenido de azufre en el material examinado.

I



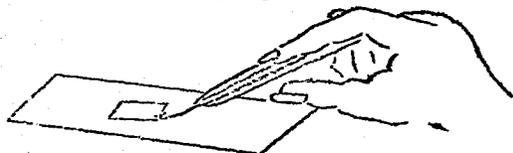
Se toma una fibra.

II



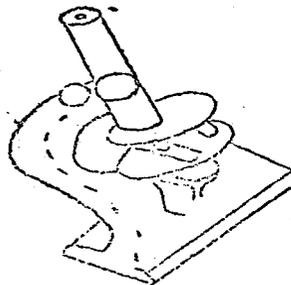
Se humedece en plumbito.

III



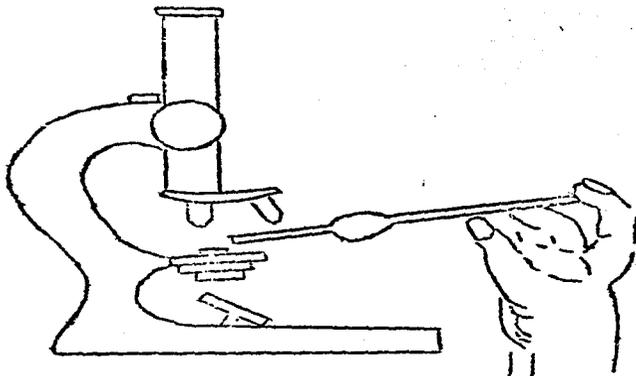
Se aprisiona con un cubreobjetos
se seca y se deja enfriar.

IV



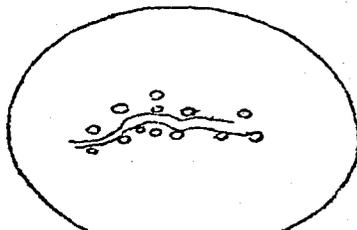
Una vez frío
se enfoca.

V



Se coloca el reactivo
con un tubo capilar.

VI



Observación cuando la
reacción es positiva.

CAPITULO IV

FIBRAS ENSAYADAS.

Lana.—Se estudió lana tal como sale de la trasquila y la misma lana lavada con HCl diluído y luego con agua destilada, esto para ver si la intensidad de la reacción era debida a las substancias que se encuentran en la superficie de las fibras o a la fibra misma, y en ambos casos sin y con el previo tratamiento de solución de plumbito; tanto en la lana sin lavar como en la lana lavada, la reacción era débil sin plumbito y enorme después del tratamiento con éste.

Como sabemos la lana es una fibra de origen animal, su componente fundamental es la queratina a la que se le asigna la fórmula empírica de $C_{30}H_{65}N_{11}SO_3$ que contiene azufre.

Algodón.—La prueba efectuada con algodón blanqueado (marca RAB del laboratorio Estrella) da una reacción positiva. Es de suponerse que al eliminar las substancias incrustantes para hacer el algodón mas absorbente y más hidrófilo, fué blanqueado con hidrosulfito, que éste no es eliminado completamente quedando impregnadas las fibras con compuestos orgánicos activos de azufre, que dan una reacción positiva sólo después de lavarlos intensamente (unas 20 veces) con HCl diluído y agua destilada.

El algodón en rama sin blanquear da una reacción ligeramente positiva, debida evidentemente a una contaminación superficial con compuestos azufrados, que son eliminados con un solo lavado de ácido clorhídrico y agua destilada.

Esta diferencia, tan marcada, que se encontró entre el compor-

tamiento del algodón nativo, tan fácil de purificar, y el blanqueado, que tan obstinadamente retiene el azufre, parece indicar que en el proceso de blanqueo ha sucedido algo más que la eliminación de la fibra de materias incrustantes e impurezas. Porque, de los productos que el hidrosulfito forma cuando actúa como blanqueante, el sulfito no cataliza la reacción yodo-ázida ni tampoco la hacen los politionatos; y aquellos compuestos que sí catalizan esta reacción, a saber el mismo hidrosulfito, el tiosulfato y los sulfuros, deberían descomponer y eliminar mediante un solo baño de HCl diluido. Es de suponer, por lo tanto, que en el tratamiento mediante el hidrosulfito, se fija algo de azufre en forma muy estable, reaccionando con el mismo material de la fibra.

Seda Natural.—Esta fibra tratada antes de efectuar la reacción con plumbito, da una reacción fuerte, y sin el tratamiento llega a veces a dar una que otra burbuja.

La seda tiene también en sus componentes principales (fibroína y cericina) azufre que activa la reacción.

Artisela Viscosa.—Como hemos visto en su fabricación se usan gran cantidad de compuestos de azufre, que no son eliminados en los lavados. Tenemos por consiguiente, un efecto parecido al que se ha observado en el algodón blanqueado: los compuestos azufrados que se usan en la elaboración de la viscosa o en el banqueo del algodón reaccionan con el mismo material de la fibra, formando compuestos azufrados activos en la reacción yodo-azida y muy estable con la celulosa.

La reacción sin el previo tratamiento con plumbito, es débil y con el tratamiento fuerte.

Artisela Cupramina.—Como era de esperar da una reacción negativa aun tratada con plumbito.

El cuadro siguiente nos muestra las fibras ensayadas, con las modificaciones antes enumeradas; en el que tres cruces indican una reacción muy fuerte, dos cruces reacción positiva notable, una cruz reacción débil y signo menos reacción negativa.

FIBRAS ENSAYADAS

Fibras	Especificaciones	reacción	
		con plumbito	sin plumbito
lana	tal cual es	+ + +	a veces da alguna burbuja
lana lavada	con HCl dil.	+ + +	"
algodón en rama	tal cual es	+	—
algodón en rama lavado	con HCl dil.	—	—
algodón blanqueado	comprado en Farm.	+	a veces da alguna burbuja
algodón blanqueado y lavado	con HCl dil.	—	—
seda natural	tal cual es	+ +	a veces da alguna burbuja
artisela viscosa		+ +	"
artisela cupramina		—	—

CAPITULO V

COLORANTES ESTUDIADOS.

Era de suponer, y se encontró por los ensayos practicados, que fibras de algodón teñidas con colorantes al azufre darían fuertes reacciones positivas, especialmente después del tratamiento con plumbito. Estos colorantes se tiñen en baños que contienen fuertes excesos de sulfuro alcalino, de modo que deben suponerse procesos similares a los que se han observado en el algodón blanqueado, y probablemente las moléculas de los mismos colorantes tienen que contener azufre ligado en forma activa.

Todos los colorantes enumerados en la tabla que sigue más adelante dieron, sobre fibras de algodón fuertes reacciones positivas.

Lo que interesaba en ellos eran ensayos tendientes a destruirlos para poder estudiar la reacción de la fibra sin teñir.

Los resultados de estos ensayos se hallan en la tabla mencionada.

Reacción negativa se ha obtenido con algodón teñido con Escarlata de tioíndigo, de lo cual se deduce que este colorante contiene el azufre en forma inactiva, sin acción catalizadora sobre la reacción yodo-azida. Sin hacer ningún ensayo puede establecerse, porque consta ya, que es inactivo el azufre de los grupos sulfónicos (ácidos sulfónicos en colorantes azoicos). De esto se deducen dos problemas: ¿Cómo es posible investigar, en una fibra teñida y de reacción negativa, si el colorante que la tiñe contiene o no contiene azufre en forma inactiva? y el otro: ¿Cómo es posible eliminar de una fibra teñida y de reacción negativa, el colorante, para investigar luego la naturaleza de la fibra?

Al estudio del primer problema se puede aplicar el método de operar indicado, hace algunos años, por F. L. Hahn para la prueba de azufre en sulfatos insolubles o en compuestos orgánicos.

Este método consiste en reducir el azufre al sulfuro y conservar este en forma de sulfuro de cobre (plata u otro metal apropiado) que luego se investiga con la reacción yodo-azida.

Una manera de efectuar esta transformación es la siguiente: En el extremo de un alambre de cobre se forma una pequeña perla de carbonato de potasio, mojado el extremo en agua destilada e impregnándola con carbonato de potasio en polvo, y llevándola a la flama; una vez formada se impregna con el material donde se va a determinar el azufre se calcina y se trata con el reactivo de yodo-azida efectuándose un desprendimiento de burbujas de todo el contorno de la bolita cuando hay azufre. Este desprendimiento se ve a simple vista y mejor aun con el microscopio.

Para poder aplicar mejor este método, se tuvieron que buscar los reactivos más apropiados, ya que varios de éstos por sí solos daban una reacción positiva debido a un contenido ínfimo, que no se descubre por ninguna otra prueba, de sulfatos; así, por ejemplo, el hidróxido, carbonato y bicarbonato de sodio; con el bicarbonato de potasio se obtuvo una reacción casi nula; desde luego es preciso lavar cada vez que se use el alambre de cobre con ácido nítrico y agua, antes de practicar la prueba.

Otra forma de hacerse la reacción y obteniendo los mismos resultados es la siguiente; se toma un tubito capilar de vidrio pyrex, se cierra por un extremo, se introduce la fibra y un poco de oxalato de plomo, procurando que ambos queden cerca del extremo cerrado, se calcina, se rompe la punta y por capilaridad se introduce el reactivo.

En este caso, el resto del oxalato, que al calcinarse desprende CO , actúa como reductor y el plomo fija el azufre.

I



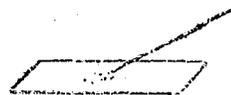
Se lava el alambre de cobre en ácido nítrico y agua secándolo a la flama.

II



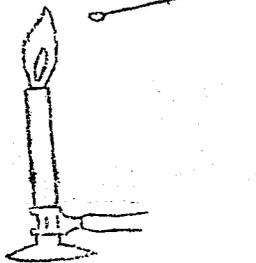
Se moja el extremo limpio en agua destilada para que se impregne con carbonato de potasio.

III



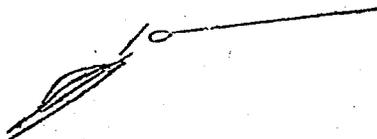
Se impregna con carbonato de potasio

IV

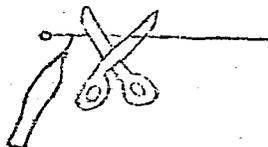


Se lleva a la flama para formar una bolita.

V

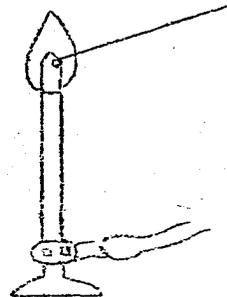


VII



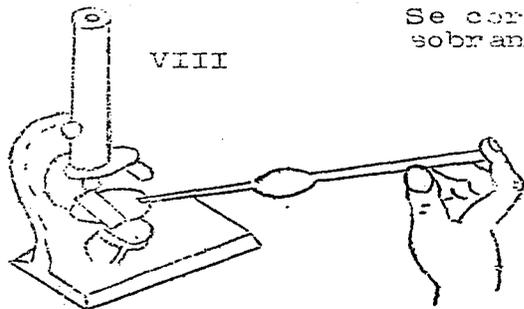
Se corta el alambre sobrante.

VI



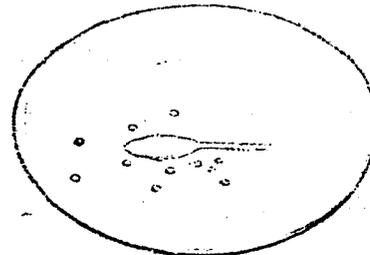
Se calcina en la flama reductora.

VIII



Se enfoca y se coloca el reactivo.

IX



Observación cuando la reacción es positiva.

ENSAYOS PARA DETERMINAR LA MINIMA CANTIDAD DE SUBSTANCIA QUE PUEDE DAR UNA REACCION POSITIVA SEGURA.

Se prepararon una serie de mezclas de sulfato de bario y carbonato de calcio de tal manera que la concentración de sulfato de bario era de 1%, 0.1%, 0.01%, 0.001%, 0.0001%, 0.00001%, 0.000001%.

Para obtener las mezclas de la concentración deseada se procedió de la siguiente manera:

Mezclas	BaSO ₄	CaCO ₃	Concentración
A	10 mg.	1 g.	1%
B	100 mg. de A	1 g.	0.1%
C	100 mg. de B	1 g.	0.01%
D	100 mg. de C	1 g.	0.001%
E	100 mg. de D	1 g.	0.0001%
F	100 mg. de E	1 g.	0.00001%
G	100 mg. de F	1 g.	0.000001%

Como para efectuar la reacción usando alambre de cobre, hay que hacer una perla en un extremo del alambre y con el carbonato de calcio puro no se puede hacer ya que no se funde con el calor dado por una lámpara de alcohol se hizo con carbonato de potasio.

Al alcohol, se le agregó un poco de benceno exento de tiofeno puro, con el fin de que la llama sea más reductora y facilite la transformación de los compuestos azufrados en compuestos azufrados activos.

Una vez hecha la perla es impregnada con la mezcla por ensayar volviendo a poner la perla a calentar en zona reductora de la flama.

Este calentamiento debe ser instantáneo, ya que si es prolongado la reacción resulta negativa.

De las mezclas ensayadas en la que se puede decir con precisión que la reacción es más positiva que la hecha con carbonato de calcio puro, ya que no se puede obtener ninguna reacción absolutamente negativa debida a la sensibilidad de la reacción, fué la mezcla que tiene una concentración de 0.0001% de sulfato de bario.

DECOLORACION DE FIBRAS TEÑIDAS CON COLORANTES AL AZUFRE.

Cloruro Estannoso.—Se aplicó con ácido clorhídrico diluido, calentando las fibras hasta que no cambio más su color, después de lo cual se lavaron con agua destilada.

Con este decolorante los resultados fueron malos, pues la mayoría de las fibras ensayadas no se decoloraron, y algunas aun tratadas por un tiempo más largo con el decolorante, no se consiguió quitar el olor completamente, quedando éstas con un tono verde claro que al tratar con agua destilada regenera el color. Este decolorante también se usó utilizando ácido clorhídrico más concentrado con el que se vió que se destruía el colorante pero al mismo tiempo se destruía la fibra por lo que así no se podía emplear.

Sulfoxilato de Zinc.—La decoloración se hizo usando hasta 3.5N de sulfoxilato de zinc, 1.75% de ácido fórmico o ácido sulfúrico concentrado, o sea 10 ml. de agua destilada con 0.815 ml. de ácido sulfúrico concentrado y 0.3 de sulfoxilato de zinc. Las fibras se sumergieron en la solución y se calentaron hasta decolorarlas, pero los resultados fueron semejantes a los obtenidos con el cloruro estannoso.

Hipoclorito.—Se usó una solución de cloruro de cal aproximadamente 0.1 N., efectuándose la decoloración por el mismo método que en los casos anteriores y lavando posteriormente con agua destilada, los resultados fueron satisfactorios pues todas las fibras se decoloraron completamente.

Se encontró, por lo tanto, que solamente con hipoclorito se consigue una destrucción de los colorantes que contienen azufre activo; pero en este proceso se ataca también la fibra tan fuertemente que es prácticamente imposible hacer más reacciones con ella.

La tabla que sigue indica los colorantes estudiados. Ninguno de ellos puede quitarse de la fibra con medios reductores, pero sí con hipoclorito.

1. ___ Pardo (Cutch) 2R Extra	11. ___ Olivo 8G
2. ___ Bruno firme RBN	12. ___ " Rg
3. ___ D S	13. ___ Verde G
4. ___ Bruno negruzco BS	14. ___ " 2G
5. ___ " R	15. ___ " 3G
6. ___ " GX"	16. ___ " GK
7. ___ " V	17. ___ " 2GK
8. ___ " violeta X	18. ___ " obscuro B
9. ___ " 4 R Extra	19. ___ " Azulado B
10. ___ 6 R.	20. ___ Azul pardo G

Los agentes reductores, cloruro estannoso o sulfoxilato de zinc no afectan notablemente a estos colorantes.

21. ___ Azul pardo 3GL	27. ___ Azul directo verdoso GS
22. ___ " " 2RL	28. ___ " " RL
23. ___ Indigo 5G	29. ___ " 2 Rn
24. ___ " GW	30. ___ Gris B
25. ___ Indigo	31. ___ Cris de campaña rápido G
26. ___ Azul intenso B extra	

En estos colorantes los reductores mencionados producen una transformación instantánea de color a verde claro pero no se desprende el colorante de las fibras y se regenera el color con sólo dejarlas en agua.

CONCLUSIONES.

1°—La reacción catalítica yodo-azida se presta eficientemente para diferenciar aquellas fibras, naturales o artificiales, que contienen o no contienen azufre.—El algodón blanqueado con hidrosulfito contiene azufre relativamente fijo; pero mediante reiterados lavados con HCl diluido es posible eliminarlo.

2°—La sensibilidad de la reacción incrementa notablemente, “desarrollando” el azufre, tratando la fibra con una solución de plumbito de sodio en cellosolve.

3°—En fibras teñidas, tanto el colorante como la fibra misma pueden producir la reacción; todos los colorantes “al azufre” la producen. No es viable destruirlos para practicar luego la reacción en la fibra decolorada; por esta razón, en el caso de una reacción positiva, la naturaleza de la fibra debe diferenciarse por el aspecto microscópico u otros procedimientos con lo cual se consigue la identificación de la clase del colorante.

4°—Los colorantes que contienen azufre en forma inactiva (Tío índigo, grupos $-\text{SO}_2\text{H}$) pueden transformarse en sulfuro activo por reducción en presencia de un metal que fija el azufre. El sulfuro formado se conoce por la reacción catalítica mencionada.

5°—Todas las reacciones descritas pueden practicarse con una sola fibra.—Se describen los procedimientos más prácticos que sirven para este fin.

BIBLIOGRAFIA.

1. Ampudia del Valle Rodriga.—Descrudado de la Seda Natural y Seda Artificial.—Tesis 1934.
2. Brottet, A et Lelen, M.—Fibras Textiles.—París Dunnot 1926.
3. F. Feigl.—Gualitative Analysis Spot Tests 3rd Ed.—Elsevier Publishing Comp., Inc. New York, 1946 Pág. 227, 484.
4. John Cannel Cain.—Les Matières Colorantes de Synthèse et les Produits Intermediaires servant a Leur Fabrication.—París Dunnod, Editeur 47 et 49, Quai des Grands Augustin (VI E) 1922.
5. F. L. Hahn.—End. & Eng. Chem.—Anal. Ed. 17, 199 (1945).
6. Mois H. Avram, B. Sc., M. E.—The Rayon Industry.—Second Edition New York D. Van Nostrans Company, Inc. 250 Fourth Avenue.
7. Joseph V. Sherman and Signe Lidfeldt Sherman, M. S.—The New Fibers.—New York D. Van Nostrand Company, Inc. 250 Fourth Avenue (1946).
8. F. Ullman Enciclopedia Química Industrial.—Barcelona.—Gustavo Gili, Editor.—Calle de Enrique Branados 45. Tomo XIII (1935).

BIBLIOTECA CENTRAL
U. N. A. M.