

# Determinación del contenido de triptófano de la lana mediante hidrólisis sulfúrica breve<sup>(\*)</sup>

por

**Prof. José Cegarra Sánchez**

**Dr. Joaquín Gacén Guillén**

Instituto de Investigación Textil y de Cooperación Industrial  
Escuela Técnica Superior Ingenieros Industriales Tarrasa (España)

## 1. Introducción

Se han realizado bastantes trabajos con el objeto de poner a punto técnicas que permitan determinar el contenido de triptófano de las proteínas, especialmente de la lana. Casi todas las técnicas tienen en común la necesidad de hidrolizar la proteína y el empleo de un aldehído que al reaccionar con el triptófano da lugar a un compuesto coloreado.

Los diferentes métodos difieren entre sí en lo que se refiere al medio hidrolizante, duración de la hidrólisis, necesidad o no de acelerar el desarrollo de la reacción con nitrato sódico, resultados obtenidos y reproducibilidad de los mismos.

Respecto al medio hidrolizante, lógicamente debería ser alcalino, habida cuenta de la inestabilidad del triptófano en medio ácido. No obstante, actualmente la hidrólisis alcalina parece desechada debido a que en estas condiciones se presentan interferencias (1). Así pues, es normal el empleo de ácidos como agentes hidrolizantes. El método de Graham y Statham (2) está basado en el empleo de ácido sulfúrico como medio hidrolizante, mientras que en los de Mazingue, Decroix y Van Overbeke (3) por una parte y Miró (4) por otra, se hace uso de ácido clorhídrico concentrado.

En lo que se refiere a los aldehídos utilizados para producir una coloración por reacción con el triptófano, los más empleados han sido la vainillina y el p-dimetilaminobenzaldehído (7, 8 y 9). El primero tiene el inconveniente de que en el caso de lanas alteradas pueden presentarse coloraciones secundarias, por lo que la mayor parte de los trabajos se han centrado en el uso del p-dimetilaminobenzaldehído.

Spies y Chambers (1), Graham y Statham (2) y Mazingue y col., en su método simplificado, emplean nitrato sódico para acelerar la reacción coloreada.

La duración de la hidrólisis según los procedimientos de Graham y Statham (2) y de Mazingue y col. (3) es de 7 días, según el método modificado de estos últimos 4 días y según el método de Miró 2 horas.

Los resultados expresados en tanto por ciento de triptófano son los siguientes: Miró 0,57 % (4), Mazingue y col. 0,53 % (3), Robson y Corfiel 0,95 %. Simmonds 2,1 %, Block y Boiling 1,5 % (5), Traill 0,7 % (6) y Graham y Statham 0,98 % (2).

Desde el punto de vista de la reproducibilidad, podemos decir que los resultados obtenidos por el método de Miró son reproducibles, hemos venido aplicándolo y nuestros resultados concuerdan totalmente con los que indica en su trabajo.

(\*) Este artículo ha sido publicado en «Journal of The Society of Dyers and Colourists».

En alguna ocasión, hemos hecho uso también del de Graham y Statham (13), pero la reproducibilidad hallada no ha sido buena.

Resulta interesante que la hidrólisis clorhídrica, ya sea lenta (Mazingue y Col.), ya sea rápida (Miró), conduce a resultados bastante bajos (0,53 %) y (0,57 %), en tanto que la hidrólisis sulfúrica da resultados bastante más elevados (del orden del 1 %. Graham y Statham).

Esta observación nos condujo a estudiar un método de determinación del contenido triptófano de la lana empleando como agente hidrolizante el ácido sulfúrico y haciendo uso de una temperatura superior a la ambiente, con el fin de acortar el tiempo necesario para disolver la lana, lo que a la vez supondría una disminución del tiempo requerido para la determinación del contenido de triptófano. Como quiera que tanto la hidrólisis clorhídrica breve como la hidrólisis clorhídrica prolongada, dan contenidos de triptófano más bajos que la hidrólisis sulfúrica prolongada, pensamos que aquellos resultados podrían ser también más bajos que en el caso de la hidrólisis sulfúrica breve. Si esta suposición se confirmase y los resultados obtenidos presentasen una buena reproducibilidad, supusimos que el desarrollo de un método de determinación del contenido de triptófano de la lana haciendo uso de una hidrólisis breve con ácido sulfúrico podría suponer una contribución al estudio del contenido del triptófano de la lana.

## 2. Parte experimental

### 2.1. *Productos y equipo*

#### 2.11. *Productos*

Los productos utilizados han sido:

Triptófano, Schuchardt

p-Dimetilaminobenzaldehído, para análisis, Schuchardt

Acido sulfúrico, para análisis.

#### 2.12. *Materia*

Lana Cabo de  $21\mu$  de finura, en floca, lavada a temperatura ambiente con éter, alcohol, agua, alcohol y éter y secada a temperatura ambiente.

Tejido de lana no operado industrialmente, desprovisto de materias extrañas mediante extracción en aparato soxhlet con cloruro de metileno y lavado posterior con un detergente no iónico

#### 2.13. *Soluciones*

El p-dimetilaminobenzaldehído se ha preparado disolviendo 5 gr del mismo en ácido sulfúrico al 10 % hasta un volumen total de 100 ml.

La solución de triptófano se ha preparado disolviendo 600 mg de este aminoácido en ácido sulfúrico 0,03 N hasta un volumen total de 1.000 ml. Se ha conservado en una botella color topacio y al abrigo de la luz.

Solución de nitrato sódico 0,01 M.

Solución de ácido sulfúrico 18 N.

#### 2.14. *Aparatos*

Ultratermostato COLORA con una precisión de  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ .

Espectrofotómetro BECKMAN DU.

## 2.2. Técnica de Trabajo

El esquema de los diferentes aparatados estudiados es el siguiente:

- 2.21. Influencia de la temperatura y concentración del ácido sulfúrico en el tiempo de disolución de la lana.
- 2.22. Influencia de la cantidad de nitrito sódico y del tiempo de desarrollo en el desarrollo de la coloración.
- 2.24. Influencia del tiempo en el desarrollo de la coloración.
- 2.25. Influencia de la temperatura en el desarrollo de la coloración.
- 2.26. Curva de calibración.
- 2.27. Resumen del método y valores hallados en diferentes lanas.

2.21. *Influencia de la temperatura y de la concentración de ácido sulfúrico en el tiempo de disolución de la lana.*

Se determinó el tiempo de disolución de 0,06 g de la lana Cabo en ácido sulfúrico de diferentes concentraciones a la temperatura de 70°C, así como en ácido sulfúrico 18 N a varias temperaturas. Los resultados se expresan en la Tablas I y II.

TABLA I

<i>Concentración de ácido sulfúrico</i>	<i>Tiempo aproximado de disolución a 70° (minutos)</i>
9 N	420
12 N	135
15 N	100
18 N	70

TABLA II

<i>Temperatura °C</i>	<i>Tiempo aproximado de disolución en ácido sulfúrico 18 N (minutos)</i>
50	440
60	155
70	70
80	40

A la vista de estos datos se adoptaron en principio las siguientes condiciones de hidrólisis: concentración de ácido sulfúrico, 18 N, temperatura, 70°C, y tiempo, 2 horas (con este tiempo la reacción podrá realizarse en fase homogénea).

En los ensayos con triptófano se procedió del siguiente modo:

En un matraz aforado de 50 ml de capacidad se introdujeron por este orden, 1 ml de la solución de triptófano, 2 ml de ácido sulfúrico 18 N, se agitó el contenido del matraz. se añadió 1 ml de la solución de p-dimetilaminobenzaldehído, se uniformó el conjunto y finalmente se añadieron 11 ml de ácido sulfúrico 18 N.

Se taparon los matraces, se colocaron en un soporte y se introdujeron en un termostato previamente regulado a 70°C, manteniendo esta temperatura durante 2 horas. Pasado este tiempo, se enrasaron los matraces con agua destilada. Se midieron las densidades ópticas en el espectrofotómetro en cubeta de 1 cm a la longitud de onda de 605 m $\mu$ . Las densidades ópticas obtenidas fueron muy bajas,

por lo que se creyó necesario añadir nitrito sódico. Primeramente se añadió 0,1 ml de nitrito sódico 0,01 M con lo que se consiguió un aumento muy grande de la densidad óptica; no obstante, se observó que posteriores adiciones de nitrito producían aumentos de la densidad óptica y que ésta aumentaba, al hacerlo, el tiempo de desarrollo. Ello condujo al estudio de la cantidad de nitrito que da lugar a una coloración máxima y de la densidad óptica en función del tiempo.

## 2.22. Influencia de la cantidad de nitrito y del tiempo de desarrollo en el desarrollo de la coloración.

Se procedió a la adición de 0,5, 1, 1,5 y 2 ml de nitrito sódico 0,01 M y se determinó la densidad óptica a diferentes tiempos. Como no se llegó a un equilibrio de la densidad óptica, se hizo otro ensayo con 2, 2,5, 3 y 3,5 ml de nitrito. Los resultados están representados gráficamente en las figuras 1 y 2. Cada punto co-

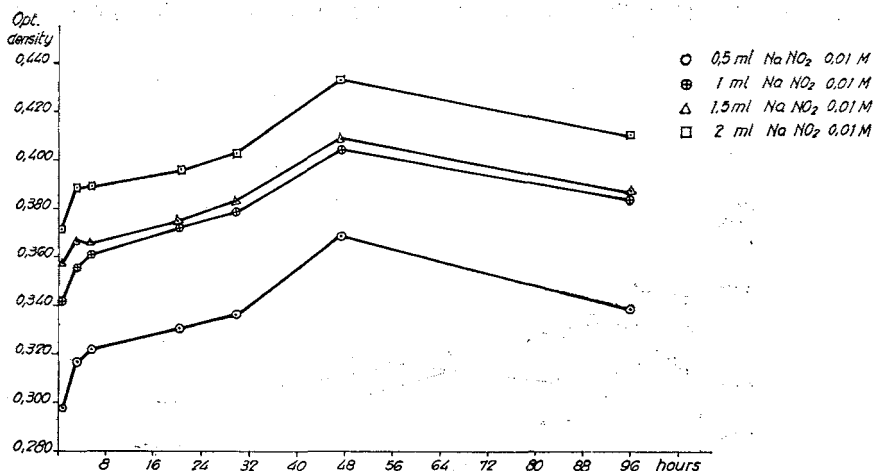


Fig. 1. Evolución de la densidad óptica en función del tiempo y de la cantidad de nitrato añadida.

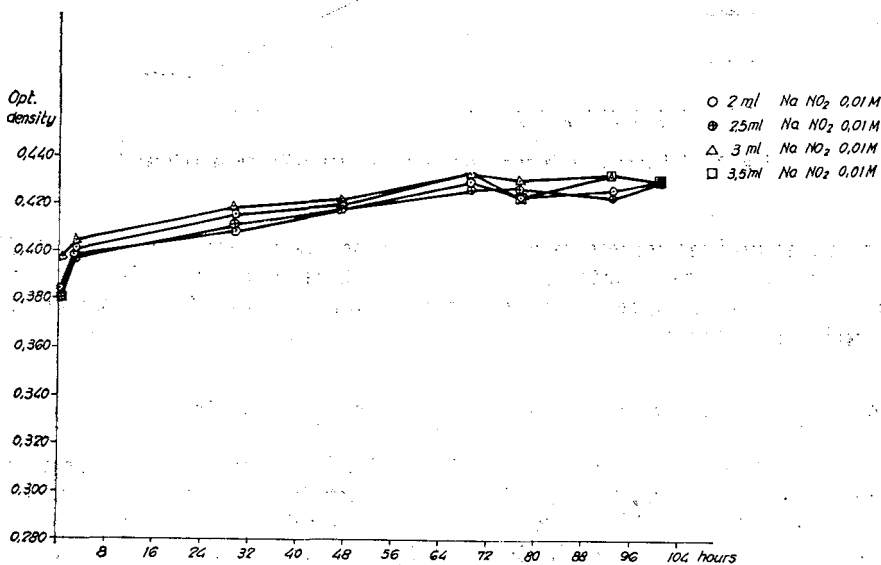


Fig. 2. Evolución de la densidad óptica en función del tiempo y de la cantidad de nitrato añadida.

responde al valor medio de cuatro determinaciones. De la figura 2 se deduce que añadiendo 2 ml de nitrito se consigue un máximo de densidad óptica y que ésta alcanza el equilibrio con un tiempo de desarrollo de 69 horas. A las 3 h 30 minutos y 96 horas de desarrollo, se determinaron los espectros de absorción para saber si se presenta un desplazamiento del máximo de absorción, provocado por las diferentes adiciones de nitrito, y a que longitud de triptófano mucho más diluida, 100 mg/1 en lugar de 600 mg/1. La posición del máximo no varió y éste se presentó a 585 m $\mu$ .

### 2.23. *Influencia de la temperatura en la velocidad de desarrollo de la coloración.*

Como quiera que a temperatura ambiente el tiempo necesario para alcanzar un valor constante de la densidad óptica es muy elevado, se procedió al estudio de la influencia de la temperatura en la velocidad de desarrollo. Los ensayos se hicieron a 40, 50, 60 y 70°C y los resultados se expresan en la figura 3. Cada

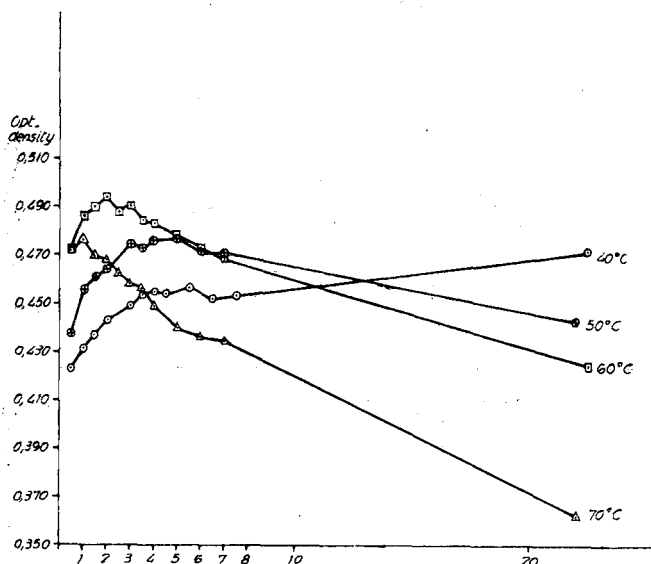


Fig. 3. Influencia de la temperatura en el desarrollo de la coloración.

punto de las gráficas representa el valor medio de cuatro determinaciones. A 70°C, el desarrollo alcanza el máximo al cabo de 1 hora, pero, teniendo en cuenta la naturaleza de la curva, se prefirió adoptar la temperatura de 60°C y un tiempo de desarrollo de 2 horas.

### 2.24. *Influencia del tiempo en el desarrollo de la coloración.*

Fijados la cantidad de nitrito a añadir, 2 ml, y el tiempo y temperatura de desarrollo, 2 horas y 60°C respectivamente, se estudió la influencia del tiempo de contacto con ácido sulfúrico 18 N a 70°C, de la solución de triptófano por una parte y de lana por otra, en la densidad óptica. Los resultados se indican en las Tablas III, IV y en la figura 4.

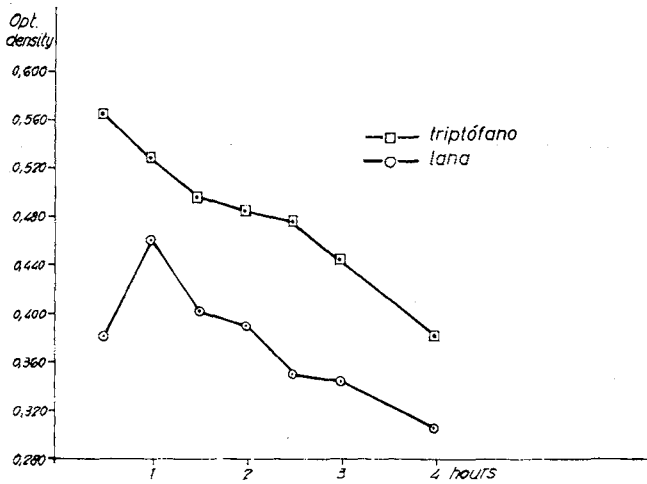


Fig. 4. Densidad óptica en función del tiempo de hidrólisis.

TABLA III

*Densidades ópticas en función del tiempo de contacto con ácido sulfúrico 18 N a 70°C (Triptófano)*

Tiempo	30'	1 h	1 h 30'	2 h	2 h 30'	3 h	4 h
Densidades ópticas	0,571	0,528	0,499	0,481	0,501	0,459	0,398
	0,583	0,530	0,479	0,478	0,471	0,448	0,390
	0,568	0,514	0,491	0,493	0,485	0,448	0,394
	0,579	0,528	0,502	0,483	0,480	0,445	0,389
	0,573	0,530	0,490	0,491	0,484	0,437	0,397
	0,569	0,520	0,483	0,498	0,471	0,445	0,380
	0,565	0,520	0,497	0,498	0,467	0,442	0,397
	0,568	0,520	0,502	0,485	0,467	0,444	0,395
	0,580	0,510	0,490	0,470	0,465	0,443	0,393
	0,572	0,527	0,492	0,481	0,471	0,441	0,397
	0,580	0,530	0,498	—	0,467	0,441	0,397
	0,578	0,529	0,488	0,482	0,470	0,437	0,385
						0,439	0,387
M=	0,574	0,523	0,492	0,483	0,474	0,444	0,392
% CV=	1,026	1,34	1,26	1,63	2,21	1,50	1,63

TABLA IV

*Densidades ópticas en función del tiempo de contacto con ácido sulfúrico 18 N a 70°C (referidas a 0,06 g de lana seca)*

Tiempo	30'	1 h	1 h 30'	2 h	2 h 30'	3 h	4 h
Densidades ópticas	0,388	0,447	0,403	0,386	0,334	0,356	0,295
	0,364	0,454	0,405	0,386	0,352	0,346	0,281
	0,351	0,461	0,395	0,402	0,352	0,356	0,295
	0,369	0,444	0,397	0,402	0,347	0,342	0,282
	0,368	0,450	0,401	4,390	0,346	0,346	0,302
	0,393	0,471	0,410	0,404	0,339	0,343	0,296
	0,388	0,453	0,388	0,403	0,355	0,340	0,299
	0,381	0,475	0,407	0,393	0,359	0,352	0,298
	0,396	0,473	0,412	0,404	0,354	0,327	0,299
	0,394	0,473	0,414	0,390	0,354	0,348	0,300
	0,393	0,468	0,402	0,386	0,356	0,332	0,288
	0,397	0,451	0,400	0,380	0,355	0,335	—
	M=	0,381	0,460	0,402	0,393	0,350	0,343
% CV=	0,370	2,6	1,71	1,98	2,07	2,60	2,53

En los ensayos con lana, se introdujeron 0,06 g de ésta (el peso de la muestra seca se determinó por comparación, poniendo otra muestra, pesada en el mismo momento, en una estufa a 105°C y permaneciendo en ésta hasta un peso constante) en un matraz aforado de 50 ml de capacidad, se añadieron 2 ml de ácido sulfúrico 18 N, 1 ml de p-dimetil-aminobenzaldehído (uniformización), 11 ml de ácido sulfúrico 18 N (nueva uniformización) y se taparon los matraces. Los matraces, colocados en un soporte, se introdujeron en el termostato regulado a 70°C durante un tiempo determinado y se agitaron cada 15 minutos. Una vez transcurrido el tiempo, se enfriaron, se añadieron 2 ml de nitrato sódico 0,01 M, se enrasaron con agua destilada y se introdujeron en el baño termostático previamente calentado y regulado a 60°C. Transcurridas las dos horas que dura el desarrollo, se filtró el contenido de los matraces en un embudo de placa filtrante del núm. 3, se dejó enfriar y se procedió a la lectura de la densidad óptica a una longitud de onda de 585 m $\mu$ . La baja densidad óptica correspondiente al tiempo de media hora, se debe a que la lana no se disolvió completamente.

Como se puede observar, la evolución de la densidad óptica en el caso del triptófano solución y en el caso de la lana es muy semejante. Al no presentarse un máximo para un tiempo determinado, se consideró bueno el tiempo de hidrólisis provisionalmente adoptado, ya que, si para un tiempo de una hora la densidad óptica es más elevada, la lana no se había disuelto totalmente, habiéndose observado, por otra parte, que el tiempo de disolución puede variar de unas lanas a otras. Esto último nos confirmó en la idea de mantener el tiempo inicialmente adoptado.

#### 2.25. Influencia de la temperatura en el desarrollo de la coloración

Se estudió también la influencia de la temperatura del tratamiento con ácido sulfúrico 18 N en el desarrollo de la coloración. Los ensayos se hicieron con solución de triptófano y con lana. Los resultados obtenidos se indican en las Tablas V

y VI y en la figura 5. Como puede observarse, las densidades ópticas disminuyen de forma sensiblemente lineal al aumentar la temperatura. La evolución de la densidad óptica es bastante similar en el caso del triptófano solución y en el

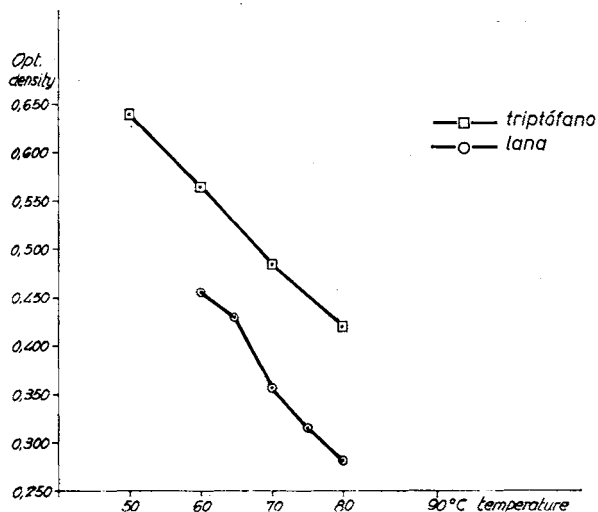


Fig. 5. Densidad óptica en función de la temperatura de hidrólisis.

caso de la lana. Al no presentarse un máximo de densidad óptica a una temperatura determinada, se consideró buena la temperatura de hidrólisis provisionalmente adoptada.

TABLA V

*Densidades ópticas en función de la temperatura para tiempos de 2 horas (triptófano)*

Temperatura	50°C	60°C	70°C	80°C
Densidades ópticas	0,641	0,565	0,481	0,415
	0,637	0,570	0,492	0,421
	0,645	0,558	0,499	0,417
	0,651	0,570	0,494	0,415
	0,640	0,570	0,489	0,425
	0,643	0,559	0,480	0,418
	0,647	0,567	0,492	0,414
	0,638	0,559	0,489	0,425
	0,639	0,571	0,481	0,425
	0,630	0,560	0,475	0,420
	0,637	0,558	0,481	0,427
	0,639	0,563	0,478	0,413
	M=	0,640	0,564	0,485
% CV=	0,80	0,75	1,48	1,01



TABLA VI

*Densidades ópticas en función de la temperatura para tiempos de 2 horas (referidas a 0,06 g de lana cabo seca)*

Temperatura	60°C	65°C	70°C	75°C	80°C
Densidades ópticas	0,465	0,437	0,346	0,321	0,276
	0,457	0,435	0,349	0,324	0,295
	0,434	0,441	0,359	0,310	0,287
	0,461	0,429	0,364	0,321	0,290
	0,457	0,433	0,368	0,319	0,303
	0,466	0,435	0,363	0,310	0,288
	0,465	0,425	0,355	0,319	0,290
	0,460	0,426	0,361	0,324	0,281
	0,457	0,424	0,360	0,310	0,286
	0,460	0,423	0,363	0,324	0,292
	0,465	0,428	0,357	0,319	0,301
	0,457	0,432	0,359	0,312	0,290
	M=	0,458	0,430	0,358	0,317
% CV=	1,69	1,19	1,8	2,1	2,07

2.26. Curva de calibración

A partir de una solución de triptófano de una concentración de 600 mg/l se prepararon soluciones de 450, 225 y 100 mg/l. Los ensayos se hicieron por triplicado. Los resultados medios se representan gráficamente en la fig. 6. Un segundo ensayo dio resultados coincidentes.

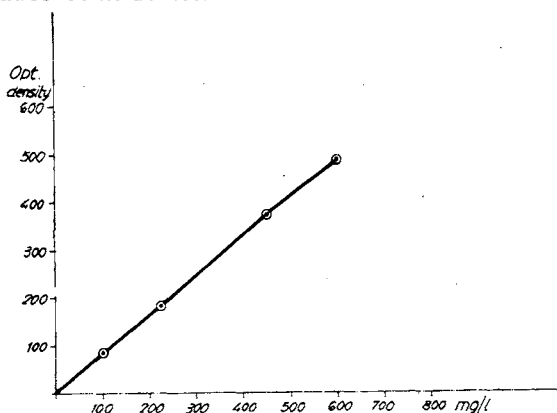


Fig. 6. Curva de calibración.

2.27. Resumen del método y valores hallados en diferentes lanas

En el apartado 2.24 se ha detallado el método operatorio, aquí sólo indicaremos las condiciones de hidrólisis y desarrollo:

Medio hidrolizante: ácido sulfúrico 18 N.  
 Temperatura de hidrólisis: 70°C.

Tiempo de hidrólisis: 2 horas.

Desarrollo con 2 ml de nitrito sódico 0,01 M.

Temperatura de desarrollo: 60°C.

Tiempo de desarrollo: 2 horas.

En la Tabla VII se indican los valores hallados en diferentes tipos de lana, haciendo uso del método estudiado y del método de hidrólisis clorhídrica breve (Miró).

TABLA VII

*Contenido de triptófano de varias lanas*

Tipo de lana	METODO MIRO				METODO ESTUDIADO			
	1.º ensayo % trip.	2.º ensayo % trip.	media total	rango	1.º ensayo % trip.	2.º ensayo % trip.	media total	rango
Cabo	0,461	0,443	0,447	0,031	0,797	0,81	0,787	0,050
	0,450	0,450			0,774	0,785		
	0,430	0,447			0,76	0,795		
Tejido lana	0,552	0,573	0,567	0,027	0,824	0,79	0,80	0,036
	0,564	0,552			0,80	0,788		
	0,563	0,579			0,794	0,799		
Extra Australia	0,411	0,418	0,413	0,027	0,811	0,82	0,805	0,028
	0,429	0,402			0,794	0,80		
	0,407	0,416				0,81		
1.º Australia	0,448	0,443	0,433	0,029	0,842	0,834	0,843	0,036
		0,419			0,860			
	0,432	0,426			0,824	0,842		
Australia Llapiso	0,431	0,407	0,414	0,024	0,76	0,787	0,77	0,037
	0,413	0,395			0,75	0,773		
	0,412	0,416			0,77	0,77		
	0,420	0,422						
Merino tipo III	0,404	0,391	0,397	0,016	0,74	0,74	0,752	0,030
	0,391	0,407			0,76			
		0,394			0,77	0,75		
Merino tipo IV	0,420	0,435	0,424	0,018	0,86	0,83	0,845	0,030
	0,432	0,418			0,86	0,84		
	0,423	0,417			0,83	0,85		
Chile	0,437	0,441	0,433	0,039	0,765	0,777	0,77	0,020
	0,420	0,431			0,761	0,775		
	0,416	0,455			0,780	0,76		
Uruguay	0,413	0,422	0,431	0,036	0,819	0,826	0,815	0,039
	0,436	0,437			0,791	0,803		
	0,450	0,499			0,810	0,819		

Hemos de destacar que si se vierten sobre la lana los 13 ml de ácido sulfúrico y después 1 ml de p-dimetilaminobenzaldehído, los resultados obtenidos son inferiores y menos reproducibles que cuando se vierten sobre la lana 2 ml de ácido

sulfúrico, 1 ml de p-dimetilaminobenzaldehído (uniformización) y finalmente se añaden los 11 ml de ácido sulfúrico restantes. Esto está de acuerdo con las observaciones de Mazingue y col. (3) y de Graham y Statham (2).

Los valores hallados por el método estudiado son inferiores a los que indican Graham y Statham (0,98 %), pero su reproductibilidad es muy superior, así como la rapidez de las determinaciones.

Por todo ello, creemos haber llegado a la meta que nos habíamos propuesto: encontrar un método de determinación rápida del triptófano de la lana, mediante una hidrólisis breve, que diese contenidos de triptófano elevados a la vez que reproducibles.

#### 4. Aplicación del método a lanas alteradas

Se procedió a una serie de tratamientos usuales dentro de la industria lanera que modifican el contenido de triptófano, para conocer la respuesta del método a estas alteraciones. También se procedió a la determinación del contenido de triptófano por el método de Miró y se compararon los resultados con los del método estudiado. Lo mismo se pretendió hacer con el método de Graham y Statham, pero no fue posible por su baja reproductibilidad. Se empleó un tejido de lana no operado industrialmente.

##### 4.1. Tratamientos

##### 4.1.1. Tratamiento térmico

Se expuso la lana a la acción del calor seco de una estufa de laboratorio, durante 3 horas a la temperatura de 110, 125, 140, 155 y 170°C. Los resultados obtenidos se indican en la tabla VIII y en la figura 7. La evolución de la disminu-

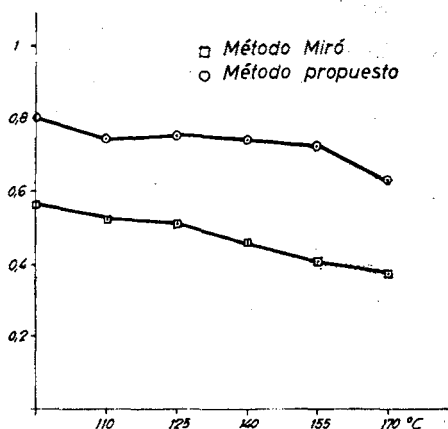


Fig. 7. Influencia del calor en el contenido de triptófano.

ción del contenido de triptófano es gradual a medida que aumenta la temperatura e igual en ambos métodos.

##### 4.1.2. Tratamiento de clorado

Se prepararon baños de clorado con un contenido inicial de 3 ml de ácido clorhídrico concentrado por litro y concentraciones de cloro activo, valorado por iodometría, de 0,5, 1,5, 2, 3 y 4 g/l; la relación de baño fue de 1/50. Se puso en contacto la lana con el baño durante 15 minutos a temperatura ambiente, se

lavó después con agua destilada y se introdujo la lana en una solución de sulfito sódico a 40°C durante 10 minutos. Una vez eliminado los restos de cloro se lavó a fondo y se secó al aire. Los resultados vienen indicados en la tabla IX y su representación gráfica en la figura 8. La evolución del contenido de triptófano es similar, como en el caso anterior, en ambos métodos.

TABLA VIII

*Influencia de la temperatura en el contenido de triptófano*

Temperatura	METODO MIRO					METODO ESTUDIADO				
	1.º ensayo		2.º ensayo		media total	1.º ensayo		2.º ensayo		media total
	% trip.	media	% trip.	media		% trip.	media	% trip.	media	
110°C	0,531		0,522			0,748		0,762		
	0,550	0,543	0,501	0,515	0,529	0,727	0,741	0,726	0,744	0,743
	0,549		0,523			0,758		0,736		
125°C	0,511		0,506			0,755		0,745		
	0,529	0,518	0,506	0,512	0,515	0,752	0,761	0,775	0,758	0,759
140°C	0,454		0,462			0,766		0,735		
	0,462	0,461	0,477	0,467	0,464	0,723	0,739	0,759	0,750	0,744
155°C	0,401		0,421			0,728		0,713		
	0,413	0,403	0,415	0,419	0,411	0,734	0,732	0,732	0,718	0,725
	0,397		0,423			0,735		0,709		
170°C	0,373		0,393			0,664	0,646	0,649	0,629	0,637
	0,383	0,382	0,374	0,381	0,381	0,637		0,613		
	0,391		0,376					0,625		
Muestra no tratada			0,567					0,80		

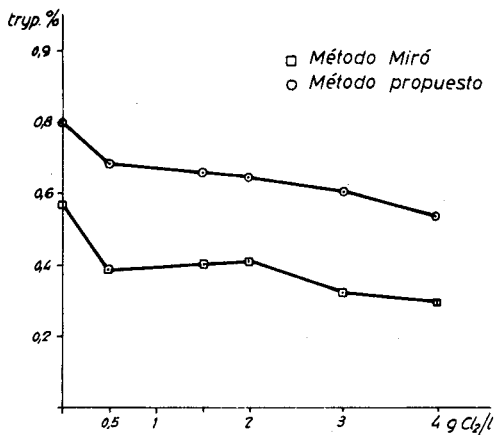


Fig. 8. Acción de los baños de clorado sobre el contenido del triptófano.

TABLA IX

*Influencia de la concentración de cloro en el contenido de triptófano*

g Cl <sub>2</sub> /l activo 1	METODO MIRO				METODO ESTUDIADO					
	1.º ensayo		2.º ensayo		media total	1.º ensayo		2.º ensayo		media total
	%trip	media	%trip	media		%trip	media	%trip	media	
0,5	0,411		0,358		0,389	0,690		0,674		0,679
	0,387	0,402	0,369	0,365		0,684	0,686	0,666	0,672	
	0,409		0,368			0,685		0,684		
1,5	0,429		0,378		0,406	0,667		0,663		0,662
	0,440	0,424	0,386	0,387		0,677	0,660	0,677	0,665	
	0,405		0,397			0,638		0,655		
2	0,423		0,425		0,418	0,664		0,625		0,644
	0,411	0,412	0,427	0,424		0,650	0,655	0,644	0,633	
	0,403		0,422			0,653		0,632		
3	0,318		0,334		0,327	0,596		0,582		0,603
	0,336	0,326	0,326	0,328		0,618	0,608	0,602	0,598	
	0,324		0,325			0,610		0,612		
4	0,293		0,308		0,299	0,536		0,512		0,533
	0,297	0,297	0,298	0,301		0,555	0,538	0,540	0,526	
	0,301		0,298			0,525				
Muestra no tratada			0,567					0,80		

#### 4.13. Tratamiento de blanqueo con peróxido de hidrógeno

Se sometió la lana a un tratamiento de blanqueo con agua oxigenada de una concentración de 0.1, 0.25, 0.5, 1, 2, 4 y 6 vol 02/1. Las condiciones del tratamiento fueron las siguientes: temperatura 60°C; pH9 (conseguido con Estabilizador C y en caso necesario con una mezcla de Estabilizador C e hidróxido sódico 1 N); tiempo 6 horas; relación de baño 1/40. Los resultados de los dos métodos a estos tratamientos tienen especial importancia, ya que, según Graham y Statham (10), el tratamiento con agua oxigenada es el tratamiento oxidante que menos afecta al triptófano, mientras que, según Miró, es el que mayor pérdida de este aminoácido produce. Según Graham y Statham la causa de la pérdida tan elevada de triptófano sería debida a que después del blanqueo la lana contendría peróxido de hidrógeno absorbido, el cual reaccionaría con el ácido clorhídrico empleado como medio hidrolizante y sería el cloro resultante de esta reacción el que causaría la disminución del contenido de triptófano. Esta hipótesis fue criticada por Miró (11), pues un tratamiento con sulfito sódico después del blanqueo no modificó en absoluto el contenido de triptófano. Los resultados de Miró concuerdan con los obtenidos por Cegarra y col. (12) empleando el método de Miró.

TABLA X

Influencia de la concentración de peróxido de hidrógeno en el contenido de triptófano

Vol O <sub>2</sub> /l	METODO MIRO					METODO ESTUDIADO				
	1.º ensayo		2.º ensayo		media total	1.º ensayo		2.º ensayo		media total
	%trip	media	%trip	media		%trip	media	%trip	media	
0,1	0,361		0,371			0,814		0,848		
	0,353	0,358	0,367	0,371	0,371	0,819	0,807	0,825	0,833	0,820
	0,262		0,378			0,788		0,828		
0,25	0,276		0,282			0,786		0,809		
	0,278	0,278	0,290	0,285	0,281	0,781	0,777	0,810	0,814	0,795
	0,282		0,283			0,777		0,815		
0,5	0,228		0,229			0,762		0,756		
	0,241	0,230	0,246	0,243	0,236	0,755	0,757	0,727	0,740	0,749
	0,221		0,248			0,744		0,748		
1	0,151		0,153			0,711		0,742		
	0,151	0,151	0,160	0,16	0,155	0,722	0,718	0,753	0,753	0,735
	0,152		0,169			0,722		0,766		
2	0,078		0,067			0,671		0,656		
	0,073	0,076	0,068	0,067	0,072	0,700	0,684	0,668	0,670	0,677
	0,078		0,066			0,682		0,686		
4	0,044		0,045			0,649		0,639		
	0,047	0,046	0,042	0,043	0,044	0,611	0,629	0,642	0,64	0,634
	0,048		0,040			0,629		0,64		
6	0,032		0,029			0,591		0,614		
	0,032	0,031	0,018	0,024	0,028	0,578	0,585	0,685	0,604	0,634
Muestra no tratada			0,567					0,80		

En la tabla X y en la figura 9 se expresan los resultados obtenidos. Como se ve, el método estudiado está bastante próximo al de Graham y Statham en cuanto a su respuesta frente a los tratamientos con agua oxigenada, si bien las pérdidas de triptófano son mayores. Resulta interesante observar observar que para un tratamiento con peróxido de hidrógeno de 2 vol O<sub>2</sub>/l, tratamiento muy normal en la industria, la pérdida de triptófano según el método estudiado es del 17 %, en tanto que, según el método de Miró, es del 88 %. Estos valores obtenidos por el método de Miró concuerdan con los obtenidos por el mismo Miró (11) y por Cegarra y col. (12). Lo que parece cierto es que la hidrólisis clorhídrica ocasiona una mayor destrucción del triptófano que la hidrólisis con ácido sulfúrico, tanto en lanas no blanqueadas como en lanas blanqueadas, y que en este último caso la destrucción es mucho más acentuada.

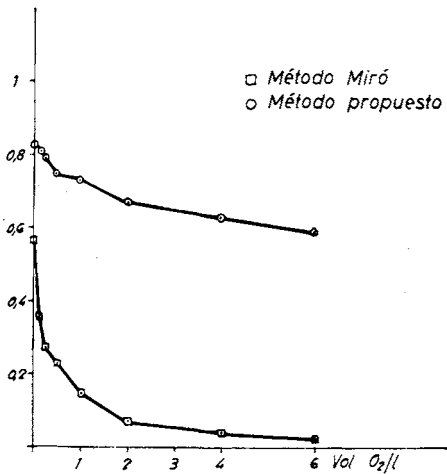


Fig. 9. Acción del blanqueo sobre el contenido de triptófano.

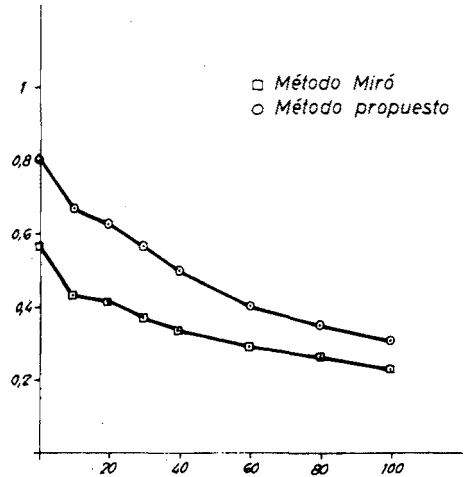


Fig. 10. Acción de la exposición en Fade-Ometer sobre el contenido de triptófano.

TABLA XI

Influencia del tiempo de exposición en Fade-Ometer en el contenido de triptófano

horas exposición	METODO MIRO			METODO ESTUDIADO		
	1.º ensayo	2.º ensayo	media	1.º ensayo	2.º ensayo	media
10	0,438	0,444	0,436	0,645	0,657	0,668
	0,413	0,430		0,686	0,671	
	0,456					
20	0,424	0,424	0,417	0,633	0,647	0,63
	0,420	0,401		0,613	0,63	
	0,416			0,628		
30	0,379	0,371	0,374	0,587	0,544	0,567
	0,376	0,374		0,568	0,56	
	0,371			0,575		
40	0,353	0,345	0,343	0,499	0,496	0,498
	0,332	0,340		0,509	0,493	
	0,344			0,497		
60	0,291	0,309	0,296	0,417	0,40	0,409
	0,292	0,291		0,416	0,412	
	0,297			0,401		
80	0,268	0,265	0,267	0,354	0,362	0,357
	0,273	0,261		0,363	0,357	
				0,351		
100	0,240	0,23	0,234	0,325	0,323	0,313
	0,324	0,238		0,313	0,308	
	0,229			0,297		
Muestra no tratada		0,567			0,80	

#### 4.14. Acción de la exposición en Fade-Ometer

Muestras de un tejido de lana fueron expuestas en un Fade-Ometer durante varios tiempos. Los tiempos de exposición fueron 10, 20, 30, 40, 60, 80 y 100 horas. Se eligió este tipo de exposición por la riqueza en radiaciones ultravioleta de las radiaciones a que se somete una muestra en el Fade-Ometer. Los resultados se expresan en la tabla XI y en la figura 10.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen al Patronato de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Tarrasa la ayuda que ha hecho posible la ejecución del presente trabajo. También desean agradecer al Dr. Pedro Miró, del Patronato de la Cierva (C.S.I.C.), sus valiosos comentarios y a la señorita Ana M.<sup>a</sup> Gil su ayuda en el trabajo experimental.

#### BIBLIOGRAFIA

- (1) *Spies y Chambers.* — Anal. Chem., **20**, 30 (1948); **21**, 1249 (1949).
- (2) *Graham y Statham.* — Tex. Res. Journal, **30**, 136 (1960).
- (3) *Mazingue, Decroix y Van Oberbéke.* — Bull. I.T.F., **47**, 37 (1966).
- (4) *Miró.* — Investigación e Información Textil, **4**, 25 (1961).
- (5) *Block y Bolling.* — The aminoacid composition of proteins and foods, Charles C. Thomas Spring-field, Ed. Illinois, U.S.A., 1951, 489.
- (6) *Trail.* — J. Soc. Dyers and Colourists **7**, 257 (1951).
- (7) *Kraus.* — J. Biol. Chem., **63**, 157 (1925).
- (8) *Schirlé.* — Bull. I.T.F., **41**, 21 (1953); *Ibid*, **42**, 43 (1953).
- (9) *May y Rose.* — J. Biol. Chem., **54**, 213 (1922).
- (10) *Graham y Statham.* — Tex. Res. Journal, **32**, 908 (1962).
- (11) *Miró.* — Investigación e Información Textil, **7**, 223 (1964).
- (12) *Cegarra, Ribé y Gacén.* — I.W.T.O. Tech. Com. París, 1962.