

---

## Parámetros estructurales del poliéster termofijado a diferentes temperaturas y tiempos <sup>(Δ)</sup>

J. Gacén (\*)  
J.M. Canal (\*\*)  
A. Naik (\*\*\*)  
F. Bernal (\*\*\*\*)

### 0.1 Resumen

Se ha termofijado un tejido de poliéster en diferentes condiciones de temperatura (180° y 200°C) y tiempo (30,45 y 60 seg). Del sustrato inicial y de los sustratos termofijados, se han determinado: el peso molecular, el grado de blanco, la cristalinidad, la temperatura efectiva del tratamiento deducida a partir de la endoterma previa a la fusión (PEP), el tiempo crítico de disolución y la fuerza de contracción. De los resultados obtenidos se ha deducido que la temperatura efectiva del tratamiento aumenta con el tiempo de termofijado y que en esta operación no desaparecen las diferencias estructurales presentes entre la urdimbre y la trama del tejido inicial. Por otra parte, se indica que la medida del PEP y del TCD permite conocer si las diferencias en el comportamiento de un artículo termofijado se deben a que esta operación se ha aplicado irregularmente, o a diferencias estructurales ya presentes con anterioridad a este tratamiento. También debe señalarse la existencia de excelentes correlaciones lineales entre la variable tiempo y los parámetros microestructurales, así como entre estos, con la particularidad de que los valores correspondientes a 180°C y a 200°C se agrupan en torno a líneas claramente diferenciadas.

- (Δ) Resumen de la Tesina, dirigida por el Prof. J. Gacén, presentada por el Lic. F. Bernal en la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad de Barcelona. Publicado en el Bull. Scient. I.T.F., 1985, vol. 14, n° 53.
- (\*) Dr. Ing. Joaquin 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. Ing. José M<sup>a</sup> Canal Aries. Catedrático de Tintorería de la E.V.I.T.I. de Terrassa.
- (\*\*\*) Dr. Ing. Arún Naik Kardile. Jefe de los Laboratorios de "Estructuras Textiles Laminares y "Microscopía Textil", de este Instituto. Profesor Titular de Universidad (U.P.C.).
- (\*\*\*\*) Licenciado en Ciencias Químicas Fernando Bernal Sánchez. Laboratorio de "Polímeros Textiles", de este Instituto.

## **Structural parameters of polyester heatset at different temperatures and times**

### **0.2 Summary**

A polyester fabric has been heatset at different temperatures (180° and 200°C) and times (30,45 and 60 sec). The molecular weight, whiteness degree, crystallinity, effective temperature of the treatment, dissolution critical time and the crimping force were measured in both the original and final substrates.

Results show that the effective temperature of the treatment increases together with the heatsetting time and also that the structural differences between warp and weft of the original fabric do not disappear in this operation. On the other hand, the measurement of PEP and DCT makes it possible to know whether the differences in the behaviour of heatset fabric are due to the irregular application or, else, to the structural differences already existing before the treatment.

An excellent linear correlation between time and the microstructural parameter has been found. The values at 180°C and 200°C follow clearly differentiated paths.

## **Paramètres structuraux du Polyester thermofixé à différentes températures et temps.**

### **0.3 Résumé**

On a thermofixé un tissu de polyester à différentes conditions de température (180° et 200°C) et temps (30, 45 et 60 sec). Du substrat initial ainsi que des substrats thermofixés, on a déterminé: le poids moléculaire, le degré de blanc, la cristallinité, la température effective du traitement déduite à partir de l'endotherme préalable à la fusion (PEP), le temps critique de dissolution et la force de retrait. Des résultats obtenus on a déduit que la température effective du traitement augmente avec le temps de thermofixage et que pendant cette opération ne disparaissent pas les différences de structure présentes entre la chaîne et la trame du tissu initial. D'autre part, on indique que la mesure du PEP et du TCD permet de connaître si les différences dans le comportement d'un article thermofixé sont dues au fait que cette opération a été appliquée irrégulièrement, ou à des différences de structure déjà présentes avec antériorité à ce traitement. Il faut aussi l'existence d'excellentes corrélations linéaires entre la variable temps et les paramètres microstructuraux, de même que entre ceux-ci, avec la particularité que les valeurs correspondant à 180°C et à 200°C s'agroupent autour de lignes bien différenciées.

## **1. INTRODUCCION**

Las anomalías que ocasionalmente se presentan en el comportamiento de los tejidos de calada de poliéster termofijados pueden derivar, si son de suficiente magnitud, en situaciones conflictivas de difícil resolución cuando se desconocen los motivos de las irregularidades. Estos motivos pueden residir en las diferencias de estructura fina que presentan los correspondientes sustratos como consecuencia de que la fibra no ha sido fabricada en condiciones homogéneas, de los tratamientos previos al termofijado, o de que esta operación se ha realizado en condiciones no constantes en cuanto a sus variables, de las que las más importantes son la temperatura, el tiempo y la "sobrealimentación" (tensión o distensión).

Las anomalías que se presentan se refieren al comportamiento en el proceso textil, sobre todo en la tintura, y a las que aparecen a lo largo de su vida útil. Estas anomalías se deben siempre a las diferencias de estructura fina que resultan de desviaciones suficientemente importantes en los procesos de fabricación de la fibra o en el tratamiento de ésta a lo largo del proceso textil.

Si la estructura fina del poliéster es la principal de las propiedades de los artículos termofijados, es evidente el interés por estudiar su modificación en función de las variables del proceso, así como la influencia de las interacciones de las variables correspondientes en los valores de los parámetros que la caracterizan.

En este primer estudio se ha prescindido de la variable sobrealimentación y se ha procedido a termofijar un tejido de hilo multifilamento de poliéster a dos niveles de temperatura y a tres niveles de tiempo. Su interés radica en que el termofijado se ha realizado en condiciones industriales y en que la información que se espera obtener puede ayudar sustancialmente a valorar las diferencias de estructura que resultan de la caracterización de sustratos objeto de comparación, como consecuencia de un comportamiento irregular.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1 Materia prima

Como materia prima se ha empleado un tejido preparado con hilo multifilamento de poliéster, en el que el título de la urdimbre era de 74/24 y el de la trama 167/30 (dtex/no. filamentos). La densidad del tejido era de 53,2 hilos/cm, por urdimbre y de 28,4 pasadas/cm, por trama. La masa laminar era de 109 g/m<sup>2</sup>.

### 2.2 Tratamientos

#### 2.2.1 Descrudado

El artículo anteriormente descrito se sometió a un descrudado a 40°C durante 30 minutos en un baño que contenía 2 g/l de Sandopan BE (Sandoz) y 2 g/l de fosfato trisódico.

Al descrudado le siguió un secado a 100°C, resultando un encogimiento global del 11%.

#### 2.2.2 Termofijado

El termofijado se realizó horizontalmente sobre tejido plano en una rame industrial de dos campos (Fontanet, S.A.), con una sobrealimentación del 9% por trama y del 0% por urdimbre. Las condiciones de tiempo y temperatura fueron las señaladas en la Tabla 1.

**TABLA 1**  
**Condiciones de termofijado**

Sustrato	Temperatura (°C)	Tiempo (segundos)
1	180	30
2	180	45
3	180	60
4	200	30
5	200	45
6	200	60

De las sobrealimentaciones indicadas y de las dimensiones de los tejidos termofijados resulta que la trama pudo encogerse libremente y que la urdimbre estuvo sometida a un esfuerzo de tracción en la operación de termofijado.

## 2.3 Caracterización del polímero

### 2.31. Peso molecular

El peso molecular de algunos de los sustratos se ha determinado por viscosimetría de una disolución al 0,5% en una mezcla de fenol/tetracloroetano (1/1 en peso). A partir de la viscosidad específica se ha calculado la viscosidad intrínseca ( $\eta$ ) según la fórmula <sup>1)</sup>:

$$[\eta] = \frac{(1 + 1.4 \eta_{sp})^{1/2} - 1}{0,35}$$

A partir de la viscosidad intrínseca se ha deducido el peso molecular medio numérico haciendo uso de la fórmula <sup>2)</sup>:  $[\eta] = 1,27 \times 10^{-4} (M_n)^{0,86}$

### 2.32 Grado de blanco

La eventual degradación térmica que el polímero haya podido experimentar en la operación de termofijado se ha evaluado a través del grado de blanco de la fibra.

Este parámetro se determinó en el aparato Elrephomat (Zeiss) que corresponde a un colorímetro digital con esfera integradora. El grado de blanco se calculó haciendo uso de la fórmula de Berger <sup>3)</sup>.

$$W = R_y + 3 R_z - 3 R_x$$

en la que  $R_x$ ,  $R_y$  y  $R_z$  son los valores de las reflectancias indicadas en las instrucciones cuando se emplea el iluminante D-65. Cuanto mayor es el valor  $W$  más blanco es el sustrato y menor el ataque térmico por él experimentado.

## 2.4 Caracterización de la estructura fina de la fibra

### 2.41 Calorimetría diferencial

Se ha utilizado un equipo Perkin Elmer DSC-2. A partir de los termogramas resultantes se ha determinado la temperatura a la que se presenta el máximo del pico correspondiente a la endoterma previa a la fusión (PEP) que resulta de la cristalización secundaria que se produce en el termofijado.

Se calentó en el intervalo de 323-583 K a una velocidad de 20 K/min. Con una sensibilidad de 1 mcal/s a plena escala se consiguió una buena definición de la endoterma previa con un ruido de fondo aceptable. Mediante un segundo señalizador o "plumilla" se detectó y registró, a una sensibilidad inferior (5 mcal/s), la endoterma de fusión.

### 2.42 Densidad

La densidad se midió por flotación en una columna de gradiente de densidades de la firma Davenport. A partir de los valores de la densidad se estimó la fracción cristalina de la fibra haciendo uso de la fórmula de Dauber, Bunn y Braun <sup>4)</sup>:

$$\alpha = \frac{1,455 (\rho - 1,335)}{0,120}$$

en donde  $\alpha$  es la fracción cristalina del sustrato considerado,  $\rho$  su densidad, y 1,455 y 1,335 la densidad del poliéster PET totalmente cristalino y totalmente amorfo, respectivamente.

### 2.43 Tiempo crítico de disolución (TCD)

La determinación del TCD, así como las indicaciones para asegurar una buena reproducibilidad, están descritas en un trabajo anterior de Gacén y Canal <sup>5)</sup>. Todas las medidas del TCD se realizaron en fenol 100%.

### 2.44 Fuerza de contracción

La fuerza de contracción se midió en un dinamómetro Instron Modelo 3111 equipado con una cámara termostatzada, a la que se le acopló un termómetro digital <sup>6)</sup>.

Los primeros ensayos se realizaron sobre probetas de hilos individuales y con la escala mínima de 0 a 50 g. En estas condiciones resultó que la fuerza de contracción ejercida por el hilo era demasiado baja a las temperaturas inferiores. Para evitar este inconveniente se prepararon probetas formadas por un haz de 10 hilos.

El método operatorio consistió en aplicar una pretensión constante de 0,5 g/tex a la madeja sujeta por las dos mordazas del Instron. La temperatura de la cámara fue ascendiendo desde 30 a 200°C, y a intervalos de 10°C se midió la fuerza de contracción ejercida por el haz de hilos.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

### 3.1 PARAMETROS DEL POLIMERO

#### 3.11 Peso molecular

A efectos de conocer si el termofijado produce una variación en el peso molecular medio del poli(etilentereftalato) componente de los sustratos estudiados, se ha determinado el peso molecular de la trama del tejido descrudado y el de los sustratos termofijados en las condiciones más benignas (30 segundos a 180°C) y en las más severas (60 segundos a 200°C), sustratos 1 y 6, respectivamente. Los resultados obtenidos son los que se indican:

Sustrato	Peso molecular
Trama descrudada	20.000
Trama 1	19.720
Trama 6	20.080

De estos valores se puede deducir que el peso molecular medio numérico del polímero no varía cuando el poliéster es sometido a la operación de termofijado, de modo que no parece que se presente una policondesación en estado sólido. Por otra parte, esta policondesación no ha podido resultar compensada por una simultánea rotura de cadenas como consecuencia de la aplicación del tratamiento térmico sobre un sustrato mientras está sometido a un esfuerzo de tracción, ya que el termofijado se ha aplicado en condiciones distendidas. No obstante, lo indicado sólo pudo ser confirmado procediendo a la determinación de la curva de distribución del peso molecular de los sustratos considerados.

#### 3.12 Grado de blanco

En la Tabla 2 se indican los valores del grado de blanco de los tejidos termofijados en diferentes condiciones de temperatura y tiempo.

**TABLA 2**  
**Parámetros de los sustratos referenciados**

Temperatura (°C)	Termofijado	Tiempo (seg)	Grado de blanco (%)	Fuerza de contracción máxima (g)	P E P (°C)		Densidad (g/cm <sup>3</sup> )		Cristalinidad (%)		T C D (60°C) seg	
					Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama
180		30	62.3	26.5	178	179	1.3932	1.3940	50.6	51.3	56	89
		45	62.4	37	182	183	1.3952	1.3948	52.2	52.0	62	112
		60	62.6	48	188	189	1.3963	1.3970	53.2	53.8	73	131
200		30	63.3	43.5	199	201	1.3991	1.3984	55.6	55.0	100	135
		45	62.7	52	204	205	1.4004	1.3997	56.6	56.0	126	163
		60	62.9	62	208	209	1.4018	1.4010	57.8	57.1	152	195
Tejido descruado			64.3	11.5	--	--	1.3821	1.3806	41.3	40.2	24	7.2

De los valores de esta tabla puede deducirse que los sustratos termofijados parecen algo menos blancos que el original. También se observa que la disminución del grado de blanco es independiente de las condiciones de temperatura y tiempo de termofijado.

Sin embargo, debe tenerse en cuenta que las diferencias observadas carecen de significación, ya que en la escala de blancos de Ciba los niveles 3 y 4 corresponden a los valores 55 y 70 de la fórmula de Berger. Ello significa que la diferencia de blancura entre el sustrato original y los termofijados es muy inferior a un punto de la escala de Ciba y que las diferencias entre los sustratos termofijados son todavía menores. Por otra parte, conviene señalar que la pequeña diferencia de blancura entre el sustrato no termofijado y los que lo han sido, debe atribuirse al polímero componente de la fibra, ya que ésta no contenía blanqueador óptico y los aditivos o productos de avivado han sido eliminados en el descrudado que ha precedido al termofijado.

Así pues, puede deducirse que la operación de termofijado aplicada en las condiciones propias de este estudio afecta escasamente a la blancura del sustrato inicial y, por tanto, a su termoestabilidad química.

## **3.2 PARAMETROS ESTRUCTURALES**

### **3.2.1 Endotermas previas a la fusión (PEP)**

En la Tabla.2 están contenidos los valores de la temperatura de los picos de las endotermas previas a la fusión (PEP).

Heidemann y col. <sup>7)</sup> han indicado que los tratamientos térmicos de las fibras de poliéster, además de producir un crecimiento de los cristalitos existentes, conducen a la nucleación y formación de nuevos cristalitos cuya estabilidad térmica es característica de la temperatura del tratamiento. La temperatura de fusión de estos cristalitos puede deducirse a partir del máximo del pico de una pequeña endoterma de fusión que se observa en los hilos de poliéster tratados térmicamente. A este respecto cabe indicar que se ha hallado una buena correlación entre la temperatura del PEP y la del tratamiento térmico, de manera que, según estos autores, la temperatura de fusión de estos cristalitos es una medida de la estabilidad térmica conferida por un tratamiento térmico y es conocida como la "temperatura efectiva" del tratamiento correspondiente.

Esta temperatura se sitúa por encima de la del tratamiento cuando éste es de duración similar a la del termofijado (20 segundos), y por debajo, cuando se trata de hilos texturados (< 1 segundo), según indica Heidemann <sup>7)</sup>. Por otra parte, del análisis de los resultados de Weigmann <sup>8)</sup> parece deducirse que en los tratamientos de cierta duración con calor seco, la "temperatura efectiva" tiende a aproximarse a la del tratamiento a medida que disminuye la duración de éste.

En lo referente a este estudio, de la Tabla y de la Fig. 1 se deduce que, tanto por urdimbre como por trama, la temperatura efectiva aumenta casi linealmente con el tiempo de termofijado, de manera que para un tiempo de 30 segundos casi se confunde con la temperatura del tratamiento, y para 60 segundos supera a ésta en unos 10°C.

También puede apreciarse que las temperaturas efectivas del poliéster trama y del poliéster urdimbre son prácticamente iguales. Ello parece indicar que la estructura fina del sustrato sometido a la operación de termofijado no influye en el valor del PEP, ya que, como se observará más adelante, las estructuras finas de los sus-

tratos componentes de la urdimbre y de la trama son muy diferentes. Esta observación puede ser muy importante, ya que por extrapolación se podría deducir que las diferencias halladas en los valores del PEP de poliéster termofijados en diferentes partidas, o a lo largo o ancho de una pieza, serían la causa de una tintura irregular, objeto de la reclamación correspondiente. Concretamente, se sabe que diferencias del orden de 5°C pueden presentarse a lo ancho del tejido, y que estas diferencias pueden conducir a tinturas irregulares<sup>9)</sup>. Así pues, el PEP equivaldría a una huella que habría dejado el tratamiento térmico en el sustrato y permitiría detectar si éste se ha impartido con regularidad a lo largo o a lo ancho de un artículo, lo que ayudaría a dilucidar si las irregularidades tintóreas se deben a diferencias de estructura previas al termofijado, a las producidas en esta operación, o si la causa del defecto es una inadecuada conducción del proceso tintóreo.

### 3.22 Densidad y cristalinidad

En la Tabla 2 se observa que la operación de termofijado produce un aumento muy importante de la cristalinidad, de manera que, tanto en la urdimbre como en la trama, el termofijado en las condiciones más benignas (180°C, 30 seg.) supone un aumento del orden de 11 unidades porcentuales.

También se aprecia que, cualquiera que sea la temperatura de termofijado, un aumento del tiempo del tratamiento térmico conduce a un ligero aumento de la densidad y de la cristalinidad calculada a partir de ella. Por su parte, la variable tiempo parece influir algo más en la cristalinidad cuando se termofija a 180°C que cuando esta operación se realiza a 200°C. Tanto para la urdimbre como para la trama, la densidad evoluciona linealmente con el tiempo de termofijado cuando esta operación se realiza a 200°C, mientras que a 180°C esta tendencia es algo menos manifiesta, como puede observarse en la Figura 2.

La cristalinidad es más sensible a la variación de la temperatura que a la del tiempo, ya que cuando se mantiene constante esta variable los sustratos termofijados a 200°C presentan una cristalinidad superior a la que resulta de hacerlo a 180°C. La diferencia puede estimarse en unas 3,5 unidades para la trama y en 4,5 unidades cuando se trata de la urdimbre.

### 3.23 Tiempo crítico de disolución

En la Tabla 3 se indican los valores del TCD en fenol 100% de la urdimbre y de la trama del tejido original y del tejido descrudado en las condiciones señaladas en la parte experimental.

**TABLA 3**  
**TCD de la urdimbre y de la trama**  
**de los tejidos original y descrudado (seg. en fenol 100%)**

Sustrato	hilo	Temperatura del ensayo (°C)						
		47,5	50	52,5	55	57,5	60	62,5
Original	Urdimbre	--	--	--	--	43	28	22
	Trama	33	25	21	--	--	--	--
Descrudado	Urdimbre	--	--	--	--	31	24	18
	Trama	27	19	14	--	--	7.2	--



Teniendo en cuenta los valores de esta tabla y las temperaturas a las que se han determinado, los hilos de urdimbre presentan TCD mucho más altos que los de trama, de manera que aquellos deben ser considerados anormalmente altos, y los de ésta como normales.

La misma tabla permite apreciar también que el descruado ocasiona un ligero descenso del TCD, tanto por urdimbre como por trama. Este fenómeno parece extraño, ya que aunque esta operación se ha realizado a baja temperatura (40°C), la secuencia del proceso comprendía un secado a 100°C, que en principio debería conducir a un aumento del TCD. La repetición de los ensayos ha confirmado la tendencia observada. Una posible interpretación consistiría en que la relajación de tensiones previas generadas con anterioridad al descruado-secado facilitaría el acceso del disolvente y, por tanto, el desmoronamiento de la estructura del sustrato que tiene lugar a lo largo del ensayo del TCD.

Por su parte, las Tablas 4 y 5 recogen los valores del TCD de los hilos de los sustratos termofijados en diferentes condiciones de temperatura y tiempo. El análisis de estos valores permite señalar que:

- 1) Tanto para la urdimbre como para la trama, el aumento de la temperatura y (o) tiempo de termofijado conduce a un incremento importante en los valores del TCD.
- 2) Para los niveles de las variables propios de este estudio, el TCD es mucho más sensible a la variación de la temperatura que a la del tiempo.
- 3) Independientemente de la temperatura de termofijado, el TCD a 60°C, tanto de la urdimbre como de la trama, evoluciona con una excelente linealidad en función del tiempo, tal como puede observarse en las Figuras 3 y 4.
- 4) La variación del TCD de la trama al pasar el tiempo de termofijado de 30 a 60 segundos, tanto a 180° como a 200°C, se sitúa en torno al 40%.
- 5) Independientemente del tiempo de termofijado, el TCD de la trama aumenta del orden del 60% cuando se pasa de 180° a 200°C.
- 6) Cualquiera que sea la temperatura y el tiempo de termofijado, los hilos de trama presentan un TCD mucho más alto que los de urdimbre, lo cual contrasta con el mayor valor de éstos en el tejido original, crudo o descruado.

**TABLA 4**

**Tiempo crítico de disolución de los hilos de trama de los sustratos termofijados (seg. en fenol 100%)**

Condiciones de termofijado			Temperatura del ensayo (°C)						E <sub>a</sub> (Kcal/mo)
Sustrato	Temperatura (°C)	Tiempo (seg)	55	57.5	60	62.5	65	67.5	
1	180	30	157	118	89	64	42	--	28.6
2		45	184	144	112	73	53	--	27.9
3		60	225	166	131	101	61	--	27.4
4	200	30	--	187	135	100	71	56	27.4
5		45	--	233	163	122	88	67	27.8
6		60	--	278	195	133	100	74	29.7

**TABLA 5**

**Tiempo crítico de disolución de los hilos de urdimbre de los sustratos termofijados (seg. en fenol 100%)**

Condiciones de termofijado			Temperatura de ensayo (°C)						E <sub>a</sub> (Kcal/mol)
Sustrato	Temperatura (°C)	Tiempo (seg)	55	57.5	60	62.5	65	67.5	
1	180	30	91	72	56	44	33	--	22.2
2		45	104	86	62	50	39	--	22.1
3		60	115	106	73	59	44	--	22.1
4	200	30	--	147	100	74	54	39	29.3
5		45	--	189	126	93	66	51	29.3
6		60	--	218	152	105	82	59	28.9

El fenómeno observado en el apartado 6) es anormal ya que en los hilos de diferente TCD sometidos a un mismo tratamiento de termofijado, cabe esperar que los mayores TCD correspondan a los que lo tenían más alto antes de termofijar. Como máximo se podría esperar que se igualaran pero nunca que se inviertan; incluso la igualación es difícil ya que es bien conocida la gran memoria térmica de las fibras de poliéster.

Para explicar el comportamiento observado conviene tener en cuenta que la urdimbre original poseía una estructura fina anómala, tal como se han indicado anteriormente, de manera que el orden cristalino potenciado por la operación de termofijado sería menos perfecto y (o) intenso en la urdimbre que en la trama. Esta explicación parece razonable ya que cuanto mayor es la cristalinidad más alto es el TCD y para una misma cristalinidad el mayor TCD corresponde al sustrato con cristalitas o regiones cristalinas más grandes y(o) perfectas. Por las razones indicadas, la discusión de los resultados experimentales de este estudio se ha centrado fundamentalmente en los valores correspondientes a la trama.

Los diferentes valores del TCD de los hilos de urdimbre y trama de los sustratos termofijados indican que las diferencias entre los dos sustratos se deben a las ya existentes entre ellos antes del termofijado, ya que según indican los PEP, ambos han experimentado el mismo tratamiento térmico. Ello es muy importante desde un punto de vista industrial, pues cuando un tratamiento térmico uniforme conduce a sustratos con diferencias estructurales en su seno y que se tiñen irregularmente, las irregularidades tintóreas deben atribuirse a diferencias estructurales previas al termofijado. La determinación de la temperatura de fusión (PEP) de los cristales formados en la cristalinización secundaria y la del TCD puede permitir asignar, con buen criterio, los defectos a un tratamiento irregular (diferencias en TCD y PEP) o a diferencias de estructura en el sustrato no termofijado (PEP iguales y TCD diferentes).

Entre el logaritmo natural de 1/TCD y el inverso de la temperatura absoluta, 1/T (K<sup>-1</sup>) existe una excelente correlación lineal, Fig. 5 y 6, tal como se ha señalado con anterioridad en hilos de poliéster<sup>10, 11</sup> y en hilos de fibras acrílicas<sup>12</sup>. A partir de las pendientes de las rectas correspondientes, se pueden deducir las energías de activación global aparente de los sustratos termofijados en diferentes condiciones. A este respecto se observa que en los hilos de trama la mencionada energía de activación es independiente de las condiciones de termofijado, que en los de urdimbre

es apreciablemente más alta cuando se termofija a 200°C y que el tiempo de termofijado no influye en el valor de este parámetro. Los valores de la energía de activación global aparente se sitúan en torno a 28 kcal/mol para todas las tramas y para las urdimbres de los sustratos termofijados a 200°C; y alrededor de 22 kcal/mol para los hilos de urdimbre tratados a 180°C.

### 3.24 Fuerzas de contracción

El termofijado tiene como misión relajar los esfuerzos inducidos en un sustrato textil en las etapas del proceso de fabricación que le preceden. Esta relajación ejerce fuerzas de retracción que conducen a un encogimiento de los hilos correspondientes y cuya magnitud depende de las condiciones en que se realiza el termofijado (Temperatura, tiempo, sobrealimentación). La fuerza de contracción o relajación constituye un parámetro estructural de las fibras de poliéster tratadas térmicamente con vistas a estabilizar su estructura (fijado, termofijado) o para conseguir un efecto especial estable (texturación). Su medida ha sido objeto de diversos estudios (6), (13), (14), (15), habiéndose aplicado en este trabajo el método desarrollado por Naik y Valencia.

En las figuras 7 y 8 se ha representado la relación fuerza de encogimiento/temperatura del ensayo de los hilos de trama termofijados en las condiciones señaladas. A efectos comparativos se ha procedido también al ensayo del hilo descrudado.

A medida que aumenta la temperatura del ensayo, los cambios que se producen en los filamentos mantenidos a una longitud constante se traducen en fuerzas cuya intensidad depende de la estructura interna de la fibra. La fuerza de encogimiento aumenta con la temperatura del ensayo hasta que ésta alcanza un valor, a partir del cual disminuye. La temperatura a la que se presenta el máximo depende del historial térmico del polímero.

Cuando un hilo de filamentos no ha experimentado un tratamiento térmico posterior a los propios de la planta de producción, el máximo se presenta entre 140° y 150°C; y cuando el mismo hilo ha sido sometido a una texturación entre 210° y 240°C, se presenta a unos 90°C. En nuestro caso el máximo se ha observado a 70°-75°C.

La temperatura a la que se presenta el máximo está relacionada con la historia térmica del sustrato y más concretamente con su estructura fina. A medida que aumenta el contenido de materia cristalina del sustrato disminuye la temperatura a la que éste se presenta, con la particularidad de que su localización está relacionada con la duración del tratamiento térmico, pero no con la temperatura de éste.

Lo indicado ha sido confirmado en este estudio por el comportamiento de los hilos termofijados, ya que, independientemente de la temperatura y del tiempo de tratamiento, el máximo se presenta siempre a 70°-75°C, lo cual parece sugerir que todos los tratamientos de termofijado han tenido una duración suficiente para que en el sustrato se establezca la estructura propia de la temperatura del tratamiento. Lo mismo puede decirse del hilo sometido al tratamiento de descrudado-secado, ya que el máximo se presenta también a 70°C.

Por otra parte, es interesante estudiar la evolución de la relación fuerza de encogimiento/temperatura del ensayo para el hilo descrudado-secado. Después de los 70°C, la fuerza de contracción disminuye hasta que se llega a la temperatura de 120°C, a partir de la cual se produce una evolución similar a la de los hilos termofijados, para alcanzar un segundo máximo a 190°C, es decir, también a unos 70°C de iniciarse el segundo proceso. Las dos partes de esta curva podrían interpretarse en el sentido de que hasta que se llega a 120°C se ha aplicado un tratamiento térmico que

ha generado una estructura, y que a partir de esta temperatura la curva de la fuerza de encogimiento corresponde a la de la nueva estructura fijada.

En cuanto a la magnitud de la fuerza de encogimiento de los hilos de trama termofijados, en la Tabla 2 puede observarse que el valor del máximo es sensible a la variación, tanto del tiempo como de la temperatura de termofijado, en el sentido de que un aumento de la temperatura y (o) tiempo de termofijado implica una mayor fuerza de contracción en el sustrato correspondiente. Por su parte, la Fig. 9 indica la existencia de una excelente correlación lineal entre la fuerza de contracción y el tiempo de termofijado a una temperatura determinada. El agrupamiento de los valores de acuerdo con la temperatura del tratamiento permite sugerir que cada temperatura genera una estructura global característica que depende en cierta medida del tiempo de tratamiento.

### 3.25 Relación entre parámetros

En las Figuras, 10, 11 y 12 se ha presentado la relación que existe entre la cristalinidad y los parámetros correspondientes.

De la Figura 10 se deduce que, independientemente de la temperatura del tratamiento, los valores de la cristalinidad se correlacionan linealmente con el logaritmo del TCD, de manera que, sobre todo si se prescinde de los puntos señalados con una flecha por considerarlos anómalos, resulta un excelente coeficiente de correlación lineal.

Por otra parte, puede observarse que los valores correspondientes a las urdimbres y a las tramas se sitúan sobre dos rectas muy diferenciadas, lo que confirma la existencia de importantes diferencias de estructura entre ambas. Para una misma cristalinidad, el mayor TCD corresponde a la trama, lo que supone que las regiones cristalinas son de mayor tamaño y (o) más perfectas en la trama que en la urdimbre, de acuerdo con lo indicado por Weigmann<sup>16)</sup>. Este comportamiento concuerda con lo señalado en el apartado de la discusión correspondiente al TCD, en el sentido de que la estructura fina del poliéster trama no termofijado permite la formación de una estructura más ordenada en la operación de termofijado.

En cuanto a la relación cristalinidad/fuerza de contracción, la Fig. 11 indicada que los valores se agrupan en función de la temperatura del termofijado y que en el tratamiento a 200°C existe una correlación lineal excelente. Por otra parte, una mayor cristalinidad significa en todos los casos un aumento de la fuerza de contracción, lo cual será objeto de interpretación en un trabajo posterior.

Al relacionar la cristalinidad con los valores del PEP se observa una correlación lineal muy buena en las muestras termofijadas a 200°C y buena en las tratadas a 180°C. También se aprecia que la totalidad de los valores se agrupan según una línea recta que presenta igualmente un buen coeficiente de correlación (0,97) (Fig. 12).

Al representar el TCD en función de la temperatura del PEP (Fig. 13) se observa que ambos parámetros evolucionan linealmente según rectas características de la temperatura del tratamiento. Lo mismo puede decirse de la relación temperatura del PEP/fuerza de contracción (Fig. 14) y de la que existe entre la fuerza de contracción y el TCD de los sustratos correspondientes (Fig. 15), con la particularidad de que en este caso se aprecia un buen coeficiente de correlación lineal al relacionar la totalidad de los valores, independientemente de la temperatura del tratamiento.

Finalmente conviene señalar que, para los valores de la trama, y en su caso para los correspondientes a la urdimbre, y tanto en la relación tiempo/parámetros como en la relación entre parámetros, los valores correspondientes a 180°C se agru-

pan en líneas muy diferenciadas de las propias de los valores de los sustratos termofijados a 200°C. Ello significa obviamente que los valores no se agrupan todos en torno a una línea maestra o común, lo cual puede ser interpretado en el sentido de que existen diferencias estructurales importantes entre los sustratos termofijados a una u otra temperatura. Ello parece razonable ya que, teniendo en cuenta la duración del tratamiento térmico, las temperaturas de 180° y 200°C pueden situarse por debajo y por encima, respectivamente, de aquella a la que según Dumbleton se presenta una discontinuidad importante en la evolución de la estructura (tamaño de los cristales, velocidad de cristalización, etc.) en función de la temperatura del tratamiento térmico.

#### 4. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos y de su discusión, puede concluirse que en las condiciones experimentales propias de este estudio:

- 1) La operación de termofijado no modifica el peso molecular medio numérico del poli(etilentereftalato).
- 2) El termofijado ocasiona un amarilleamiento muy ligero, cuya intensidad es independiente de las condiciones del tratamiento.
- 3) La temperatura efectiva del tratamiento de termofijado deducida a partir de la endoterma previa a la fusión (PEP), evoluciona linealmente con el tiempo de termofijado, tanto a 180° como a 200°C.
- 4) La temperatura efectiva del tratamiento coincide prácticamente con la prevista para el termofijado cuando la duración de éste es de 30 segundos, tanto a 180° como a 200°C.
- 5) A pesar de que la urdimbre y la trama iniciales diferían notablemente en su estructura, los PEP de una y otra son prácticamente iguales.
- 6) La medida del PEP se manifiesta como excelente para conocer la intensidad y la regularidad del tratamiento térmico correspondiente al termofijado. La determinación de este parámetro puede ayudar a dilucidar si el arrugado de los artículos teñidos después de alisados se debe a que el termofijado previo se ha realizado a una temperatura y (o) tiempo insuficiente, o si un termofijado demasiado severo ha conducido a un artículo áspero y acartonado.
- 7) El termofijado conduce a un aumento importante de la cristalinidad que en las condiciones más benignas (30 seg. a 180°C) se puede estimar en unas 11 unidades; y en 17 unidades cuando se trata de las condiciones más enérgicas (60 seg. a 200°C).
- 8) Como cabía esperar, la cristalinidad aumenta al hacerlo la temperatura y (o) tiempo de termofijado, siendo mayor la incidencia de aquella variable que la de ésta.
- 9) Cualesquiera que sean las condiciones del termofijado, las tramas y las urdimbres presentan TCD diferentes lo que indica que esta operación no iguala las diferencias de estructura originadas en etapas anteriores.
- 10) PEP iguales y TCD diferentes en zonas objeto de comparación, indican que las diferencias se han generado antes del termofijado y que se han mantenido o acusado en este tratamiento.
- 11) PEP diferentes y TCD diferentes en zonas objeto de comparación, permiten sugerir que el termofijado se ha realizado en condiciones irregulares, sin que se pueda excluir la existencia de irregularidades previas en los sustratos correspondientes.
- 12) El máximo de la fuerza de contracción en función de la temperatura es tanto más alto cuanto mayor es la temperatura y (o) tiempo de termofijado.

- 13) Se han observado correlaciones lineales muy buenas, y mejores a 200° que a 180°C, entre los parámetros estructurales estudiados y la variable tiempo.
- 14) El agrupamiento en líneas diferentes de los valores correspondientes a 180° y 200°C puede ser atribuido a diferencias importantes en la estructura que resulta de termofijar los sustratos a una o a otra temperatura.
- 15) Se han observado también correlaciones lineales muy buenas, y también mejores a 200° que a 180°C, entre los parámetros estructurales determinados sobre los sustratos termofijados.
- 16) En las relaciones lineales entre los parámetros estructurales se presenta también un agrupamiento separado de acuerdo con la temperatura de termofijado.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a:

- La Comisión Asesora de Investigación Científica y Técnica por la subvención concedida al Proyecto de Investigación del que forma parte este estudio.
- La Seda de Barcelona, S.A. por la aportación desinteresada del tejido de poliéster utilizado y del equipo de termofijado.
- Al Licenciado Juan Canals, de la Seda de Barcelona y a la Dra. Montserrat Pepió, por sus consejos en la planificación de las experiencias; y a la Ing. Tec. M. Caro, por la determinación de los grados de blanco.
- A las Sras. Montserrat García y Lolita Filgueira, por la ayuda prestada en el desarrollo del trabajo experimental.

## BIBLIOGRAFIA

- ( 1) H. Ludewig, "Polyester Fibres", pp. 126-130, Wiley, London 1971..
- ( 2) Griehl, W. y Neue, S.; Faserforschung und Textiltechnik, 5 (1954) p. 423.
- ( 3) Ganz, O.; Colour and Appearance, 1 (Abril-Mayo 1972) p. 33.
- ( 4) Dauber, Bunn y Braun; Proc. Roy. Soc. A226 (1954).
- ( 5) Gacén, J. y Canal Arias, J.M.; Bull. Scient. ITF, n° 17 (Feb. 1976) p. 17.
- ( 6) Naik, A. y Valencia, L.; Melliand Textilberichte, (Noviembre 1977) p. 869.
- ( 7) Heidemann, G. y Berndt, H.J.; Chemiefarem 24/76 (1974) p. 46.
- ( 8) Weigmann, H.D., Scott, M.G. y Ribnick, A.S.; Textile Research Journal (Diciembre 1977) p. 761.
- ( 9) Gacén, J.; "Fibras de Poliéster", Cátedra de Polímeros Textiles E.T.S.I.I.T.
- (10) Gacén, J. y Canal Arias, J.M.; Bull. Scient. ITF, Vol. 7, n° 28, (Noviembre 1978) p. 533.
- (11) Gacén, J. Canal Arias, J.M. y Valdeperas, J.; Química Textil, n° 66 (Abril-Junio 1982) p. 63.
- (12) Gacén, J. y Canal Arias, J.M.; Melliand Textilberichte, (Junio 1980) p. 533.
- (13) Weidner, H.P.; Chemiefasern, (Octubre 1968) p. 751.
- (14) Takaku, A., Terni, S. y Suzuki, C.; Fibre Science and Technology, 4 (Junio 1982) p. 237.
- (15) Stein, W.; Chemiefasern, (Abril 1982) E 15.
- (16) Weigmann, H.D. y otros; Textile Research Journal, (Diciembre 1977) p. 761.
- (17) Dumbleton, J.H., Bell, J.P. y Murayama, T.; J. Applied Polymer Science, 12 (1968) p. 2491.

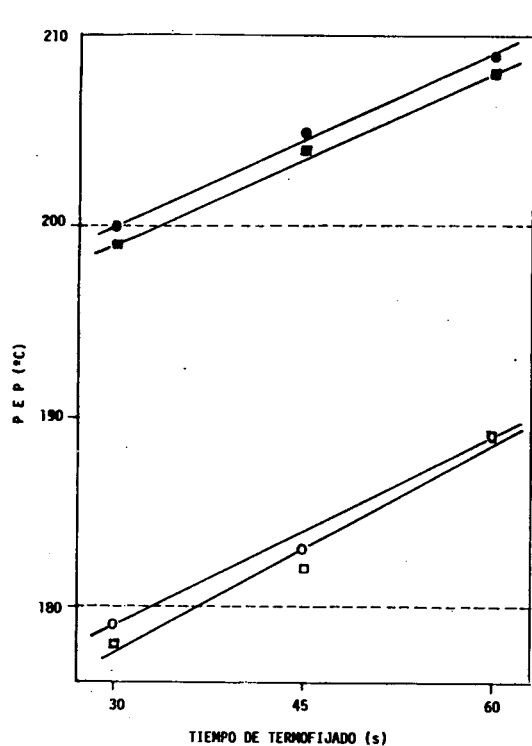


Fig. 1.- Variación de la temperatura del PEP. en función del tiempo de termofijado.

	180°C	200°C
TRAMA	○	●
URDIMBRE	□	■

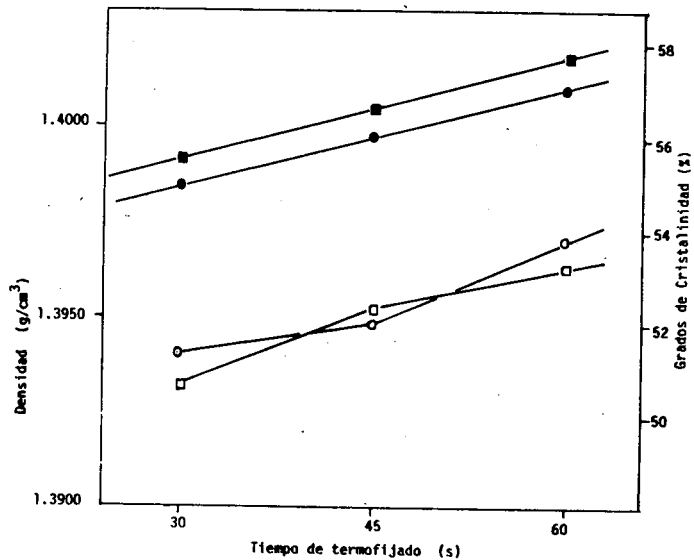
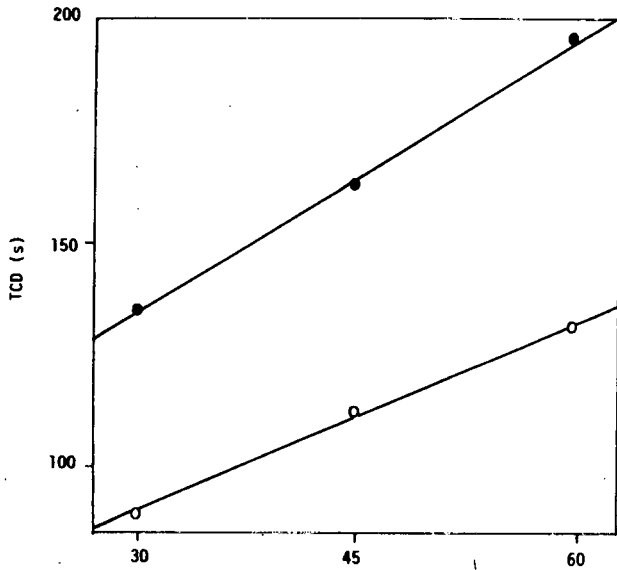
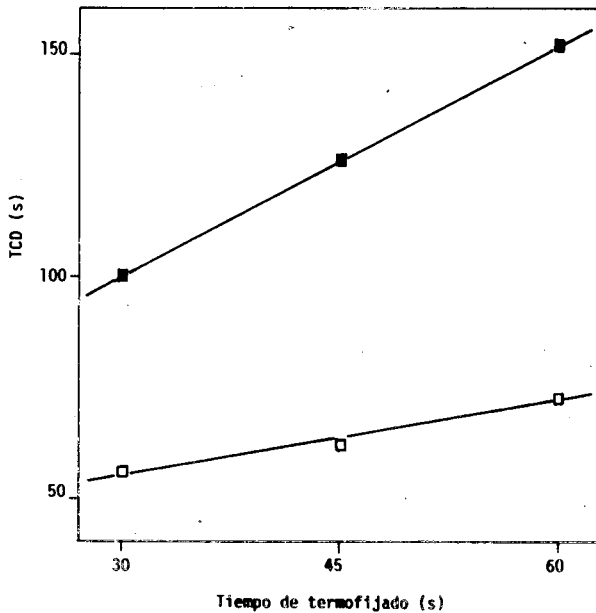


Fig. 2.- Variación de la densidad y del grado de cristalinidad del sustrato de poliéster con el tiempo de termofijado.

	180°C	200°C
TRAMA	○	●
URDIMBRE	□	■



**Fig. 3.- Variación del TCD en Fenol 100% a 60°C con el tiempo de termofijado. Temperaturas de termofijado: 180 (O) y 200°C (●). Sustrato: hilos de trama.**



**Fig. 4.- Variación del TCD en Fenol 100% a 60°C con el tiempo de termofijado. Temperaturas de termofijado: 180 (□) y 200°C (■). Sustrato: hilos de urdimbre.**



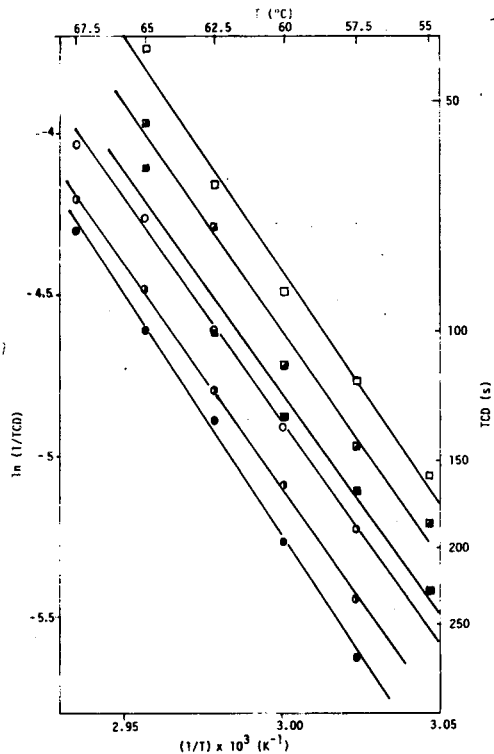


Fig. 5.- Relación tipo Arrhenius entre el TCD, en Fenol 100% y a 60°C, y la temperatura de ensayo. Sustrato hilo de trama.

	180°C	200°C
30	□	○
45	■	●
60	■	●

Fig. 5.- Relación tipo Arrhenius entre el TCD, en Fenol 100% y a 60°C, y la temperatura de ensayo. Sustrato hilo de trama.

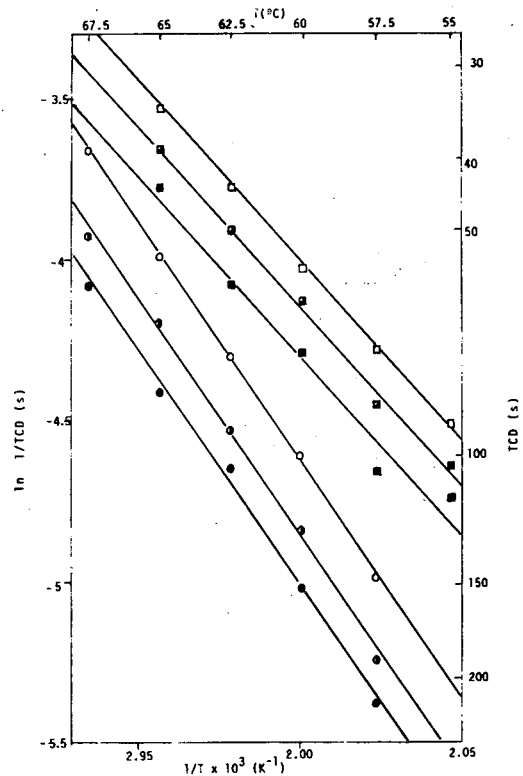
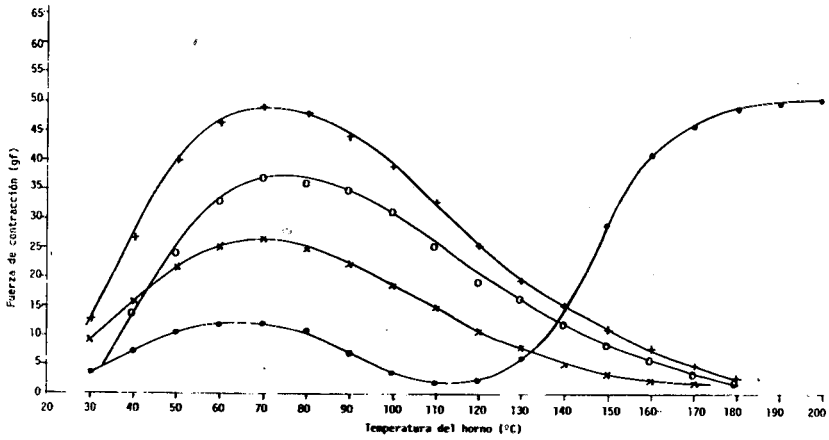


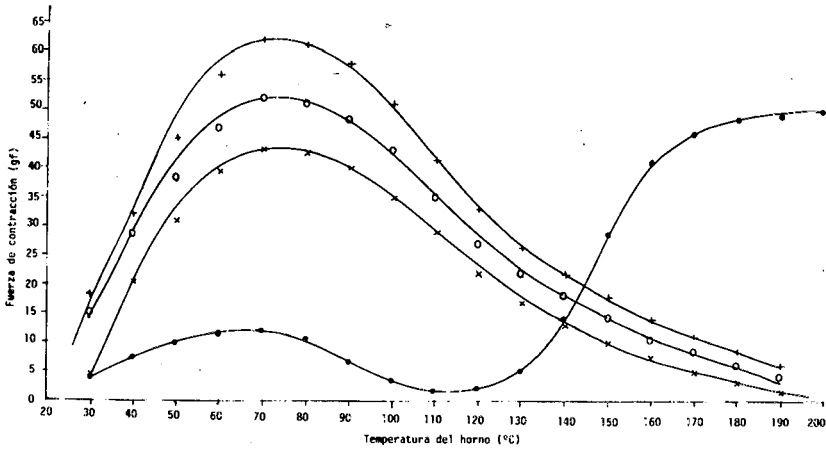
Fig. 6.- Relación tipo Arrhenius entre el TCD, en Fenol 100% y a 60°C, y la temperatura del ensayo. Sustrato hilo de urdimbre.

	180°C	200°C
30	□	○
45	■	●
60	■	●

Fig. 6.- Relación tipo Arrhenius entre el TCD, en Fenol 100% y a 60°C, y la temperatura del ensayo. Sustrato hilo de urdimbre.



**Fig. 7.- Variación de la fuerza de contracción en función de la temperatura del horno.**  
**SUSTRATOS:** hilos de trama descruado (●) y termofijados a 180°C durante 30 (×), 45 (o) y 60 s (+).



**Fig. 8.- Variación de la fuerza de contracción en función de la temperatura del horno.**  
**SUSTRATOS:** hilos de trama descruado (●) y termofijado a 200°C durante 30 (×), 45 (o) y 60 s (+).

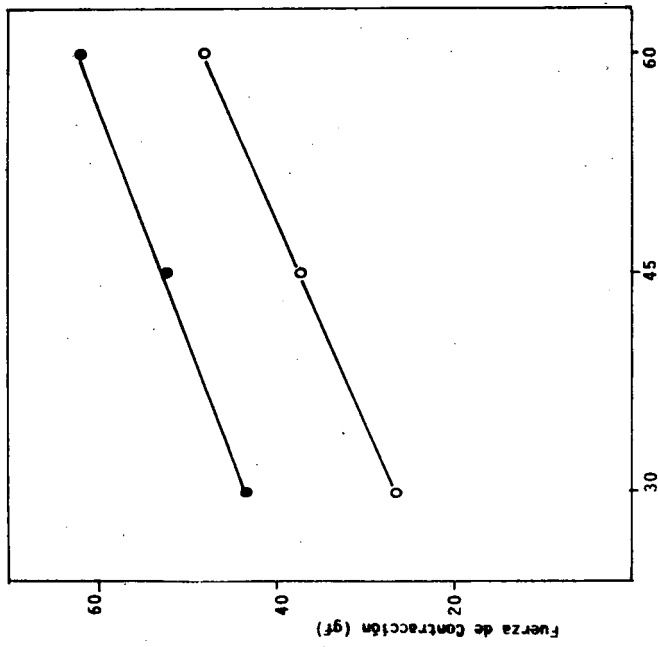


Fig. 9.- Variación de la Fuerza de Contracción con el tiempo de Termofijado. Temperaturas de Termofijado 180°C (○) y 200°C (●).

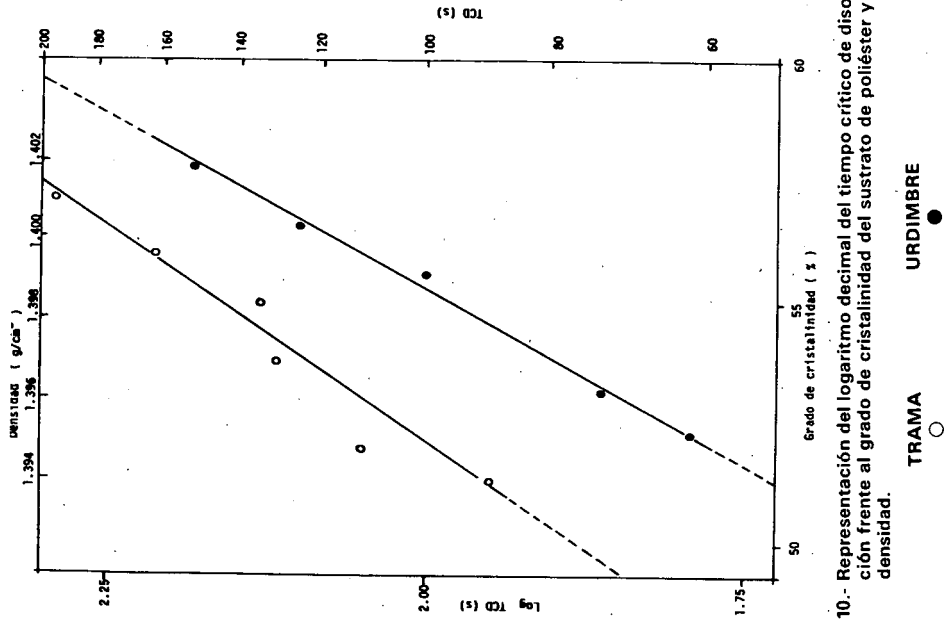


Fig. 10.- Representación del logaritmo decimal del tiempo crítico de disolución frente al grado de cristalinidad del sustrato de poliéster y su densidad.

TRAMA ○  
URDIMBRE ●

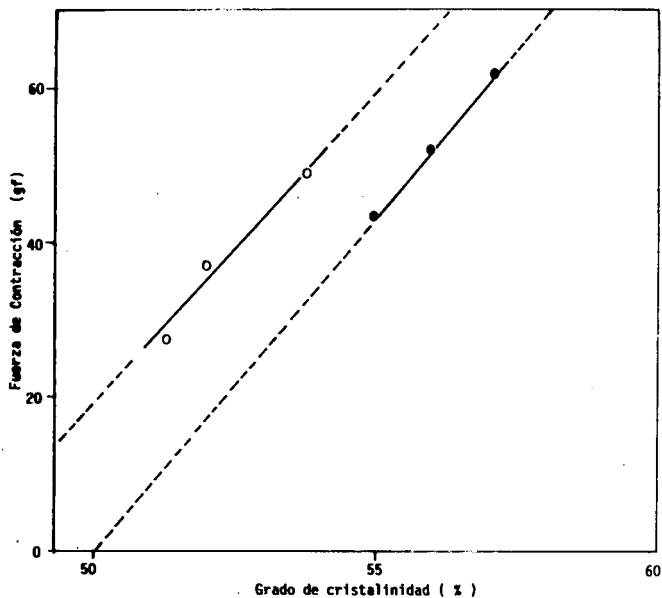


Fig. 11.- Variación de la fuerza de contracción con el grado de cristalinidad. Temperaturas de Termofijado: 180 (○) y 200°C (●).

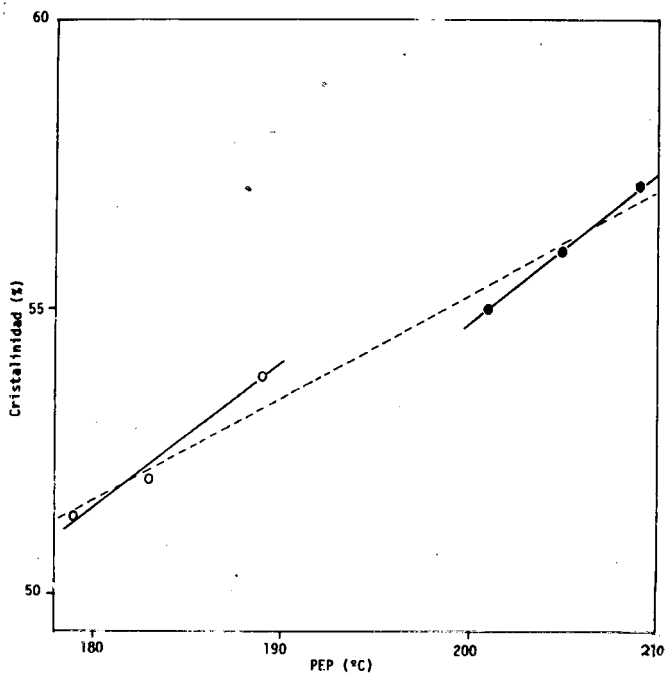


Fig. 12.- Variación del grado de cristalinidad con la temperatura de la endoterma previa a la fusión (PEP) del sustrato de poliéster. Temperaturas de termofijado: 180 (○) y 200°C (●)

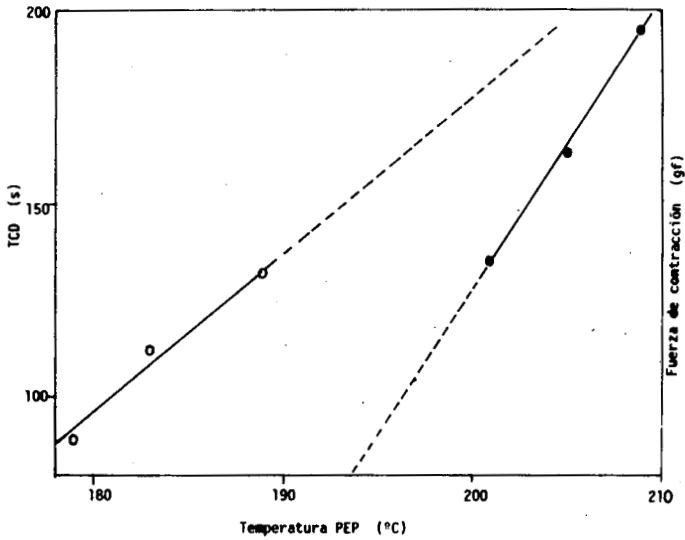
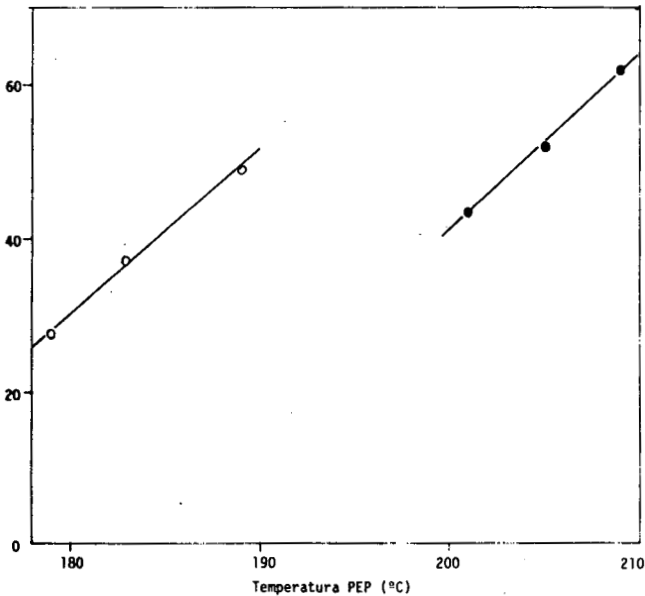
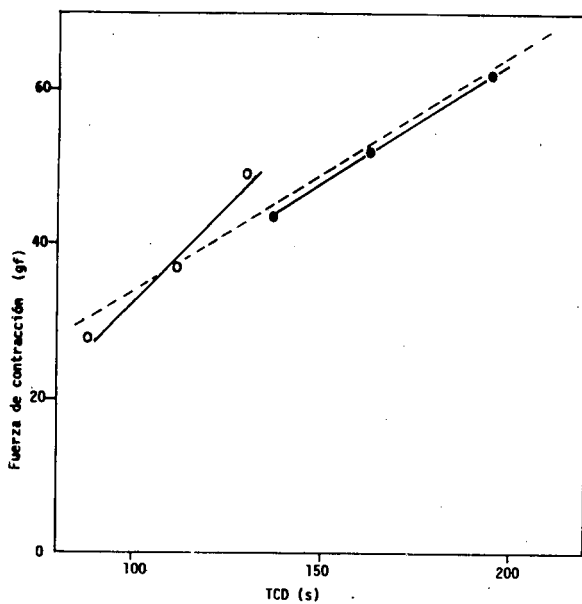


Fig. 13.- Variación del TCD en Fenol 100% a 60°C con la temperatura de

**Fig. 13.- Variación del TCD en Fenol 100% a 60°C con la temperatura de PEP. Sustratos: Hilos de trama termofijados a 180 (○) y 200°C (●).**



**Fig. 14.- Variación de la función de contracción con la temperatura de la endoterma previa a la fusión (PEP) del sustrato de poliéster. Temperaturas de termofijado: 180 (○) y 200°C (●)**



**Fig. 15.- Variación de la función del TCD en Fenol 100% a 60°C.  
Sustratos: Hilos de trama termofijados a 180 (○) y 200°C (●).**