

DETERMINACION DE LA DENSIDAD DE LA FIBRA POLIESTER POR EL METODO DE "COLUMNA GRADIENTE DE DENSIDADES"

Publio Puente. Licenciado en Ciencias Químicas, Profesor de Laboratorio de Tintorería en Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales (Sección Textil), Tarrasa.

INTRODUCCION.

En la industria se presentan a veces problemas en las tinturas de fibras de poliéster que son difíciles de resolver y producen lamentables pérdidas de tiempo. La causa de ello es, en algunos casos, la estructura cristalina de las fibras (1). Estas, cuando están excesivamente cristalizadas hacen que sea más lenta la difusión de los colorantes, y al mismo tiempo disminuye la capacidad de absorción por los mismos, con la consiguiente reducción del rendimiento de la tintura previamente calculado, además de producir efectos secundarios, como son la disminución de la solidez de las tinturas a determinados tratamientos. Este problema se agrava, cuando existen en un tejido fibras de poliéster de diferentes partidas, que, en caso de tener distinta cristalinidad, producirá diferentes grados de absorción del colorante, originando en aparición de barrados.

La densidad depende directamente del grado de cristalinidad de las fibras, ya que las distancias intermoleculares en las zonas cristalinas son más pequeñas que en las amorfas. Por lo tanto, conociendo la densidad se puede tener una idea de su cristalinidad y a la vez de su comportamiento con los colorantes dispersos. El grado de cristalinidad también puede medirse, principalmente, por Rayos X y análisis espectral en zona de infrarrojos, (2), (3) y (4), pero de los tres métodos, el más asequible para los laboratorios de las industrias quizá sea el de la determinación de la densidad, ya que para los otros dos, se necesitan aparatos costosos y técnicos especializados. Creyéndolo así se pretende en este trabajo, dar las instrucciones necesarias para determinar densidades por el método de la «columna gradiente de densidades» adaptado en nuestros Laboratorios para las fibras de poliéster.

En principio se midieron densidades con un picnómetro para sólidos, utilizando benceno como medio para determinar el volumen, siguiendo las instrucciones de la obra de análisis del Dr. Algerino (5), debiéndose de abandonar dicho sistema porque los resultados eran muy poco reproducibles. De los distintos métodos para determinar densidades, el que creemos más eficaz por su sencillez y rapidez operativa, es el de la «colum-

na gradiente de densidad», introducido por Linderstron-Lang (6) y utilizado por numerosos autores (1), (7), (8) y (9), con diferentes fines. Dicho método da determinaciones hasta con una aproximación de $\pm 0,0002$.

Su fundamento estriba en colocar en la parte inferior de una probeta graduada un líquido y en la parte superior otros menos denso y miscible con el anterior, creando de algún modo un gradiente de densidades lineal a lo largo de la columna. Para ello se siguieron las instrucciones de Tung y Taylor (10) como se describe a continuación.

PARTE EXPERIMENTAL.

Material. — Fibra rizada y cortada suministrada por RODIACETA de 1,5, 3 y 6 deniers.

Aparatos. — Probeta graduada de 250 ó 500 c. c., provista de tapón esmerilado, y material suficiente para montar un aparato como se indica en la figura 1 (10). Soplete de oxígeno o gas, para construir los flotadores.

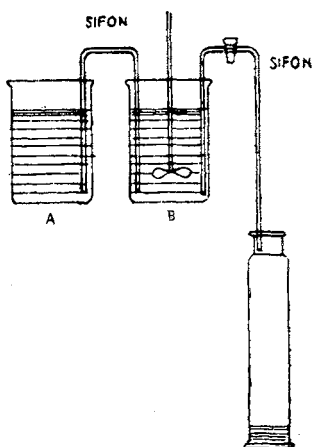


Fig. 1

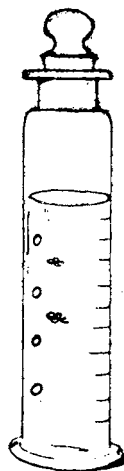


Fig. 2

Disolventes. — Tetracloruro de carbono y clorobenceno rectificadas y secados con cloruro cálcico.

Procedimiento. — Una vez construido el aparato como se indica en la figura 1, se preparan dos disoluciones de densidades 1,37 y 1,39 (dens. fibra poliéster 1,38) con los líquidos indicados y se colocan en cantidades iguales, y suficientes para llenar la probeta, en los vasos A y B respectivamente. El líquido del vaso B cae a la columna a través de un sifón con velocidad u_2 ; al bajar de nivel el líquido del vaso B, se crea un desnivel con respecto al A, con lo cual el líquido del A pasa al B a través del otro sifón con velocidad u_1 . En el vaso B se coloca el agitador para mezclar bien los líquidos, que dan lugar a una gama creciente de densidades que se trasvasa a la columna. Calibrando las velocidades de los

líquidos por medio de una llave emplazada en el segundo sifón, de tal manera que $u_2 = 2 u_1$ se obtienen gradientes lineales que es precisamente lo que se persigue.

La columna así dispuesta se calibra con flotadores de densidad conocida. Estos se construyen soplando tubo de vidrio de tal manera que se obtengan esferitas de unos 3 mm. de diámetro; la densidad de estas esferitas se determina colocándolas en la probeta de la balanza de Mhor, a la que se le ha añadido un líquido de densidad parecida a ellas. Con otro líquido miscible con el anterior, pueden servir los citados anteriormente, se puede aumentar o disminuir la densidad hasta que las esferas se mantengan en el seno de la disolución. Entonces se procede a introducir el inmersor de la balanza anotando los resultados, tomados siempre a la temperatura que indica el termómetro del inmersor. La densidad de las esferitas puede modificarse a capricho raspándolas sobre una lima previamente mojada con agua.

Preparación de las fibras.— Se secan a vacío (0,1 mm. de Hg) durante 24 horas y a continuación se hierven a vacío con una mezcla de tetracloruro de carbono y clorobenceno de densidad parecida a la de las fibras, con objeto de eliminar las burbujas de aire. Se dejan reposar en esta solución unas 4 horas y se añaden a la columna calibrada manteniéndolas durante el tiempo necesario para que se estacionen. Los resultados se calculan interpolando entre dos flotadores de densidad conocida, figura 2. La experiencia debe hacerse a la misma temperatura que la de calibración de los flotadores.

RESULTADOS Y DISCUSION.

Para cada tipo de fibra se han realizado cuatro o cinco ensayos y los resultados se resumen en la tabla siguiente:

	1,5 deniers		3 deniers		6 deniers	
	Dens.	desv.	dens.	desv.	dens.	desv.
	1,3797	+ 0,0002	1,3799	— 0,0010	1,3820	+ 0,0000
	1,3792	— 0,0003	1,3810	0,0001	1,3817	— 0,0003
	1,3803	+ 0,0008	1,3813	0,0004	1,3822	0,0003
	1,3790	— 0,0005	1,3815	0,0006	1,3823	0,0003
					1,3819	0,0001
Suma	5,5182	0,0018	5,5237	0,0021	6,9101	0,0009
Media	1,3809	± 0,0004	1,3809	± 0,0005	1,3820	± 0,0002

Como puede observarse, la reproducción de los resultados es bastante buena, llevando como error medio de una determinación aislada los que se indican en la tabla.

Debe advertirse, que para obtener buenos resultados es necesario preparar el gradiente de densidades con mucho cuidado y sobre todo ambientar las fibras en los líquidos empleados, antes de añadirlas a la co-

lumna, a fin de eliminar posibles causas de error. De esta forma, las fibras llegarán antes al equilibrio, pues la caída de las mismas por la columna es muy lenta; además, es muy posible que las moléculas de disolvente adheridas a la superficie del filamento sean difícil de intercambiar, a pesar de que los líquidos que se usan no presentan afinidad por el poliéster.

Según Miller y Willis (2), las fibras de tereftalato de polietileno tienen en estado amorfo una densidad de 1,34 y cristalizadas al máximo una de 1,41, resultando por consiguiente un margen de 0,07 para diferenciar su grado de cristalinidad. De esto se deduce que las densidades del poliéster, aunque solamente se obtengan hasta la tercera cifra decimal supone un 1% en la cristalinidad, más que suficiente para fines industriales. Por otra parte, no se considera necesario el obtener resultados mejores que los que figuran en éste trabajo, porque se tendrían que hacer mayor número de medidas y quedaría limitada la aproximación por el poder de resolución de la columna.

Estas técnicas pueden hacerse extensivas a cualquier tipo de fibra, teniendo en cuenta su naturaleza para modificar algunos puntos según convenga.

En resumen, por el método de la «Columna gradiente de densidades» pueden determinarse densidades de fibras con tanta exactitud como permita el poder de resolución de la columna. Pueden considerarse como resultados óptimos los encontrados para la fibra de 6 deniers que suponen un error de 0,15 por mil.

AGRADECIMIENTO.

El autor de este trabajo agradece a la Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales (Sección Textil) de Tarrasa, las facilidades dadas para el desarrollo y publicación de este trabajo. Así mismo agradece al Prof. Dr. Ing. D. José Cegarra sus orientaciones, comentarios e indicaciones.

BIBLIOGRAFIA.

- (1) D. Patterson and R. P. Sheldon, *Trans. Faraday Soc.* 55, 1254 (1959).
- (2) R. G. J. Miller and H. A. Willis, *J. Polymer Sci.* 19, 401 (1956).
- (3) I. M. Eard, *Chem. E. Industr.* 905 (1956).
- (4) A. Keller, *J. Polymer Sci.* 21, 363 (1956).
- (5) Algerino, *Chim. Anal. Apl. All'Ind. Tess. e Tint.* II, 17 (1956).
- (6) Linderstrom-Lang, *Nature* 139, 713 (1937).
- (7) Boyer, Spencer and Wiley, *J. Polymer Sci.* 1, 149 (1946).
- (8) Preston J. M. and Nimkar, *J. Textil Inst.*, 41, T446 (1950).
- (9) R. S. Orr, L. G. Weis, H. Moore and J. N. Grant, *Textile Research Journal*, 25, 592 (1955).
- (10) L. H. Tung and W. C. Taylor, *J. Polymer Sci.* 21, 144 (1956).