

Modificación de la estructura de la fibra de poliéster en la manipulación industrial de los artículos de lana/poliéster (*)

J. GACEN
J.M. CANAL ARIAS
J. VALLDEPERAS

0.- RESUMEN

Sobre hilos lana/poliéster se ha estudiado la influencia de los tratamientos de vaporizado, tintura ciega en presencia de carriers, tratamiento con agua y termofijado, sobre el tiempo crítico de disolución del poliéster, que es una técnica relativamente sencilla que permite detectar variaciones estructurales de la fibra.

Se ha comprobado así mismo que muestras termofijadas a distintas temperaturas presentan diferencias de color, que se han determinado aplicando la fórmula ANS 40.

Se dan criterios para delimitar hasta qué punto la estructura física del poliéster es responsable o no de defectos de tintura en artículos lana/poliéster.

RESUME

Sur des fils de laine/polyester, on a étudié l'influence des traitements de vaporisation teinture, sans colorant en présence de véhiculeurs, traitement à l'eau et thermofixage sur le temps critique de dissolution du polyester, qui est une technique relativement simple permettant de détecter des variations de structure de la fibre.

On a vérifié également que des échantillons thermofixés à différentes températures présentent des différences de couleur qui ont été déterminées en appliquant la formule ANS 40.

On donne des critères pour délimiter jusqu'à quel point la structure physique du polyester est responsable ou non de défauts de teinture des articles laine/polyester.

O - SUMMARY

The influence of steaming, blind dyeing using carriers, treatments with water and heatsetting on the critical time of dissolution of the polyester has been studied on wool/polyester yarns. This technique is relatively simple and detects structural variations of the fibre.

It has also been checked that samples heatset, at different temperatures, show differences in colour determined by applying the formula ANS 40.

Criteria are given to establish until what extent the physical structure of polyester is responsible of the faults in dyeing wool/polyester yarns.

* Trabajo presentado en la Reunión de Basilea del Comité Técnico de la Federación Lanera Internacional, Junio 1976.

1.- INTRODUCCION

El tiempo crítico de disolución (TDC) constituye un parámetro sencillo, muy sensible y preciso para detectar cambios en la estructura de la fibra de poliéster producidos por tratamientos térmicos o hidrotérmicos acompañados o no de esfuerzos de tensión. En un trabajo reciente Galil (1) señaló la existencia de una correlación lineal entre el parámetro tintóreo K/S y el logaritmo del TCD y entre la densidad de la fibra de poliéster y el logaritmo del TCD. Por otra parte, Gacén y Canal (2), (3) han estudiado la modificación de este parámetro después de someter la fibra de poliéster a una amplia variedad de tratamientos.

Dada la importancia de los artículos lana/poliéster se ha creído interesante estudiar la variación del TCD y por tanto la modificación de la estructura de la fibra, al someter los artículos mencionados a tratamientos térmicos o hidrotérmicos en presencia o ausencia de carriers. Un estudio de este tipo puede contribuir a dilucidar las causas que motivan las tinturas irregulares de los artículos fabricados con esta mezcla, ya que la estructura física de la fibra de poliéster puede influir, en mayor o menor medida, en la intensidad de la tintura de este componente.

Para proceder a este estudio, como tratamientos industriales que pueden modificar el TCD, se han considerado, el vaporizado, la tintura en presencia de carrier y el termofijado. Por otra parte, para conocer los efectos de las variaciones de la estructura del componente poliéster en la respuesta tintórea de esta fibra se ha procedido a la tintura de muestras termofijadas a diferentes temperaturas.

2.- PARTE EXPERIMENTAL

2.1.- Materia.

Como materia prima se utilizó un hilo de mezcla de poliéster (55%) y lana (45%) y de título 18,8 tex (referencia 0).

2.2 Productos químicos

Fenol, químicamente puro, Scharlau. Tetracloroetano, químicamente puro, Merck.

2.3.- Aparatos

El sencillo equipo necesario para determinar el TCD se describió en (2).

2.4.- Técnica experimental

La determinación del tiempo crítico de disolución así como los consejos para asegurar una buena reproducibilidad están descritos en el trabajo de Gacén y Canal (2).

2.5.- Tratamientos.

El hilo empleado como materia prima fue vaporizado (Ref. 1) siendo después sometido a los siguientes tratamientos;

- 1.- Termofijado a 160° C y a 180° C (Ref. 2 y 3)
- 2.- Tintura ciega durante 1 y 3 horas a 105° C. en presencia de un carrier de base diclorobenceno o de un carrier de base ortofenilfenol (Ref. 4, 5, 6 y 7)
- 3.- Termofijado a 160 y 180 ° C. de las muestras resultantes de los tratamientos indicados en 2) (Ref. 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 y 15.)

Por otra parte el hilo original no vaporizado fue sometido a tratamientos de termofijado a las temperaturas de 160, 165, 170, 175, 180, 190 y 200° C. (Ref. 16, 17, 18, 19, 20, 21 y 22) procediéndose después a la tintura de las muestras resultantes.

2.5.1 Vaporizado

El vaporizado se efectuó a 100° C durante 5 minutos, habiéndose realizado un vacío previo.

2.5.2.— Termofijado

El termofijado de las muestras que no fueron sometidas a una tintura posterior se efectuó en un rame de toberas (BENZ) a la temperatura de 160 y 180° C., durante 60 segundos sin permitir la contracción del hilo.

Las muestras destinadas a ser teñidas fueron termofijadas en un aparato Thermofix durante 3 minutos y sin tensión.

2.5.3.— Tintura

2.5.3.1.— Lavado previo

Sandozina NI	0,5 g/l
Amoniaco (23%)	0,5 ml/l
Temperatura.	50° C
Relación de baño.	1/25
Tiempo	30 minutos

2.5.3.2.— Tintura ciega

Sulfato amónico	2 g/l
Dispersante	0,5% (s.p.f.)
pH (ácido fórmico)	4,5
Carrier	
— diclorobenzeno	3 ml/l
— ortofenilfenol	
Temperatura.	105° C
Relación de baño.	1/30
Tiempo	1—3 horas

2.5.4.— Tintura de las muestras termofijadas.

Como colorante se empleó el C. I. Disperse Blue 79, el cual posee un bajo coeficiente de difusión y es muy sensible para detectar diferencias de afinidad en el poliéster.

Las tinturas se realizaron en las condiciones que se indican (5):

C. I. Disperse Blue	1%
Carrier (o—fenilfenol).	6,5 g/l
pH (ácido acético)	6—6,5
Relación de baño.	1/40
Temperatura.	100° C

El baño se preparó a 50° C, añadiendo el colorante y demás productos auxiliares antes de introducir la materia. Una vez iniciada la tintura se elevó la temperatura a razón de 1° C/min. hasta alcanzar los 100° C, manteniendo la ebullición durante 60 minutos. Transcurrido este tiempo se enfrió hasta 80° C, se lavó dos veces con agua destilada y finalmente con agua corriente.

A continuación se procedió a un lavado reductor a 50° C durante 15 minutos en un baño que contenía:

Hidrosulfito sódico	2 g/l
Sosa acústica (36° Bé)	2 ml/l
Dispersante no iónico	2 g/l

Transcurrido el tiempo indicado se lavó intensamente y se seco al aire.

2.5.5.— Eliminación de la lana de sus meclas con poliéster.

La eliminación de la lana como fase previa a la determinación del TCD se efectuó adaptando la norma ISO (4) a las necesidades de esta experiencia.

Se introdujeron unos 2 m. de hilo poliéster/lana en un erlenmeyer de 250 ml. de capacidad que contenía 100 ml. de una solución de hipoclorito sódico 1 M. El erlenmeyer se agitó energicamente para asegurar un mojado uniforme y, tras proceder a una agitación cada cinco minutos, después de 45 minutos se decantó la solución del erlenmeyer, se lavó el residuo con agua abundante, se neutralizó con una solución diluida de ácido acético, se volvió a lavar y se secó al aire. De este modo se aseguró una completa eliminación de la lana permaneciendo invariable el TCD del componente poliéster.

2.6.— Medida de las diferencias de color.

Las diferencias de color entre pares de muestras teñidas se evaluaron a través de mediciones de reflexión en un colorímetro de filtros R F C 3 Zeiss (se midió con 16 filtros) acoplado a un ordenador Hewlett Packard 2100 A que contenía el programa adecuado para el cálculo de diferencias de color según la fórmula de Adams—Nicherson—Stultz (ANS 40) de acuerdo con las últimas modificaciones propuestas.

3.— RESULTADOS Y DISCUSION.

En la Tabla 1 pueden observarse los valores del TDC en una mezcla de fenol/tetracloroetano 5,56 molar en fenol a 43°C de las muestras de referencia 0 a 15. La concentración del fenol y la temperatura del ensayo se han elegido de modo que puedan detectar pequeñas variaciones estructurales. Por otra parte, antes de proceder al comentario de la influencia de los diferentes tratamientos sobre el TDC conviene recordar (3) que un aumento de este parámetro implica un aumento de la cohesión intermolecular, la cual es la suma de todas las fuerzas de interacción topológica que actúan entre las moléculas y, por tanto, un incremento del fijado de la estructura de la fibra.

3.1.— Influencia del vaporizado sobre el TCD.

La aplicación de un vaporizado en las condiciones señaladas produce un incremento sensible del TCD lo que indica una modificación de la estructura física de la fibra en el sentido de aumentar el grado de fijado como consecuencia del incremento de la proporción de las regiones de mayor orden a expensas de las menos ordenadas (aumento de cristalinidad) el cual es propiciado por la movilidad que adquieren a la temperatura de vaporizado, los segmentos moleculares situados entre regiones cristalinas.

3.2.— Influencia de la tintura sobre el TCD.

De los valores de la tabla 1 se deduce que:

- 1) La aplicación de los tratamientos de tintura especificados en 2.5.3 al hilo vaporizado conduce a incrementos importantes del TCD.
- 2) Para ambos carriers, el aumento del TCD es mucho mayor para el tiempo de tintura más largo.
- 3) El incremento del TCD producido por el tratamiento de tintura es prácticamente el mismo para los dos carriers empleados en la experiencia.

- 4) El tratamiento de tintura en las condiciones señaladas aumenta la estabilidad de la estructura de la fibra.

Para conocer el efecto aislado de los carrier en la modificación del TCD, o lo que es lo mismo en la modificación de la estructura de la fibra, se ha procedido a tratar un hilo vaporizado con agua a 105°C durante 1 y 3 horas. Los valores del TCD de las muestras resultantes son de 80.4 y 80.6, de lo cual se deduce que la mayor proporción del incremento del TCD de los hilos vaporizados sometidos a una tintura posterior se debe a la acción conjunta de la temperatura y del carrier, el cual por su carácter plastificante permite una mayor movilidad de los segmentos moleculares situados entre las regiones de mayor orden y un incremento de la proporción cristalina de la fibra mayor que el que permiten el tratamiento de vaporizado a la misma temperatura o el tratamiento con agua a 105°C en ausencia de carrier.

3.3 Influencia del termofijado sobre el TCD.

De los datos de la Tabla 1 se deduce que la termofijación a 180°C del hilo vaporizado produce un aumento del TCD muy superior al que se presenta cuando se termofija a 160°C . Teniendo en cuenta las correlaciones existentes entre la cristalinidad, densidad y TCD, ello indica que el fijado de la estructura es mucho mayor a 180°C que a 160°C . Por otra parte, el análisis de los valores correspondientes a las muestras teñidas y termofijadas permite indicar que:

- 1) La tintura durante 1 hora en presencia de cualquiera de los dos carriers produce un efecto de fijado similar al producido por el termofijado a 160°C durante 1 minuto.
- 2) Independientemente del carrier utilizado la tintura durante 3 h. produce un efecto de fijado superior al conseguido por el termofijado a 160°C
- 3) El efecto de fijado producido por un termofijado a 160°C de las muestras teñidas durante 1 o 3 horas es superior al que resulta de la aplicación del mismo termofijado a las muestras no teñidas y al efecto de fijado producido por la tintura correspondiente.
- 4) El efecto de fijado producido por un termofijado a 180°C de las muestras teñidas durante 1 y 3 horas es algo inferior al que resulta de aplicar el mismo tratamiento a las muestras no teñidas.
- 5) El mayor grado de fijado de las muestras teñidas y termofijadas a 160°C con respecto a las muestras termofijadas a la misma temperatura y el menor grado de fijado de las muestras teñidas y termofijadas a 180°C con respecto a las muestras termofijadas a esta temperatura podría explicarse por el diferente efecto del carrier residual a las temperaturas de 160°C y 180°C sobre la estructura de la fibra.
- 6) Los mayores tiempos de tintura conducen a un mayor grado de fijado de las muestras termofijadas.
- 7) El grado de fijado de las muestras teñidas y termofijadas es prácticamente independiente del carrier utilizado.

3.4.— Diferencias de color de las muestras termofijadas a diferentes temperaturas.

De los datos de la Tabla I se deduce que la operación de termofijado es la que puede producir una variación más importante del TCD, lo cual es lógico ya que el objeto del termofijado consiste en consolidar la estructura de la fibra de modo que no se produzcan

TABLA 1
Tratamientos aplicados (x) al hilo original y valores correspondientes del TCD del componente de poliéster

Referencia Nº	Vaporizado	Tintura ciega en presencia de carrier						Termofijado (°C)		T.C.D. (seg)
		Diclorobenceno		0-fenil-fenol		160	180			
		1 hora	3 horas	1 hora	3 horas					
0										
1	X								96,4	
2	X						X		246	
3	X							X	1349	
4	X	X							233	
5	X		X						364	
6	X					X			202	
7	X								355	
8	X	X						X	352	
9	X	X							1074	
10	X		X				X		506	
11	X		X					X	1144	
12	X					X		X	413	
13	X					X		X	1090	
14	X						X		493	
15	X							X	1239	

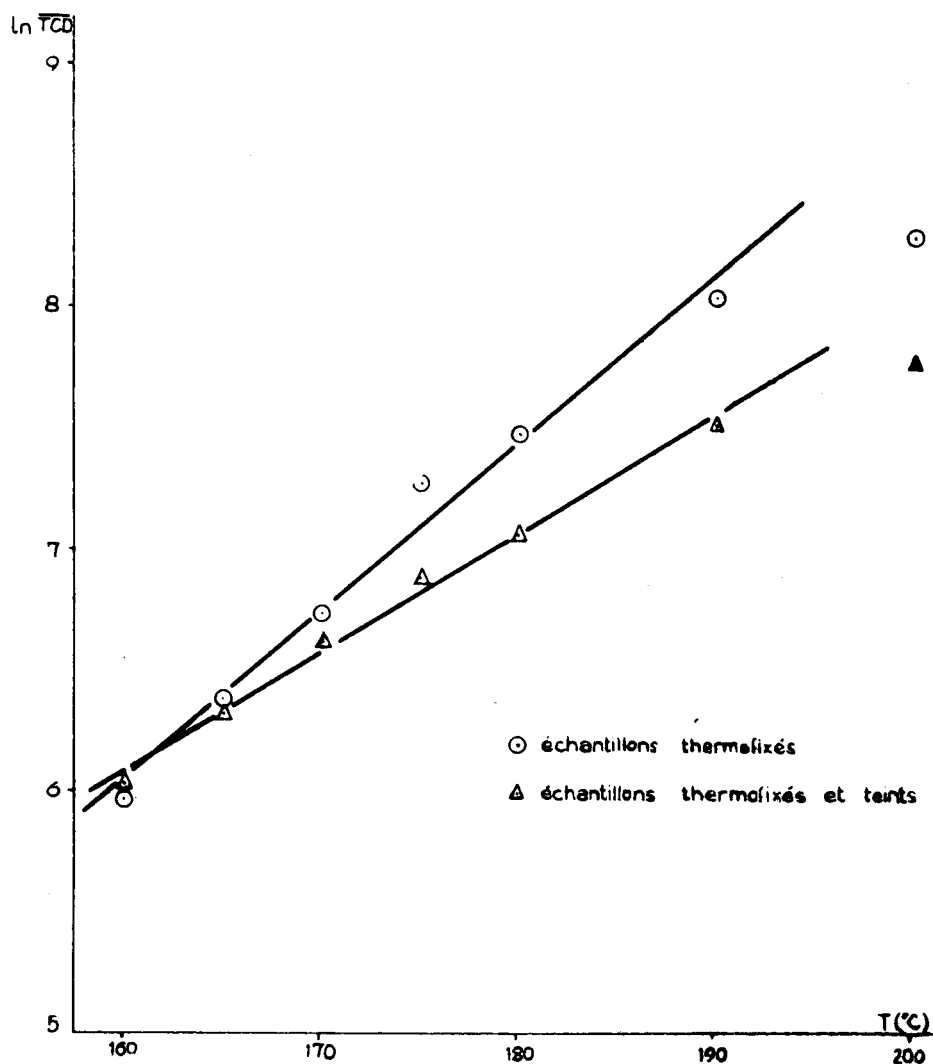


Fig. n.º 1.- Variation du $\ln \overline{TCD}$ vis-à-vis de la température de thermofixation.

cambios dimensionales, a no ser que a lo largo de su manipulación, entretenimiento y usos posteriores se sobrepasen las condiciones del termofijado. De la misma tabla se ha deducido también que la temperatura de esta operación influye decisivamente en la magnitud del TCD y consecuentemente en el grado de fijado alcanzado. A ello cabe añadir que el tiempo de termofijado puede influir notoriamente en el TCD de modo que puede suceder que un artículo termofijado a una temperatura determinada posea un TCD superior al de otro artículo tratado a una temperatura más elevada. Los datos de Gacén y Canal (3) referentes al TCD de muestras termofijadas o texturadas a diferentes temperaturas suponen una confirmación de lo indicado, ya que, para una misma temperatura de tratamiento, el TCD de las muestras termofijadas es mucho más alto que el de las muestras texturadas (menor tiempo de tratamiento).

Teniendo en cuenta las grandes diferencias de los TCD de las muestras termofijadas a 160° y 180° C se procedió a termofijar el hilo de lana/poliéster a las temperaturas de 160, 165, 170, 175, 180, 190, 200° C, durante un tiempo de 3 minutos para asegurar una buena regularidad del tratamiento, para conocer la evolución del TCD en función de la temperatura de termofijado, proceder a la tintura de las muestras termofijadas y evaluar las diferencias de color entre ellas. Después del termofijado se eliminó de la mezcla el componente lana y se pasó a determinar el TCD del componente poliéster antes y después de teñir en las condiciones señaladas en 2.5.4; los valores del TCD de las muestras termofijadas a diferentes temperaturas están contenidos en la tabla 2.

TABLA 2
Influencia de la temperatura de termofijado sobre el TCD

Temperatura termofijado	TCD Seg	
	Muestras termofijadas	Muestras termofijadas y teñidas
160	394	417
165	591	559
170	847	751
175	1452	982
180	1782	1178
190	3151	1841
200	4038	2397

Influencia de la temperatura de termofijado sobre el TCD

En la figura 1 se ha representado gráficamente el ln del TCD en función de la temperatura de termofijado, pudiéndose observar que hasta la temperatura de 190° C existe una buena correlación lineal entre ambos valores. Las ecuaciones de las rectas de regresión son las siguientes:

Materia termofijada: $\ln \text{TCD} = - 5,1797 + 0,0702 T$
coeficiente de correlación = 0,991

Materia termofijada y teñida:..... $\ln \text{TCD} = - 1,821 + 0,0494 T$
coeficiente de correlación = 0,996

Los diferentes valores del TCD de las tablas 1 y 2 correspondientes a las muestras termofijadas a 160 y 180° C deben atribuirse a las diferentes condiciones en que se han efectuado los respectivos termofijados en cuanto a tiempo y tensión.

Por otra parte, de la comparación de los valores del TCD de las muestras termofijadas y de las muestras termofijadas y teñidas se deduce que, a partir de la temperatura de 165° C, los valores correspondientes a estas últimas son más bajos que los de las muestras que sólo han experimentado la operación de termofijado, lo cual debe interpretarse en el sentido de que la operación de tintura produce una disminución de la cohesión intermolecular y del grado de fijado de las muestras que poseen cierto nivel de fijado (termofijado a partir de 165° C) en tanto que parece ser que tiende a aumentar el grado de fijado cuando los efectos del termofijado son muy débiles (termofijado hasta 160° C). Estas observaciones coinciden con las hechas en el apartado 3.3 al comparar los TDC de las muestras termofijadas a 160 y 180° C con los de las teñidas y termofijadas a la misma temperatura.

Como se ha indicado, Galil demostró la existencia de una correlación entre un parámetro estructural (TCD) y un parámetro tintóreo (valor K/S). Otros autores han representado gráficamente la cantidad de colorante fijado a saturación en función de la temperatura de termofijado y otros la absorción de colorante en función de la temperatura del tratamiento térmico. Sin embargo dada la índole de este trabajo, enfocado hacia la detectándose éstas fundamentalmente en forma de barrados, se ha creído interesante cuantificar la intensidad de los barrados evaluando las diferencias de color entre una muestra y las demás. Las diferencias de color halladas son las indicadas en la Tabla 3.

TABLA 3

Diferencia de color entre pares de muestras termofijadas a diferentes temperaturas y posteriormente teñidas según medición colorimétrica.

Temperatura termofijado	160	165	170	175	180	190	200
160	0						
165	2,3	0					
170	3,7	1,5	0				
175	3,3	1,4	0,9	0			
180	4,0	2,5	1,9	1,2	0		
190	3,1	1,8	1,7	0,9	0,9	0	
200	2,4	2,5	3,2	2,4	2,3	1,6	0

Las diferencias de color observadas corresponden a valores comprendidos entre 4 y 2-3 de la escala de grises de degradación ISO, siendo en algunos casos claramente perceptibles por el ojo humano, lo cual permite deducir que a variaciones de la estructura de la fibra pueden corresponder diferencias de color importantes. También puede deducirse que ante un fenómeno de barrado la medida del TCD puede ser de gran valor para atribuirlo a diferencias estructurales de la fibra cuando se presentan diferencias importantes en el TCD de las zonas barradas, mientras que la no existencia de diferencias importantes indicará que el defecto se debe a otras causas más fácilmente detectables.

4.- CONCLUSIONES

- 1). El vaporizado de los artículos de lana/poliéster produce un apreciable incremento del TCD del componente de poliéster de la mezcla como consecuencia del aumento de la cohesión intermacromolecular.
- 2). La aplicación de un tratamiento de tintura en presencia de carrier produce un aumento importante del TCD del componente poliéster y por tanto de la estabilidad de la estructura de esta fibra, incremento que es más grande para los tiempos de tintura mayores.
- 3). El termofijado es la operación que puede dar lugar a los mayores cambios estructurales los cuales en el caso del componente poliéster pueden ser evaluados mediante medida del TCD.
- 4). La aplicación de un tratamiento de tintura con carrier a los artículos de lana/poliéster previo a un termofijado puede producir un incremento o una disminución de la estabilidad dimensional de la fibra de poliéster, según sea la temperatura de termofijado
- 5). Las tinturas del componente poliéster de muestras termofijadas previamente a diferentes temperaturas presentan diferencias de color que corresponden a valores comprendidos entre 4 y 2-3 de la escala de grises de degradación.

- 6) El TCD es una técnica sencilla que permite detectar variaciones de algo tan complejo como la estructura de la fibra de poliéster.
- 7) Ante un fenómeno de barrado en un artículo lana/poliéster, la medida del TCD puede permitir atribuir o excluir la estructura física del poliéster como causa del barrado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores del trabajo expresan su agradecimiento al Prof J. Cegarra por sus valiosos comentarios y a la Srta. Maria Cortada por su ayuda en el trabajo experimental.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Galil, F. Tex. Res. J. p. 615 (1973)
- (2) Gacén, J., Canal Arias J.M., Bull Sci. I.T.F. V 5, n° 17, (1976)
- (3) Gacén J., Canal Arias J.M., L'Industrie Textile, n° 1053, 116, (1976)
- (5) Commitee of Colour Measurement. J. Soc. Dyers Colour, pag. 297