

# Interacción de diferentes medios líquidos sobre los parámetros estructurales de la fibra de poli(etilentereftalato)

## PARTE I. TRATAMIENTOS HIDROTERMICOS. ACCION DE TRANSPORTADORES DE TINTURA

J. M. Canal Arlas  
J. Gacén Guillén

### RESUMEN

Se estudia el efecto de determinados tratamientos hidrotérmicos (agua, tensioactivo no iónico y dos transportadores de tintura) sobre parámetros estructurales de la fibra de poliéster (Tiempo Crítico de Disolución y Densidad) en función de la temperatura de tratamiento.

Se discute la sensibilidad de cada técnica en función de las modificaciones estructurales inducidas por los medios líquidos estudiados.

### RESUME

On étudie l'effet de déterminés traitements hydrothermiques (eau, tensioactif non ionique et deux vehiculeurs de teinture) sur paramètres structurels de la fibre de polyester (Temps Critique de Disolution et Densité) en fonction de la température de traitement.

On discute la sensibilité de chaque technique en fonction des modifications structurelles induites par les milieux liquides étudiés.

### SUMMARY

The effect of some hydrothermal treatments (water, non-ionic surfactant agent and two dyeing carriers) on the structural parameters of polyester fibre (Critical Dissolution Time and Density) found by the use of different temperatures is studied in this paper.

The sensibility of each technique is discussed at the light of the structural modifications induced by the liquid media studied.

## 1. INTRODUCCION

En un pasado inmediato (ITMA, París 1974), se suscitó un gran interés por realizar algunos procesos químico-textiles (tintura-acabado) en medio de disolventes orgánicos a efectos de reducir los consumos de agua y energía, así como la contaminación del medio ambiente. Ello se tradujo en un gran interés por conocer la acción de los disolventes orgánicos sobre las fibras textiles, y principalmente sobre las fibras sintéticas, por ser éstas más sensibles a dichos productos. La fibra más estudiada fue la de poliéster por estimarse que era la que mejor se prestaba a este tipo de tratamientos (1).

A causa de que la adaptación de los procesos convencionales implicaba cambios muy importantes tanto de instalaciones como de tecnología, el interés ha declinado mucho en estos últimos años. Sin embargo el interés por conocer la influencia de los disolventes orgánicos sobre la estructura y propiedades del poliéster sigue vigente, ya que:

- a) Algunos tratamientos de preparación para la tintura se están realizando en medio disolvente.
- b) El lavado en seco se ha consolidado.
- c) Se han sugerido pretratamientos con disolventes para facilitar la tintura del poliéster.
- d) Un porcentaje importante de las tinturas que se realizan sobre esta fibra se hace en presencia de productos orgánicos conocidos como transportadores de tintura, y
- e) Existen en el mercado productos disolventes cuyo empleo se recomienda para corregir tinturas defectuosas.

En trabajos anteriores (2), los autores han puesto de manifiesto la fuerte influencia de las características del sustrato, sobre sus propiedades tintóreas, así como la influencia de los igualadores de tintura a alta temperatura, en el propio sustrato y en el resultado de la tintura. Estos trabajos han sugerido la conveniencia de estudiar la acción aislada de diferentes productos, a diversas temperaturas, sobre la estructura del poliéster, a través de técnicas que como el Tiempo Crítico de Disolución (TCD), y la Densidad, ofrecen una imagen global de la microestructura de la fibra. Como productos objeto de estudio se han seleccionado transportadores de diferentes familias químicas, disolventes, que a nivel experimental han sido utilizados como medios de tintura, un disolvente, el cloruro de metileno, que modifica intensamente la estructura de la fibra de poliéster, y el agua como base de referencia. Esta primera parte está dedicada al estudio de la influencia de los tratamientos hidrotérmicos; la segunda parte de este trabajo se dedicará a los tratamientos con disolventes orgánicos.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materia

Como materia prima, en todos los tratamientos se utilizó un hilo de poliéster comercial de tipo lanero.

## 2.2. Tratamientos hidrotérmicos

Los tratamientos se han realizado con los productos que se indican:

- Agua
- Disolución acuosa de un tensioactivo no iónico, concentración 2 g/l
- Disolución acuosa de un transportador de tinte a base de clorobenzeno, concentración 10 g/l (*Transportador n.º 1*)
- Disolución acuosa de un transportador de tinte a base de O - fenil fenol, concentración 10 g/l (*Transportador n.º 2*).

En todos los casos, los tratamientos se han realizado sobre madejas del hilo anteriormente descrito, de 7 gr. de peso, a una relación de baño 1/40, en las siguientes condiciones:

Temperatura (°C) : 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120 y 130

Tiempo (min) : 60

Una vez concluidos los tratamientos, cada madeja se lavó con abundante agua fría (25° C), y posteriormente se secó en estufa con circulación de aire a 35° C, durante 6 horas.

## 2.3. Parámetros estructurales

### 2.3.1. Tiempo Crítico de Disolución

Las determinaciones de TCD, se han realizado de acuerdo con las indicaciones dadas por los autores en trabajos anteriores (3).

En todos los casos, se ha determinado el TCD de las muestras en las siguientes condiciones:

- Concentración de fenol en tetracloroetano: 17 % en peso
- Temperatura del ensayo: 45,0° C.

### 2.3.2. Densidad

La densidad de cada hilo se ha determinado por flotación en una columna de gradiente de densidades, formada por una mezcla de tetracloruro de carbono y n - heptano a 23,0° C. La densidad de cada muestra se ha obtenido del valor medio de 10 determinaciones, con un tiempo de estabilización de 24 h. por muestra. A partir del valor medio de la densidad, se ha calculado, mediante la fórmula de Daubeny (4), el grado de cristalinidad de cada muestra.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

En las tablas n.ºs 1, 2, 3 y 4 del anexo, se resumen las determinaciones efectuadas.

En la figura n.º 1 se ha representado el ln TCD respecto a la temperatura del tratamiento hidrotérmico para los diferentes productos utilizados. En ella puede observarse que los hilos tratados con cualquiera de los dos transportadores presentan mayores valores del TCD que los tratados con agua, o en disolución acuosa de tensioactivo, independientemente de la temperatura

a la que se ha realizado el tratamiento. Estas diferencias tienden a hacerse mayores, a medida que aumenta la temperatura. En el intervalo de temperatura entre 60 y 70° C, se produce un cambio de pendiente de la recta que une los puntos experimentales, tanto en el caso de los transportadores, como del agua y de la disolución de tensioactivo. En el tratamiento con transportadores el cambio de pendiente se produce a temperaturas algo inferiores que en presencia de agua o de la disolución acuosa de tensioactivo.

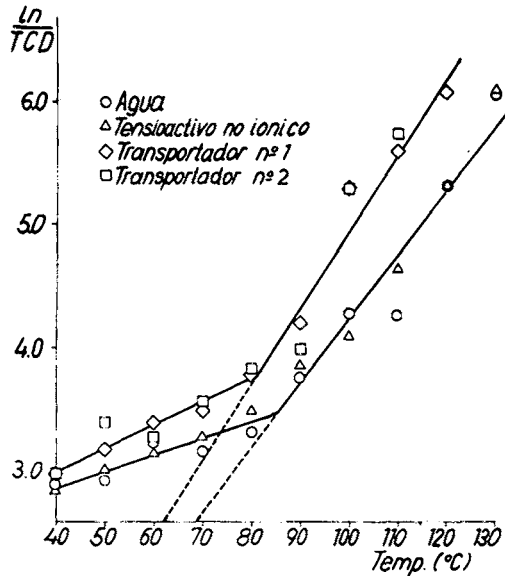


Fig. 1.-Influencia de los pretratamientos hidrotérmicos sobre el Tiempo Crítico de Disolución.

Este cambio de pendiente indica una discontinuidad en la acción del producto sobre la estructura de la fibra de poliéster, que puede asociarse a una temperatura de transición en las condiciones del tratamiento. Como consecuencia de su capacidad plastificante los transportadores actúan sobre la fibra de poliéster aumentando las distancias entre los segmentos de las cadenas macromoleculares localizados en las regiones amorfas; ello se traduce en una disminución de la temperatura de transición vítrea ya que el aumento brusco del volumen libre que caracteriza la Tg se presenta a menor temperatura. Lo indicado puede ayudar a explicar que la temperatura de transición en presencia de los transportadores de tincura estudiados, ocurra a una temperatura inferior a la correspondiente a un medio acuoso o a una disolución de tensioactivo en las mismas condiciones.

En la figura n.º 2 se ha representado el grado de cristalinidad (%) obtenido a partir del valor de la densidad de la fibra, en función de la temperatura del tratamiento con los diferentes productos utilizados. A diferencia de la figura anterior, puede observarse que los dos transportadores actúan de distinta forma.

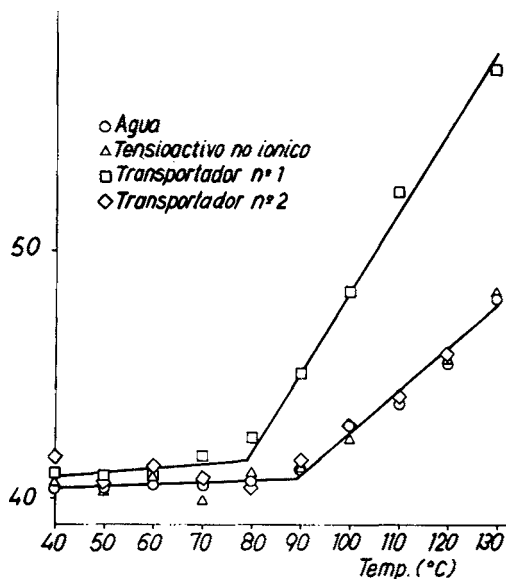


Fig. 2.-Influencia de los pretratamientos hidrotérmicos sobre el % de cristalinidad.

El transportador n.º 1 produce mayores incrementos del grado de cristalinidad de la fibra que el transportador n.º 2, a todas las temperaturas de tratamiento, siendo las diferencias mayores cuanto más elevada es la temperatura. Por otra parte el transportador n.º 2 da lugar a una modificación estructural muy similar a la producida por el agua y la disolución acuosa de tensioactivo.

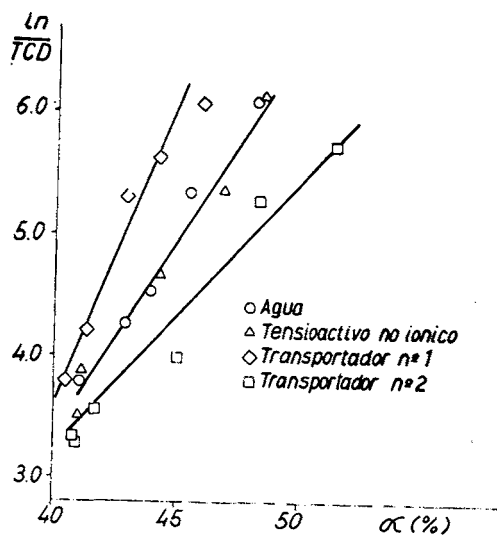


Fig. 3.-Relación entre  $\ln TCD$  y grado de cristalinidad como consecuencia de distintos pretratamientos hidrotérmicos.

Al igual que en el caso anterior, se produce un cambio de pendiente en la recta que une los puntos experimentales; en el caso del transportador n.º 1 éste se produce en la zona de 80° C, mientras que en el caso del transportador n.º 2 y del agua éste se produce alrededor de 90° C, de lo que puede deducirse una acción estructural más enérgica por parte del transportador n.º 1.

En la figura n.º 3, se han representado el  $\ln$  TCD frente al grado de cristalinidad, para los diferentes productos y temperaturas de tratamiento, observándose que:

- 1.º Considerando similares los tratamientos con agua y con una disolución de tensioactivo, se observa que los valores correspondientes a cada tratamiento se agrupan sobre líneas rectas bien separadas.
- 2.º La línea correspondiente al transportador n.º 2 se sitúa por encima de la del agua, y la del transportador n.º 1 por debajo de ésta.
- 3.º Los valores correspondientes al tratamiento con agua y con disolución acuosa de tensioactivo, se agrupan sobre una misma línea recta.
- 4.º La agrupación en líneas diferenciadas de los valores correspondientes a cada tratamiento da lugar a pensar que cada uno de ellos induce una modificación estructural de distinto tipo. Para una misma cristalinidad los mayores valores del TCD corresponden a la muestra tratada con el transportador n.º 2, y los menores a la tratada con el n.º 1. De acuerdo con la bibliografía, ello debe ser interpretado en el sentido de que los cristales de la muestra resultante del tratamiento con el transportador n.º 2 son de mayor tamaño. (5).

#### 4. CONCLUSIONES

- 1.º El valor del tiempo crítico de disolución y de la cristalinidad medida a partir de la densidad de la fibra, aumentan con la temperatura del tratamiento hidrotérmico, experimentando ambos parámetros una discontinuidad a una temperatura determinada que puede ser asociada a una transición térmica en las condiciones del tratamiento.
- 2.º Los tratamientos hidrotérmicos en presencia de los transportadores estudiados ocasionan modificaciones estructurales que se traducen en valores del tiempo crítico de disolución mayores que los de las muestras tratadas a las mismas temperaturas en ausencia de estos productos.
- 3.º Los dos transportadores estudiados conducen en todos los tratamientos a valores muy similares del tiempo crítico de disolución, y dan lugar a que la transición térmica se presente a una temperatura inferior en unos 5 - 10° C a cuando los tratamientos se han realizado en medio simplemente acuoso.
- 4.º Los dos transportadores estudiados conducen a valores apreciablemente diferentes de la densidad, cuando los tratamientos se han realizado por encima de la transición térmica, habiéndose observado que uno de ellos se comporta de un modo muy similar al del agua.
- 5.º Existe una buena relación lineal entre el logaritmo del tiempo crítico de disolución y la densidad de las muestras tratadas a diferentes temperaturas.
- 6.º Los valores correspondientes a cada tratamiento se agrupan en líneas bien separadas. Ello permite suponer que cada tratamiento ocasiona mo-

dificaciones estructurales concretas que difieren entre sí en el tamaño de los cristales, según se deduce del diferente valor del tiempo crítico de disolución para un mismo grado de cristalinidad.

## 5. BIBLIOGRAFIA

- (1) Ribinick A. S., Weigman H. D., Rebenfeld L., Knox B. H., Scott M. G. *Textile Res. J.* Diciembre (1972); Marzo (1973); Junio (1973); Marzo (1974); Marzo (1975); Julio (1975); Agosto (1976); Noviembre (1977); Diciembre (1977); Enero (1978).  
— Parisot A. *Teinture et Apprets* N.º 136 (1973), p. 67-73.
- (2) Gacén J.; Canal Arias, J. M.; Valldeperas, J. «Parámetros de estructura y Tintura competitiva de hilos de poliéster texturados a diferentes temperaturas. Acción de igualadores de tintura». VII Simposio AEQCT; Barcelona (1981).
- (3) Gacén J., Canal Arias J. M. *Bulletin Scient. ITF* 5, n.º 17, (1976).
- (4) Daubeny y Col. *Proc. Roy. Soc. A.* 226, (1954).
- (5) Weigmann H. D. *Textile Res. J.* (1976), pp. 574-587.

## 6. ANEXO

Tablas resumen de las determinaciones experimentales efectuadas.

### 6.1. Tratamiento con agua

Temperat. tratam. (° C)	Densidad media	$\alpha$ (%) Grado de cristalin.	TCD (seg.)
40	1.3810 <sub>6</sub>	40,43	18,0
50	1.3811 <sub>0</sub>	40,47	18,9
60	1.3812 <sub>7</sub>	40,61	25,4
70	1.3812 <sub>1</sub>	40,56	23,6
80	1.3814 <sub>5</sub>	40,77	27,7
90	1.3819 <sub>7</sub>	41,21	43,7
100	1.3840 <sub>7</sub>	42,98	70,0
110	1.3852 <sub>3</sub>	43,96	96,6
120	1.3870 <sub>6</sub>	45,50	209,2
130	1.3902 <sub>1</sub>	48,15	441,0

### 6.2. Tratamiento con disolución 2 g/l de tensioactivo iónico

Temperat. tratam. (° C)	Densidad media	$\alpha$ (%) Grado de cristalin.	TCD (seg.)
40	1.3812 <sub>7</sub>	40,61	17,4
50	1.3808 <sub>4</sub>	40,25	20,3
60	1.3816 <sub>0</sub>	40,89	23,3
70	1.3802 <sub>4</sub>	39,74	26,8
80	1.3817 <sub>2</sub>	40,99	33,1
90	1.3819 <sub>5</sub>	41,19	47,8
100	1.3833 <sub>4</sub>	42,37	60,9
110	1.3856 <sub>5</sub>	44,32	105,5
120	1.3885 <sub>7</sub>	46,77	212,6
130	1.3905 <sub>0</sub>	48,39	457,8

**6.3. Tratamiento con disolución 10 g/l de transportador n.º 1 (benceno clorado)**

Temperat. tratam. (° C)	Densidad media	$\alpha$ (%) Grado de cristalin.	TCD (seg.)
40	1.3817 <sub>5</sub>	41,02	19,3
50	1.3815 <sub>3</sub>	40,83	28,2
60	1.3816 <sub>1</sub>	40,90	26,4
70	1.3825 <sub>9</sub>	41,73	35,6
80	1.3834 <sub>5</sub>	42,46	46,3
90	1.3865 <sub>2</sub>	45,05	53,9
100	1.3904 <sub>5</sub>	48,35	198,6
110	1.3953 <sub>3</sub>	52,42	315,8
120	—	—	—
130	1.4014 <sub>5</sub>	57,49	—

**6.4. Tratamiento con disolución 10 g/l de transportador n.º 2 (o - fenil fenol)**

Temperat. tratam. (° C)	Densidad media	$\alpha$ (%) Grado de cristalin.	TCD (seg.)
40	1.3825 <sub>8</sub>	41,72	19,7
50	1.3814 <sub>4</sub>	40,76	24,4
60	1.3820 <sub>9</sub>	41,31	29,9
70	1.3814 <sub>1</sub>	40,73	32,6
80	1.3810 <sub>7</sub>	40,44	44,7
90	1.3821 <sub>5</sub>	41,36	66,7
100	1.3840 <sub>2</sub>	42,94	199,5
110	1.3854 <sub>9</sub>	44,18	277,1
120	1.3876 <sub>2</sub>	45,98	439,6
130	—	—	—