

# Disminución de las propiedades resistentes de los artículos de poliéster en sus tratamientos y utilización <sup>(△)</sup>

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

## 0.1. Resumen

Aplicando técnicas sencillas de caracterización de la estructura fina del poliéster (solubilidad diferencial, tiempo crítico de disolución) y determinando el peso molecular medio por viscosimetría, es posible conocer las causas que han motivado la disminución de resistencia de los artículos de poliéster. Técnicas más complejas como la calorimetría diferencial y el análisis termomecánico pueden también utilizarse para aportar datos complementarios.

Se estudian las causas de la disminución de la resistencia de diversos sustratos que han conducido a situaciones conflictivas por motivos económicos. En unos casos ha sido responsable la destrucción parcial de la microestructura de la fibra y en otros una disminución del peso molecular, tanto en el procesado textil como en un uso industrial en condiciones inadecuadas.

- (△) Trabajo presentado al 12 Simposio de la Asoc. Española de Químicos y Coloristas Textiles, Barcelona, 1986, marzo.
- (\*) 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. Ing. José Cegarra Sánchez. Director del Instituto. Catedrático de "Tintorería" de la E.T.S.I.I. de Terrassa.
- (\*\*\*) Licenciado en Ciencias Químicas Fernando Bernal Sánchez. Laboratorio de "Polímeros Textiles", de este Instituto.

## **Decrease of the strength properties of the polyester materials in treatments and use**

### **0.2. Summary**

Through the application of simple characterisation techniques of the fine structure of polyester (differential solubility, dissolution critical time) and determination of the average molecular weight by viscosimetry is possible to know the reasons causing the decrease in the strength of polyester materials. More complicated techniques, such as differential calorimetry and thermomechanical analysis can also be used if additional information is required.

The causes of the strength decrease of a few substrates giving rise to some economical conflicts are studied. In some cases, the partial destruction of the microstructure of fibre is responsible for the above problems while in other cases is the decrease of the molecular weight.

## **Diminution des propriétés résistantes des articles de polyester à conséquence des traitements et de son utilisation**

### **0.3. Résumé**

En appliquant des techniques simples de caractérisation de la structure fine du polyester (solubilité différentielle, temps de dissolution critique) et en déterminant le poids moléculaire moyen par viscosimétrie, il est possible de connaître les causes qui ont motivé la diminution de la résistance des articles en polyester. On peut utiliser aussi des techniques plus complexes, telles que la calorimétrie différentielle et l'analyse thermomécanique, afin d'apporter des données complémentaires. On étudie les causes de la diminution de la résistance de divers substrats qui ont mené à des situations conflictives par motifs économiques. Dans des cas, c'est la destruction partielle de la microstructure de la fibre qui en a été responsable, tandis que dans d'autres cas l'a été une diminution du poids moléculaire, dans le processus textile aussi bien que dans un usage industriel sous des conditions inappropriées.

## **1. INTRODUCCION**

Las reclamaciones más frecuentes relacionadas con defectos de fabricación en los artículos de poliéster suelen referirse a un comportamiento tintóreo irregular, cuyo origen puede atribuirse a un proceso tintóreo inadecuado, a tratamientos térmicos, mecánicos o termomecánicos previos a la tinción, o a que una partida presenta irregularidades originadas en la productora de la fibra.

Sin embargo, no es raro tener que decidir sobre las causas de que un artículo haya experimentado una pérdida de resistencia mayor de la que se puede admitir en un proceso determinado o al cabo de un tiempo de utilización. A este respecto conviene señalar que la disminución de la resistencia de un sustrato de poliéster se puede deber a un acortamiento de la cadena macromolecular o a que se ha producido una variación o destrucción importante de la microestructura física que explica la mayor resistencia de las fibras con respecto a los plásticos <sup>1)</sup>.

La disminución del peso molecular suele deberse a que la acción combinada del agua y del calor hidroliza algunos grupos éster de la cadena polimérica. La importancia de una disminución de la resistencia depende de la variación del peso molecular, pero su significación es mucho mayor en los tejidos industriales que deben cumplir determinadas especificaciones en cuanto a resistencia (cinturones de seguridad para automóviles, por ejemplo) que cuando se trata de productos destinados a ser utilizados en el campo de la indumentaria o del hogar. Precisando, puede decirse que una disminución del 10% de la resistencia suele carecer de importancia en estos sectores, mientras que puede situar fuera de norma a un producto industrial o ponerlo en una situación límite de rechazo.

Tal como se ha indicado, la disminución de la resistencia puede ser ocasionada también por una modificación o destrucción de la estructura fina de la fibra, de manera que una estructura muy modificada en un sentido desfavorable se podría asemejar más a la de los plásticos que a la de las fibras y, por tanto, le correspondería una resistencia más acorde con aquellos que con éstas. Una elevación de la temperatura en el proceso textil o durante el uso del tejido acabado por encima de los límites recomendables, puede situar a la fibra por encima de su punto de reblandecimiento y producir una disminución importante de la orientación y, consecuentemente, de su resistencia a la tracción. Cuando la variación de la estructura fina es muy importante, el sustrato pierde una gran parte de su resistencia y se presenta como mucho menos flexible y con un tacto áspero y acartonado. Precisamente, este tipo de tacto puede servir como primera orientación para localizar el origen del descenso de la resistencia, ya que artículos poco resistentes por haberse producido una disminución importante del peso molecular, presentan un tacto y flexibilidad normales.

Así pues, la determinación del peso molecular del poliéster y la de un parámetro de la estructura fina pueden ayudar en gran medida a localizar la causa o causas de la disminución de la resistencia de un artículo de poliéster. Esto es necesario sobre todo, cuando la variación de la resistencia no es muy importante y afecta a la elección de las condiciones óptimas para la realización de un proceso en la planta de producción de la fibra o en la industria textil, y también en cuanto influye en la idoneidad de un artículo para una aplicación industrial determinada <sup>2)</sup>.

Los sustratos de poliéster pueden perder resistencia en diversas operaciones mal conducidas, raramente en la planta de producción de la fibra, y con mayor frecuencia en el proceso textil. Como ejemplos de situaciones reales se presentan diversos casos en los que el origen del fenómeno se ha localizado en:

- 1) Una ligera hidrólisis detectada en un proceso de tintura termosol de un artículo para usos industriales.
- 2) Una disminución importante del peso molecular de un artículo, producida durante su uso industrial.
- 3) Unas condiciones de uso por encima de las posibilidades térmicas del poliéster, en cuanto a temperatura de trabajo.
- 4) Algún tratamiento térmico demasiado severo, aplicado con anterioridad al proceso de tintura.
- 5) Diferencias de estructura entre la cabeza (final) y principio de una bobina de hilo fabricado en una continua de anillos.

cen atribuibles a diferencias microestructurales originadas por tratamientos diferentemente intensos.

En cuanto al peso molecular, se aprecia que los mayores valores corresponden a los sustratos más resistentes. Las diferencias no son muy grandes, pero se han repetido al realizar los ensayos por duplicado, y habría que atribuirlos a un ataque hidrolítico que se habría podido producir en alguna etapa del proceso por la acción combinada de la humedad (o de otro agente) y de la temperatura.

Un estudio más complejo como es el correspondiente a la distribución de pesos moleculares de los cuatro sustratos podría haber confirmado las causas de la pérdida de resistencia al permitir detectar un aumento de las fracciones de menor peso molecular.

## 2.2 CASO N° 2

### 2.21 Descripción

Corresponde a una materia que durante su uso ha experimentado una pérdida de resistencia mucho mayor de la que cabría esperar, de modo que la resistencia es muy escasa.

### 2.22 Sustratos estudiados

Tejido nuevo con resistencia normal.

Tejido usado con resistencia muy escasa, y una gran cantidad de polvo adherido.

### 2.23 Caracterización

Determinado el peso molecular <sup>4)</sup> de estos sustratos, se han obtenido los siguientes resultados:

	Ensayo 1	Ensayo 2	Valor medio
Sustrato nuevo	21.600	21.300	21.450
Sustrato usado	8.200	8.100	8.150

Por otra parte, se midió el pH del extracto acuoso de la muestra deteriorada con el correspondiente polvo adherido. Para ello se prepararon dos muestras de 2 g y se agitaron durante 2 horas en frascos de vidrio pyrex que contenían 100 ml de agua destilada de pH aproximadamente igual a 5,5. el pH del extracto acuoso resultó ser igual a 3,4.

La muestra deteriorada, además de una resistencia escasa presenta un tacto muy normal, es decir, nada áspero ni acartonado.

Este aspecto es muy importante, ya que un tacto acartonado y una disminución muy grande a la resistencia suelen presentarse cuando un tratamiento térmico demasiado severo, más en cuanto a temperatura que en cuanto a tiempo, ocasiona una destrucción apreciable de la micromorfología de la fibra, a la vez que permanece invariable el peso molecular.

De los datos analíticos y del aspecto de la muestra parece deducirse con claridad que la pérdida de resistencia de la muestra deteriorada se debe a una disminución muy importante del peso molecular del polímero componente de la fibra. Por otra parte, la disminución del peso molecular no puede atribuirse a la acción del ca-

lor seco, ya que a la temperatura de trabajo (e incluso a temperaturas mayores), el peso molecular apenas puede experimentar una ligera variación.

El origen de la pérdida de resistencia y de la disminución del peso molecular que la ha ocasionado debe localizarse en un ataque químico hidrolítico de tipo ácido a causa de las sustancias adheridas al sustrato o de los gases con los que éste entra en contacto. Podría objetarse que el artículo ha trabajado en una atmósfera seca y que en estas condiciones no debe esperarse un ataque hidrolítico del poliéster. Sin embargo, en los tiempos de reposo o paro, las sustancias adheridas podrían retener agua de manera que la acción combinada de productos-temperatura-humedad ocasionaría una hidrólisis de la cadena macromolecular del poliéster, resultando una gran disminución del peso molecular del polímero y una gran disminución en la resistencia del artículo.

## 2.3 CASO N° 3

### 2.31 Descripción

Un producto industrial de poliéster presenta una parte que se considera normal y otra cuya resistencia es prácticamente nula.

### 2.32 Sustratos estudiados

Tejido de poliéster nuevo.

Tejido de poliéster usado con una parte normal y otra muy deteriorada.

### 2.33 Caracterización

De los sustratos mencionados se determinaron la resistencia a la rotura, el peso molecular <sup>4)</sup> y los termogramas. Los resultados obtenidos se indican en la Tabla 2.

**TABLA 2**

	Sustrato	Resistencia (g)	Peso molecular
Nuevo	Urdimbre	275	27.500
	Trama	150	
Usado Normal	Urdimbre	270	29.000
	Trama	130	
Usado Deteriorado	Urdimbre	0	23.000
	Trama	0	

De los valores de esta tabla se deduce que:

- 1) La resistencia, tanto de la urdimbre como de la trama de la parte normal del tejido usado, puede ser considerada como muy aceptable, habida cuenta del período de utilización. La resistencia de la parte deteriorada era nula, ya que se rompía al menor esfuerzo.
- 2) El peso molecular de la parte normal del tejido usado es algo superior al del tejido nuevo, el cual corresponde al de un poliéster de alta tenacidad. Ello podría ser motivado por una policondensación en estado sólido. En cuanto a la parte deteriorada, se aprecia una disminución apreciable que podría atribuirse a un ataque térmico o de otra naturaleza que no fue necesario precisar, ya que no podía justificar, de ningún modo, la total pérdida de resistencia. Esto puede afirmarse con total seguridad, pues su peso molecular se sitúa por debajo del propio de un poliéster de alta tenacidad, pero igual o por encima del que suele corresponder a un poliéster de tenacidad normal.

En cuanto a los termogramas realizados, indican que la parte deteriorada del tejido usado ha estado sometida a unas condiciones térmicas mucho más severas que la parte normal.

De acuerdo con lo arriba señalado, puede concluirse que la casi total pérdida de resistencia de la parte deteriorada del tejido usado no ha podido ser motivada por un ataque químico, térmico o de otra naturaleza, sino por una modificación muy seria de la microarquitectura de la fibra, de tal manera, que se había sobrepasado la temperatura de reblandecimiento, con una gran pérdida de la orientación molecular a la que se debe la gran resistencia a la tracción de las fibras. Así pues, el motivo de la pérdida de resistencia hay que atribuirlo a una acción del calor sobre la micro-morfología de la fibra y no sobre la cadena macromolecular.

## **2.4 CASO Nº 4**

### **2.41 Descripción**

Se trata de conocer las causas de la pérdida de resistencia experimentada por un hilo texturado teñido.

### **2.42 Sustratos estudiados**

Sustrato A, crudo

Sustrato B, teñido y con resistencia normal

Sustrato C, teñido y con resistencia inferior en un 50% a la del sustrato B.

### **2.43 Caracterización**

Se han determinado el tiempo crítico de disolución (TCD), <sup>5)</sup> la endoterma previa a la fusión (PEP), <sup>6)</sup> la temperatura a la que se indica el encogimiento (TIE) <sup>7)</sup> y el peso molecular medio <sup>4)</sup> de los tres sustratos. La Tabla 3 recoge los valores obtenidos.

**TABLA 3**

Sustrato	TCD (Fenol 100%) (seg )		PEP (°C)	TIE (°C)	$\bar{M}_n$
	50°C	60°C			
A	18,4	6,5	--	135	19.200
B	109	19,9	167	132	17.500
C	80	16	167	176	17.300

Del ensayo del TCD se deduce que la operación de tintura ha aumentado la compacidad global de la fibra, siendo ésta mayor en el sustrato de resistencia normal.

De los datos de los PEP observados en los termogramas correspondientes se infiere que el tratamiento de tintura ha ocasionado una cristalización secundaria con formación de nuevos cristallitos, que en los dos sustratos teñidos funden a 167°C, lo que sugiere que el tratamiento térmico propio de la operación de tintura ha sido de intensidad igual o, al menos, muy similar en ambos sustratos.

Por su parte, el análisis termomecánico ha permitido apreciar que existe una diferencia muy importante en la temperatura a la que se inicia el encogimiento en los dos sustratos teñidos.

En el supuesto de que los sustratos B y C se hayan teñido en condiciones iguales en cuanto a tensión o esfuerzos mecánicos aplicados, las diferencias observadas en el TCD de estos sustratos se deberían a que el sustrato C habría experimentado, antes de la tintura, un tratamiento térmico más intenso que el sustrato B. Este tratamiento habría sido lo suficientemente intenso como para afectar seriamente a la arquitectura o microestructura de la fibra, a juzgar por la diferencia de resistencia, de manera que el tratamiento de tintura habría conducido a TCD diferentes en las muestras B y C. El menor valor del TCD de ésta se debería a que en el tratamiento térmico previo se habría alcanzado o sobrepasado la temperatura de reblandecimiento, lo que habría aumentado la accesibilidad del sustrato al disolvente (menor TCD) y ocasionado una fuerte pérdida de resistencia.

El hecho de que el PEP sea igual en ambos sustratos y que la TIE sea mayor en el C que en el B parece significar que las diferencias de morfología que presentan se habrían generado con anterioridad al proceso de tintura.

También es importante señalar que las diferencias en la temperatura de encogimiento son importantes y que el mayor valor que presenta la muestra C concuerda con la interpretación dada anteriormente para justificar las diferencias apreciadas en el TCD. Efectivamente: el menor TCD y la mayor TIE del sustrato C significarían que este sustrato habría perdido por reblandecimiento parte de la orientación que comunica su gran resistencia a la fibra.

Finalmente, cabe indicar que la tintura ha ocasionado en ambos sustratos una disminución apreciable del peso molecular, pero que igual en los dos no puede ser el motivo de que el sustrato C posea una resistencia del 50% de la del sustrato B.

## 2.5 CASO N° 5

### 2.51 Descripción

Se trata de estudiar un defecto de fabricación que se presenta al transformar la fibra de poliéster en hilado en una continua de anillos. El defecto consistía en que el hilo del fondo (principio) de la bobina presentaba con respecto al hilo de cabeza (final) una disminución del 30%, tanto en su resistencia a la tracción como en su alargamiento a la rotura. El problema se presentaba en todas las husadas de la máquina de hilar, por lo que no puede atribuirse al estado insatisfactorio de algún cursor.

### 2.52 Sustratos estudiados

Cabeza y fondo de 5 bobinas de unos 40 g.

### 2.53 Caracterización

Sobre las madejas preparadas con materia procedente del principio (fondo) y final (cabeza) de la husada se ha determinado la solubilidad diferencial en una mezcla fenol/tetracloroetano (5/95) a 80°C<sup>3)</sup>, habiéndose obtenido los valores señalados en la tabla 4.

TABLA 4

Muestra	Localización	Solubilidad Diferencial (%)
1	Cabeza	58,8
	Fondo	47,7
2	Cabeza	59,4
	Fondo	49,8
3	Cabeza	58,5
	Fondo	44,5
4	Cabeza	60,9
	Fondo	55,6
5	Cabeza	43,7
	Fondo	35,6

De los valores de esta Tabla se deduce que el componente cabeza de todas las bobinas presenta una solubilidad diferencial superior a la del componente fondo. La diferencia es importante ya que es del orden de 10 unidades porcentuales, sucediendo también que siempre la parte cabeza es más soluble que la parte fondo.

Estas diferencias deben ser interpretadas como correspondientes a diferentes estructuras, de manera que la parte de menor resistencia mecánica es la menos soluble. A este respecto se estima que la menor solubilidad sería consecuencia de una microestructura más compacta y más frágil, lo cual explicaría la disminución de la resistencia y el menor alargamiento a la rotura. La posibilidad de que la pérdida de resistencia fuese consecuencia de un menor peso molecular del componente correspondiente tuvo que ser descartada, ya que el poliéster de la parte cabeza y fondo presentaban un peso molecular prácticamente idéntico. Esta circunstancia apoya la opinión de que las diferentes propiedades de tracción son consecuencia de diferencias de estructura fina entre la cabeza y fondo de las bobinas estudiadas.

### 3. CONCLUSIONES

- 3.1 La circunstancia de una gran o casi total pérdida de resistencia del PET se presenta con mucha mayor frecuencia en utilidades industriales a temperaturas demasiado elevadas.
- 3.2 Cuando la pérdida de resistencia es muy grande, la determinación del peso molecular de las fibras de poliéster puede ser suficiente para localizar el motivo que la ha originado, pudiendo servir de ayuda, e incluso de orientación inicial, la evaluación subjetiva del tacto del artículo.
- 3.3 Cuando la disminución de la resistencia se sitúa en niveles no tan altos (50%, por ejemplo), conviene proceder a la determinación del peso molecular y a la de uno o varios parámetros de caracterización de la estructura fina (solubilidad diferencial, tiempo crítico de disolución, etc.).
- 3.4 Cuando en estos casos el peso molecular del sustrato de resistencia deficiente es similar al del sustrato de resistencia normal y el parámetro estructural indica una estructura más compacta, la pérdida de resistencia puede ser asignada a una mayor fragilidad del sustrato. Si el parámetro estructural sugiere una estructura globalmente menos cerrada o apretada en el sustrato menos resistente, una disminución de la cohesión intermolecular puede ser la causa de la disminución de la resistencia.
- 3.5 Valores similares en los parámetros de la estructura fina y un peso molecular algo más bajo en el sustrato menos resistente sugiere que el descenso del peso molecular podría ser el responsable de la disminución de la resistencia.

### BIBLIOGRAFIA

- (1) Goodman, I.; "Synthetic Fibre-Forming Polymers", The Royal Institute of Chemistry, Londres (1968).
- (2) Gacén, J.; "Fibras de Poliéster", Cátedra de Polímeros Textiles, ETSII, Terrassa, 1984.
- (3) Gacén, J.; Maillo, J. y Baixaulí, J.J.; Melliand Textilberichte, (Febrero 1980), P. 187.
- (4) Griebel, W. y Neue, S.; Faserforschung and Textiltechnik, **5**, (1954), p. 423.
- (5) Gacén, J. y Canal, J.M.; Bull. Scientifique ITF, Vol. 5, n° 17 (1976), p. 17.
- (6) Gacén, J. y Canal, J.M.; Naik, A. y Bernal, F.; Bull. Scientifique ITF, Vol. 14, n° 53 (1985), p. 35.
- (7) Gacén, J.; Bernal F. y Juárez, D. "Sensibilidad del Análisis Termomecánico a las variables de Termofijado del Poliéster". Pendiente de publicación.