

---

# DETECCION DEL ORIGEN DE IRREGULARIDADES EN LOS ARTICULOS DE POLIESTER TERMOFIJADOS ( $\Delta$ )

J. Gacén (\*), F. Bernal (\*\*), y J. Maillo (\*\*\*)

## 0.1 Resumen.

Las desviaciones inesperadas de las variables del proceso de termofijado y las irregularidades en la microestructura del artículo a termofijar pueden conducir a un comportamiento tintóreo irregular. La causa del defecto puede ser localizada procediendo a la medida de cuatro parámetros estructurales: endoterma previa a la fusión (PEP), temperatura de inicio del encogimiento (TIE), tiempo crítico de disolución (TCD) y sorción de yodo.

## 0.2 Summary. *DETECTION OF THE ORIGIN OF IRREGULARITIES IN HEAT-SET POLYESTER GOODS.*

The unexpected deviations of the variables of the heat-setting process, as well as the irregularities in the microstructure of the fabric subject to thermofixing may lead to an irregular tinctorial behaviour. The cause of the defect can be localized by measuring four structural parameters: the endotherm previous to melting (PEP), the temperature at the shrinkage initiation (TIE), the critical dissolving time (TCD) and the iodine sorption.

## 0.3 Résumé. *DETECTION DE L'ORIGINE D'IRREGULARITES DANS LES ARTICLES DE POLYESTER THERMOFIXÉS.*

Les déviations inespérées des variables du processus de thermofixage, ainsi que les irrégularités dans la microstructure de l'article à thermofixer peuvent mener à un comportement tinctorial irrégulier. La cause du défaut peut être localisée en procédant à la mesure de quatre paramètres de structure: l'endotherme préalable à la fusion (PEP), la température d'initiation du retrait (TIE), le temps critique de dissolution (TCD) et la sorption d'iode.

( $\Delta$ ) Publicado inicialmente en *Textile Chemists and Colorists*. Febrero 1988.

(\*) Dr. Ing. Joaquín Gacén Guillén. Sub-director de Investigación de este Instituto y Jefe de su laboratorio de "Polímeros Textiles". Catedrático de "Polímeros Textiles" de la E.T.S.I.I. de Terrassa.

(\*\*) Dr. en Ciencias Químicas Fernando Bernal Sánchez. Investigador de la Universidad Politécnica de Catalunya. Laboratorio de Polímeros Textiles de este Instituto.

(\*\*\*) Dra. Ing. Fosefina Maillo Garrido. Profesora Titular de "Polímeros Textiles" de la E.T.S.I.I. de Terrassa.

## 1. INTRODUCCION.

El termofijado de los artículos de poliéster relaja las tensiones acumuladas durante el proceso de fabricación y manufactura, comunicándoles la estabilidad dimensional y de forma que su uso y entretenimiento requieren. Variables muy importantes de la operación de termofijado son la temperatura y duración del tratamiento, así como la tensión experimentada por la fibra durante el mismo. Desviaciones más o menos importantes del valor prefijado para estas variables conducen a diferencias microestructurales que pueden traducirse en comportamientos irregulares o defectuosos en el procesado, entretenimiento o uso final de un artículo.

En trabajos anteriores se ha estudiado la influencia de las variables del termofijado en determinados parámetros de la microestructura de la fibra 1,2,3). Además de producirse cambios importantes en la cristalinidad y orientación de las fibras de poliéster, en el termofijado tiene lugar una cristalización secundaria con formación de cristalitas diminutas que estabilizan las regiones amorfas en el seno de las cuales se forman 4). Estos cristalitas funden antes de que se produzca la fusión principal, razón por la que el fenómeno correspondiente da lugar a lo que se conoce como endoterma previa a la fusión (PEP, premelting endothermic peak). El valor del PEP aumenta cuando también lo hacen la temperatura y/o tiempo de termofijado 1). Por otra parte sucede que cuando se termofija bajo tensión el valor del PEP disminuye, como consecuencia de los cristalitas más imperfectos que se forman en tales condiciones 5,6). Conviene también recordar que el PEP es una medida de la temperatura efectiva de un tratamiento térmico.

El termofijado aumenta el tiempo crítico de disolución del poliéster (TCD), y tanto más cuanto mayor es la temperatura y/o tiempo de este tratamiento térmico. El TCD no es muy sensible a la variable tensión pero tiende a aumentar cuando ésta lo hace también 6). Como es bien conocido, el TCD es un parámetro muy sensible a las variaciones estructurales de las fibras de poliéster. Puede decirse que supone una medida de la cohesión intermacromolecular global de la fibra 7).

Un aumento de la intensidad del termofijado suele conducir a una disminución de la sorción de iodo. Sin embargo, la utilidad de esta técnica se basa principalmente en su notable sensibilidad a las variaciones de tensión experimentadas por el sustrato termofijado. La sorción de iodo supone una medida de la accesibilidad y/o del volumen libre de la fibra. Como es lógico, la menor sorción de iodo corresponde a los sustratos termofijados bajo mayor tensión 3).

En los tratamientos térmicos de las fibras de poliéster se producen fenómenos

que a nivel macroscópico se traducen en el encogimiento de la fibra, lo cual es síntoma de su mayor o menor estabilización dimensional. Sin embargo, cuando los artículos termofijados son estudiados en un analizador termomecánico se registran encogimientos residuales. La magnitud de estos encogimientos depende de las condiciones en que se ha aplicado el termofijado. También sucede que la temperatura a la que se inician estos encogimientos (TIE) está estrechamente relacionada con las condiciones del termofijado, concretamente de temperatura, tiempo y tensión. No obstante debe indicarse que el parámetro TIE es mucho más sensible a las variaciones de tensión que los parámetros PEP y TCD 2).

Evidentemente, también debe ser tenida en cuenta la microestructura de la fibra a termofijar como causa de irregularidades en un proceso de termofijado, y que las diferencias de estructura pueden permanecer después de esta operación.

Son diversas las consecuencias de realizar un termofijado sobre materia no homogénea o en condiciones irregulares. De todas ellas, es posible que la menos ocultable y de mayores repercusiones económicas sea la correspondiente a tinturas irregulares. En estos casos siempre suele presentarse el problema de localizar el origen del defecto, de manera que en la discusión es frecuente que intervengan la productora de la fibra, el tintorero y también quienes han intervenido en las etapas intermedias del proceso.

Con los datos que se aportan en este trabajo creemos que es posible conocer mejor el origen de determinados defectos a través de la medida de los parámetros estructurales mencionados (PEP, TCD, TIE, sorción de iodo) según se deduce del estudio de sustratos termofijados que diferían en la microestructura del poliéster a termofijar, en la intensidad del tratamiento térmico (temperatura y tiempo) y en la tensión bajo la cual éste ha sido aplicado. Como circunstancia favorable debe indicarse que los parámetros mencionados pueden determinarse indistintamente sobre materia no teñida o teñida, con la posible excepción de la sorción de iodo.

## **2. PARTE EXPERIMENTAL.**

### **2.1 Materia Prima.**

Como materia prima se han utilizado dos tejidos preparados con hilo de multifilamento de poliéster. El correspondiente al Grupo 1 tenía las siguientes características: título de la urdimbre 74/24; de la trama 167/30 (dtex/nº de filamentos); densidad del tejido, 53.2 hilos/cm por urdimbre, y 28.4 pasadas/cm por trama, y masa, y masa laminar, 109 g/m<sup>2</sup>. Los correspondientes al Grupo 2 fueron, respectivamente 95/25; 170/30; 45.6; 28.0 y 94.2.

Estos tejidos de poliéster han sido termofijados en diferentes condiciones de temperatura y tiempo (Grupo 1, Tabla 1) o de temperatura y sobrealimentación por trama (Grupo 2, Tabla 2).

## 2.2 Técnicas experimentales

El PEP ha sido deducido a partir de los termogramas obtenidos por calorimetría diferencial. El equipo y la técnica operatoria han sido descritos con anterioridad 1).

La TIE ha sido evaluada a partir de los registros procedentes del análisis termomecánico, según el método descrito en un trabajo anterior 2).

El TCD se determinó en fenol 100% a la temperatura de 62.5 °C, siguiendo las indicaciones descritas en una publicación anterior 7).

Los valores de sorción de iodo corresponden a los obtenidos a la temperatura de 60°C con una solución que contenía el 42.5 % (v/v) de fenol. La técnica experimental y demás detalles se ajusta a lo establecido en otra publicación 8).

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION.

Los valores de los parámetros considerados están indicados en la Tablas 1 y 2.

**TABLA 1**  
**PARAMETROS ESTRUCTURALES DE SUSTRATOS TERMOFIJADOS**  
**(Sobrealimentación por trama = 9% )**

TERMOFIJADO			PEP (°C)		TIE Trama (°C)	TCD (Fenol, 62.5 °C)	
REF.	T(°C)	t(s)	URD	TRA		URD	TRA
A	180	30	178	179	166	44	64
B	180	45	182	183	169	50	73
C	180	60	188	189	174	59	101
D	200	30	199	201	181	74	100
E	200	45	204	205	190	93	122
F	200	60	208	209	194	105	133

TABLA 2

PARAMETROS ESTRUCTURALES DE SUSTRATOS TERMOFIJADOS

( Tiempo = 45 s )

TERMOFIJADO			PEP (°C)		TIE Trama (°C)	TCD (Fenol, 62.5 °C)		Trama Sorción de iodo a 60 °C mg l/g fibra
REF.	T(°C)	s (%)	URD	TRA		URD	TRA	
1	180	1,4	182	180	139	56	82	46,9
2	180	3,6	181	181	146	59	83	48,3
3	180	5,8	182	183	155	60	82	51,4
4	180	7,2	184	184	165	64	82	54,6
5	200	1,4	198	195	150	64	147	18,9
6	200	3,6	198	195	157	66	130	21,3
7	200	5,8	197	197	160	67	118	26,3
8	200	7,2	195	197	172	68	118	36,4

3.1 Al estudiar la forma de responder dos hilos (urdimbre y trama) de microestructura diferente a un termofijado en las mismas condiciones se observa, tanto en la Tabla 1 como en la Tabla 2, que:

3.11 El TCD de la trama es diferente y muy superior al de la urdimbre.

3.12 Cualesquiera que sean las condiciones del termofijado, los valores del PEP de la urdimbre son virtualmente iguales a los de la trama.

3.2 En cuanto a la intensidad del tratamiento térmico cabe indicar que:

3.21 Un aumento del tiempo y/o temperatura de termofijado conduce a un aumento del TCD.

3.22 Los valores del PEP y de la TIE también aumentan al hacerlo la temperatura y/o tiempo de termofijado.

3.23 La sorción de yodo disminuye bastante cuando aumenta la temperatura del BOL. INTEXTAR. 1988, N° 94

termofijado.

3.3 Por su parte en el termofijado en diferentes condiciones de tensión se aprecia que:

3.31 El TCD permanece constante, cuando se ha termofijado a 180°C, o tiende a aumentar, en el termofijado a 200°C, cuando aumenta la tensión bajo la cual se ha realizado el tratamiento térmico.

3.32 Para una misma temperatura de termofijado el PEP varía escasamente cuando se producen cambios en la tensión. No obstante, parece observarse una tendencia a que el PEP disminuya al aumentar la tensión.

3.33 Tanto a 180°C como a 200°C, un aumento de la tensión (menor sobrealimentación) conduce a una disminución de la temperatura a la que se inicia el encogimiento (TIE) en el análisis termomecánico.

3.34 Sucede que un aumento de la tensión experimentada por el sustrato termofijado conduce a una disminución de la sorción de yodo. Este fenómeno se presenta mucho más acusado en el termofijado a 200°C.

3.4 De lo anteriormente descrito se deduce que la consideración conjunta de los parámetros estructurales PEP, TIE, TCD y sorción de yodo puede ayudar a localizar el origen de un defecto en la materia prima utilizada, en la intensidad (temperatura y tiempo) de un tratamiento térmico, o en la tensión con que éste ha sido aplicado. Nuestros datos se refieren a un tratamiento de termofijado, pero pueden también orientar sobre lo que puede suceder en otros tratamientos en los que intervenga la acción del calor y/o de la tensión (tabla 3).

TABLA 3

ORIGEN DEL DEFECTO	DETECCION
Microestructura original ≠	TCD ≠ PEP =
T ≠ ó t ≠ de termofijado	TCD ≠ ↑ PEP ≠ ↑
Tensión ≠ en el termofijado	TCD ≠ ↑ PEP ≠ ↓ TCD = PEP = TIE ≠ ↓ Sorción de yodo ↓

Así pues, cuando entre zonas objeto de comparación se han medido PEP iguales y TCD distintos sucede o parece suceder que dos sustratos de diferente microestructura han experimentado un tratamiento térmico de la misma intensidad. En este caso los defectos correspondientes habría que atribuirlos a la no uniformidad de la materia prima sometida al tratamiento térmico.

Por su parte, PEP y TCD distintos, con la particularidad de que al mayor valor del primero le corresponde también el mayor valor del segundo, indican que las zonas o materias objeto de comparación han experimentado tratamientos térmicos de diferente intensidad.

Finalmente cuando las anomalías apreciadas pueden atribuirse a diferencias de tensión sucede que los valores de los TCD y de los PEP no difieren mucho y más bien lo hacen en sentido contrario. En estas circunstancias es muy recomendable proceder a un análisis termomecánico para conocer el valor de la TIE, ya que este parámetro es apreciablemente sensible a la variable tensión. No obstante, teniendo en cuenta que la sorción de yodo es muy sensible a la variación de la tensión experimentada por el sustrato, se recomienda proceder a la evaluación de este parámetro a efectos de disponer de más elementos de juicio, sobre todo cuando las diferencias apreciadas no sean manifiestamente claras. No obstante, debe tenerse en cuenta que la determinación de este parámetro puede presentar dificultades cuando se trata de estudiar diferencias entre sustratos teñidos.

Como se habrá podido observar las técnicas aplicadas lo han sido en función de la mayor o menor necesidad de ellas para una clara localización del origen de un defecto. Puesto que las variaciones de tensión pueden presentarse con bastante irregularidad, es en este caso cuando consideramos que debe procederse a un estudio más completo de los parámetros estructurales mencionados.

#### **4. CONCLUSIONES**

4.1. Zonas irregularmente teñidas con TCD distintos y PEP iguales parecen indicar que el defecto se debe a irregularidades en la microestructura de la materia a termofijar.

4.2. TCD diferentes y PEP también diferentes, ambos en el mismo sentido sugieren que se han producido desviaciones en la temperatura y/o en el tiempo de termofijado.

4.3. PEP similares, TCD similares y valores de la TIE y la sorción de yodo apreciablemente diferentes indican que se ha producido una variación en la

tensión a la que ha estado sometido el sustrato en la operación de termofijado.

## 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a Dña. Montserrat García, por su colaboración en la obtención de los resultados experimentales. Y a la Comisión Asesora de Investigación Científica y Técnica por la subvención concedida al proyecto "Influencia de las Variables del Proceso de Termofijado en la Estabilidad Dimensional y en otras Propiedades de los Artículos de Poliéster".

A la Seda de Barcelona, S.A., por la aportación desinteresada de los tejidos de poliéster empleados en este estudio, así como del equipo industrial utilizado en su termofijación.

## 6. BIBLIOGRAFIA

6.1. Gacén J; Canal JM; Naik A y Bernal F; Bull. Scient. ITF, vol 14, nº 53 (1er trimestre 1985), 35-50

6.2. Gacén J, Bernal F, y Juarez D; "Sensitivity of the Thermomechanical Analysis to the Heatsetting Variables of Polyester", aceptado para su publicación en *Melliand Textilberichte*.

6.3. Gacén J, Maillo J, y Bernal F; "Sensibilidad de la Sorción de lodo en las Variables del Termofijado del Poliester".  
Pendiente de publicación.

6.4. Heidemann G, y Berndt H J; *Chemiefasern Textilindustrie*, 24 (76), (1974), 46

6.5. Weigmann HD, Scott M G y Ribuick A S; *Textile Reser. J.*, (dec 1977), 761-71

6.6. Bernal F; "Influencia e Interacción de las Variables de Termofijado en la Estructura del Poli (etilentereftalato)". Tesis Doctoral. Universidad de Barcelona (1987), 335-6

6.7. Gacén J, y Canal J M; Bull Scient. ITF nº 17 (feb. 1976), 17-27

6.8. Gacén J, Maillo J, y Bordas J; Bull Scient ITF vol, 6, nº 23 (1977), 167-77.

Trabajo Recibido: 1988.04.25 - Aceptado: 1988.05.17