

Optimización del ensayo del tiempo crítico de disolución en función de la historia térmica de los sustratos comerciales de Poliéster

J. Gacén
J. M. Canal Arias

RESUMEN

Se ha determinado a diversas temperaturas el valor del tiempo crítico de disolución (TCD) de diversos sustratos de poliéster no tratados térmicamente, así como el de sustratos que han experimentado tratamientos térmicos en condiciones propias de un termofijado. La mezcla fenol/tetracloroetano 10/90 posee mayor capacidad de diferenciación de la estructura fina de los sustratos no tratados térmicamente que el fenol 100 %. Por su parte, la mezcla 50/50 es más idónea que el fenol 100 % para detectar diferencias y para determinar el tiempo crítico de disolución de los sustratos termofijados. También se ha observado que hilos de multifilamento del mismo tipo pero de pro-

ductoras diferentes conducen a rectas $\log. \text{TCD} / \frac{1}{T}$ (K^{-1}) de pendiente similar pero desplazadas verticalmente.

RESUME

On a déterminé la valeur du temps critique de dissolution (TCD), à diverses températures, de différents substrats de polyester non traités thermiquement, de même que celle des substrats ayant subi des traitements thermiques dans les conditions qui sont propres à un thermofixage. Le mélange phénol/tétrachloréthane 10/90 possède une plus grande capacité de différenciation de la structure fine des substrats non traités thermiquement que le phénol 100 %. De son côté, le mélange 50/50 est plus adéquate que le phénol 100 % pour détecter des différences et pour la détermination du temps de dissolution critique des substrats thermofixés. On a aussi observé que les fils multifilaments du même type mais de producteurs différents mènent à des

droites $\log. \text{TCD} / \frac{1}{T}$ (K^{-1}) à pente similaire mais déplacées verticalement.

SUMMARY

The CDT value of a number of polyester substrates, thermally untreated, as well as that of substrates heat-treated in similar conditions as those used in heatsetting have been determined at different test temperatures. The mixture 10/90, phenol/tetracloroethane differentiates the fine structure of the thermally untreated substrates better than 100 % phenol. The 50/50 mixture is more suitable than 100 % phenol to detect differences of heatset substrates. It has also been observed that yarns from multifilaments of the same type,

but from different sources, lead to straight lines $\log \text{CDT} / \frac{1}{T} \text{ (K}^{-1}\text{)}$ with similar slope although vertically displaced.

1. INTRODUCCION

En trabajos anteriores (1) (2) los autores han estudiado la influencia de la concentración de fenol y la temperatura del ensayo en el tiempo crítico (TCD) de disolución de los hilos de poliéster y han sugerido la determinación de este parámetro a diversas temperaturas para distinguir mejor entre muestras objeto de comparación (1) (3). También han observado una excelente correlación lineal entre el log. TCD y el inverso de la temperatura absoluta y han deducido un parámetro termodinámico capaz de caracterizar el proceso de desmoronamiento que tiene lugar durante el ensayo (2). Cuanto más cerrada es la estructura de la fibra, más alto es el valor de la energía de activación global aparente del proceso de desmoronamiento. Por otra parte, los autores han advertido que conviene adaptar las condiciones del ensayo del TCD a la historia térmica del sustrato.

La diversidad de tipos y presentaciones de las fibras comerciales de poliéster, así como la amplia variedad de tratamientos a los que se las puede someter, recomiendan estudiar las condiciones del ensayo capaces de proporcionar la máxima información deseable.

De acuerdo con lo indicado, los autores han partido de diferentes sustratos (multifilamentos no fijados de diversas procedencias e hilos de poliéster termofijado) y han determinado el tiempo crítico de disolución en mezclas de diferente concentración en fenol (100 %, 50/50 y 10/90 Ph/TCE) a diversas temperaturas, así como el valor de la energía aparente de activación a efectos de:

- a) Conocer la capacidad disolvente de las mezclas estudiadas.
- b) Elegir la composición de la mezcla disolvente en función de la historia térmica de la muestra.
- c) Conocer los valores del TCD y de la energía de activación de sustratos del mismo tipo pero de diferentes procedencias, y de un mismo sustrato tratado en diferentes condiciones.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Materia

Como materia prima se ha utilizado:

- 6 hilos de multifilamento (1/150/32) de seis productoras distintas del tipo que utiliza la industria texturadora (muestras 1, 2, 3, 4, 5 y 6).

- 1 hilo de multifilamento texturado y fijado en autoclave (muestra 7).
- 3 hilos de poliéster extraídos de tejidos termofijados en condiciones diversas (muestras 8, 9 y 10).

2.2 Productos químicos

Fenol para análisis (Scharlau).
Tetracloroetano para síntesis (Merck).

2.3 Disoluciones

Fenol 100 %.
Fenol/Tetracloroetano (50/50 en peso).
Fenol/Tetracloroetano (10/90 en peso).

2.4 Equipo

- Baño termostático transparente, provisto de un termostato de precisión $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.
- Soporte de acero inoxidable.

2.5 Técnica experimental

La determinación del TCD, así como las indicaciones para asegurar una buena reproductibilidad han sido descritas por Gacén y Canal (1).

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Poliéster no tratado térmicamente

En las Fig. 1 y 2 se puede observar la evolución del log del TCD en función del inverso de la temperatura absoluta y que, cualquiera que sea la composición de la mezcla disolvente, en todos los sustratos estudiados existe una correlación lineal de tipo Arrhenius que confirma lo indicado anteriormente por los autores (2).

En estas figuras puede observarse también que al fenol 100 % le corresponde la menor capacidad de diferenciación de los sustratos referenciados, ya que las líneas rectas que los caracterizan son las que están menos separadas entre sí. Esta observación es también válida cuando se representa el valor del TCD en función de la temperatura del ensayo expresada en $^{\circ}\text{C}$. Por su parte, en ambos tipos de representación la mezcla disolvente Ph/TCE (10/90) presenta una capacidad de detección de diferencias entre los sustratos estudiados mucho mayor que el fenol 100 %.

El empleo de la mezcla Ph/TCE 10/90 presenta también la ventaja de que su menor temperatura de solidificación permite ampliar el intervalo de temperaturas de medida de este parámetro en el campo de las bajas temperaturas. Ello supone también una mayor amplitud en el intervalo de los valores del TCD que se pueden obtener.

Como quiera que los sustratos referenciados en las Figs. 1 y 2 poseen estructuras muy poco fijadas que conducen a TCD bajos, los mayores valores de este parámetro que proporciona la mezcla 10/90 constituyen otro argumento para considerarla como la más idónea. En el caso de que a efectos de control rutinario convenga realizar la medida del TCD a una sola temperatura, debe tenerse en cuenta que la más adecuada parece ser la de 50° C, ya que permite una buena capacidad de diferenciación y los tiempos, comprendidos entre 8 y 180 segundos, no son tan altos como los que resultan de utilizar la mezcla 1/3 a 25° C, recomendada en la bibliografía (4) (5).

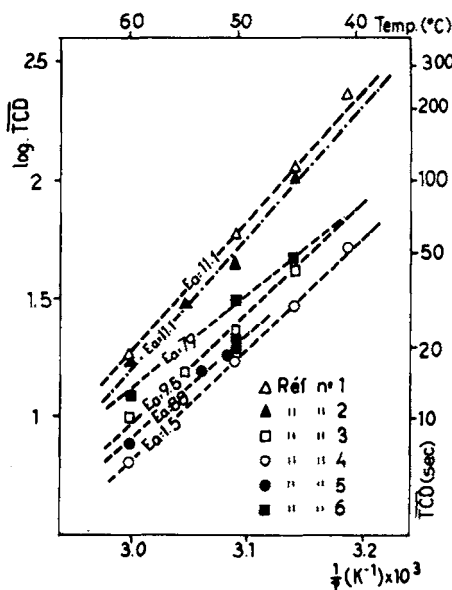


Fig. 1. Representación tipo Arrhenius para 6 muestras de PES no fijadas, de productoras distintas. Disolvente: Fenol 100 %.

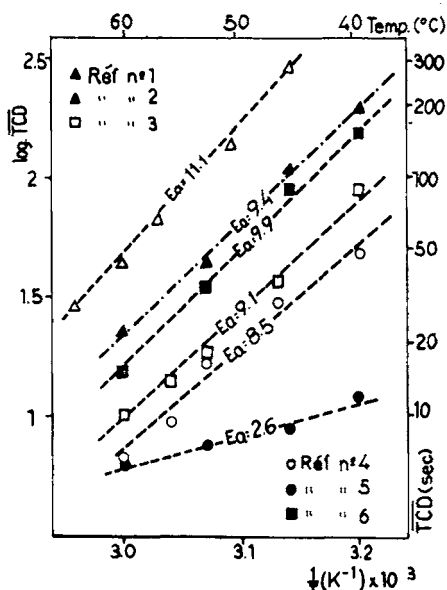


Fig. 2. Representación tipo Arrhenius para 6 muestras de PES no fijadas, de productoras distintas. Disolvente: Fenol/TCE (10/90).

En cuanto a la variación de la energía global aparente de activación (E_a) del proceso de desmoronamiento de los diferentes sustratos que tiene lugar en el ensayo de determinación del TCD, se puede indicar que, teniendo en cuenta el intervalo de confianza de la pendiente a partir de la cual se ha calculado, su valor casi no resulta afectado por la composición de la mezcla disolvente. Como excepción se puede mencionar la fuerte caída que experimenta el valor de E_a de la muestra 5 en la mezcla 10/90.

Por la misma razón, también se puede señalar que los diferentes sustratos presentan una energía aparente de activación similar tanto en fenol 100 % como en la mezcla 10/90, a excepción de la muestra 5. Esta circunstancia no debe extrañar ya que, aunque procedentes de diferentes productoras, por corresponder a un mismo tipo de poliéster comercial (no fijado), su historia térmica y, por tanto, su estructura fina y el nivel energético para desmoronarla no puede variar mucho.

Ello conduce a la conveniencia de considerar las diferencias que existen entre sustratos a los que les corresponden rectas más o menos separadas de pendientes similares. A este respecto los autores sugieren que, requiriendo el mismo nivel energético para su desmoronamiento, presentarían un diferente comportamiento en cuanto a la rapidez con que el disolvente actuaría sobre los diferentes sustratos, como consecuencia de las diferentes características de su estructura fina (tamaño y distribución de tamaños de las regiones cristalinas, paracristalinas y amorfas, así como la orientación y su distribución en unas y otras).

Aunque será objeto de confirmación posterior, los valores hallados en este trabajo y los señalados en una publicación anterior (2) sugieren a los autores que en sustratos de historial térmico notablemente diferente se presentan diferencias en los valores de la pendiente (E_a), mientras que sustratos de diferentes procedencias tratados térmicamente en condiciones similares conducirán a rectas con parecida pendiente pero más o menos desplazadas en la dirección del eje de ordenadas (Fig. 3).

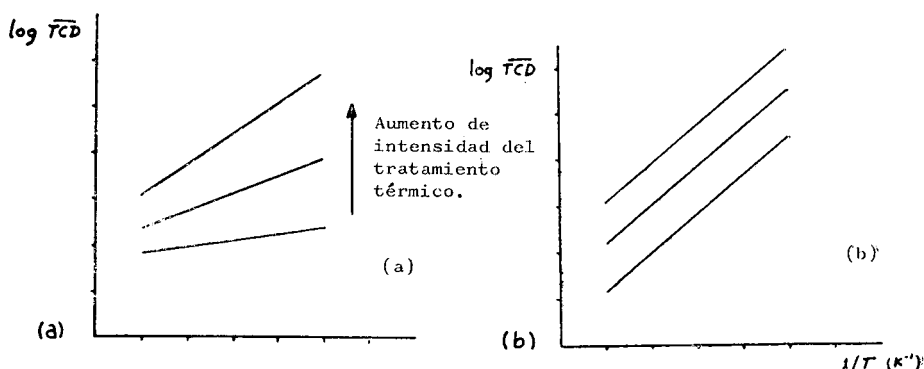


Fig. 3. Representación esquemática de la evolución del TCD en función de la temperatura absoluta.

- (a) el mismo sustrato sometido a diferentes tratamientos térmicos.
- (b) sustratos del mismo tipo de diferentes procedencias.

3.2 Poliéster tratado térmicamente

En las Figuras 4 y 5 se han representado los valores del logaritmo del TCD de un sustrato termofijado en tres condiciones diferentes y de un sustrato texturado y fijado en autoclave en función del inverso de la temperatura absoluta. En estas figuras se puede observar que en la mezcla Ph/TCE la separación de las rectas que caracterizan los diferentes sustratos es mayor que cuando se emplea fenol 100 % como medio disolvente. La separación es todavía más acusada cuando se procede a la representación del TCD en función de la temperatura, como es lógico, los mayores valores del TCD corresponden a las temperaturas más altas de termofijado. Por otra parte conviene señalar la excelente separación de las rectas que caracterizan un mismo sustrato termofijado en condiciones diversas, así como el alto nivel de fijado que experimenta un hilo texturado y fijado en autoclave. Este nivel de fijado es muy similar al de los sustratos termofijados en una rama y mucho más alto que al que cabría esperar de una texturación por el método FTF.

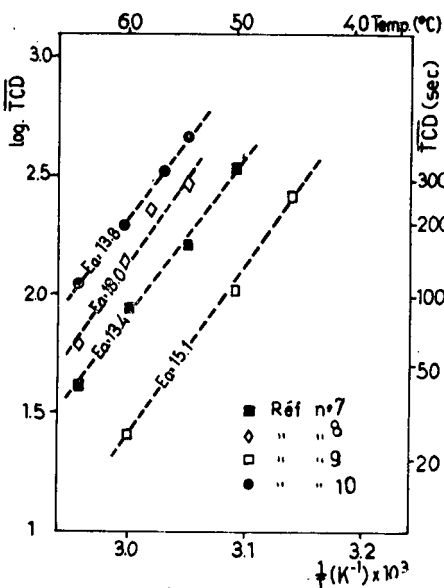


Fig. 4. Representación tipo Arrhenius para 4 muestras de PES, fijadas. Disolvente: Fenol 100 %.

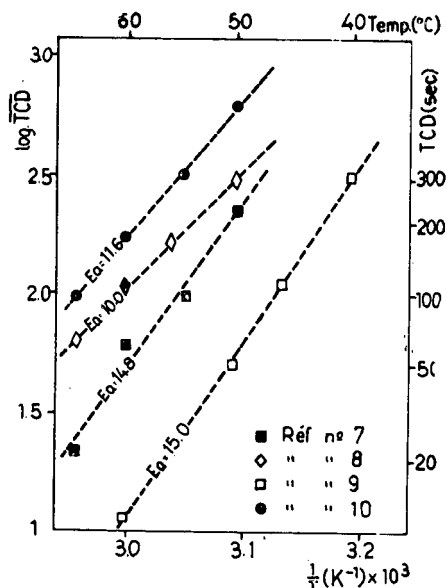


Fig. 5. Representación tipo Arrhenius para 4 muestras de PES, fijadas. Disolvente: Fenol/TCE (50/50).

Además de que permite una mayor capacidad de separación de las rectas, la mayor capacidad disolvente de la mezcla 50/50 ofrece la posibilidad de trabajar a temperaturas menos altas para los mismos valores del TCD, o bien ampliar el intervalo de las temperaturas de determinación de este parámetro, lo que significa la posibilidad de definir con mayor precisión la recta que caracteriza el sustrato correspondiente. Por otra parte, la mezcla 50/50 puede permitir la disolución de sustratos que no se disolverían en fenol 100 %, lo cual es interesante ya que al contrario de lo que sucede con los sustratos estudiados en el apartado anterior, las dificultades de los sustratos tratados térmicamente en condiciones enérgicas son las que se derivan de valores del TCD demasiado altos (4). Por otra parte, la mayor capacidad disolvente de la mezcla 50/50 puede ser atribuida, según se ha indicado anteriormente, a una menor capacidad de asociación de las moléculas de fenol cuando éstas se encuentran en presencia de moléculas de tetracloroetano, de modo que este fenómeno afectaría a la penetración del disolvente en algunas zonas de la fibra y al desmoronamiento de la estructura previo a la rotura.

4. CONCLUSIONES

1. Las diferencias estructurales de los hilos de poliéster no tratados térmicamente se aprecian mejor cuando el TCD se determina en una solución Ph/TCE, 10/90, que cuando se utiliza fenol 100 %. La temperatura de 50°C parece la más adecuada para determinar el TCD a una sola temperatura.
2. La solución Ph/TCE 50/50 conduce a valores del TCD inferiores a los

que resultan del empleo de fenol 100 % en las mismas condiciones de temperatura, lo cual sugiere una mayor capacidad disolvente.

3. Por la razón indicada, la mezcla 50/50 se presenta como la más adecuada para la determinación del TCD de los hilos de poliéster que, como consecuencia de los tratamientos térmicos aplicados, presentan valores muy altos en fenol 100 %.

4. Se ha observado que los hilos de poliéster del mismo tipo pero de productoras diferentes conducen a rectas $\log \text{TCD} / \frac{1}{T}$ de pendiente similar pero desplazadas verticalmente entre ellas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Sra. M. García por su ayuda en el desarrollo experimental de este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Gacén, J. y Canal Arias, J. M.: Bull. Scient. I.T.F., Vol. 5, n.º 17 (1976).
- (2) Gacén, J. y Canal Arias, J. M.: Bull. Scient. I.T.F., Vol. 7, n.º 28 (1978).
- (3) Gacén, J. y Canal Arias, J. M.: L'Industrie Textile, n.º 1.053 (1976), p. 116.
- (4) Galil, F.: Textile Research Journal, Octubre (1973), p. 615.
- (5) Grimm, H.: Faserforschung und Textiltechnik, Vol. 14 (1963). p. 81.