

## DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA DE TERMOFIJADO DEL POLIÉSTER MEDIANTE ANÁLISIS TERMOMECAÁNICO

D. Cayuela\*, A. M. Manich\*\*, I. Gacén\*\*\*, J. Gacén \*\*\*\*

### 0.1. Resumen

La determinación de la temperatura efectiva del tratamiento térmico aplicado a sustratos de poliéster en el procesado textil ha sido ampliamente estudiada mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC). En este trabajo, los autores han estudiado las posibilidades del análisis termomecánico (TMA) como método de determinación de esta temperatura. Para ello se han analizado mediante DSC y TMA tejidos de poliéster termofijados en una planta industrial entre 160 y 210°C. Los buenos resultados obtenidos muestran las posibilidades de esta técnica para la determinación de la temperatura efectiva de un tratamiento térmico.

**Palabras clave:** Calorimetría diferencial de barrido, temperatura efectiva, poliéster, análisis termomecánico.

### 0.2. Summary. DETERMINATION OF THE HEATSETTING TEMPERATURE OF POLYESTER BY THERMOMECHANICAL ANALYSIS

The determination of the effective temperature of the thermal treatment applied to polyester substrates in the textile process has been broadly studied by differential scanning calorimetry (DSC). In this investigation, the authors have studied the possibilities of the thermomechanical analysis (TMA) as a method for the determination of this temperature. For this purpose, fabrics of polyester heatset in an industrial plant between 160 and 210 C, have been analyzed by DSC and TMA. The good results obtained show the possibilities of this technique for the determination of the effective temperature of a thermal treatment.

**Key words:** Polyester, effective temperature, differential scanning calorimetry, thermomechanical analysis.

### 0.3. Résumé : DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE THERMOFIXÉE DU POLYESTER MOYENNANT ANALYSE THERMOMECAANIQUE

La détermination de la température effective du traitement thermique appliqué aux substrats en polyester dans le procédé textile a été amplement étudiée par la calorimétrie différentielle de balayage (DSC). Dans cette investigation, les auteurs ont étudié les possibilités de l'analyse thermomecannique (TMA) comme une méthode pour la détermination de cette température. A cet effet, les tissus en polyester thermofixés dans une plante industrielle entre 160 et 210°C ont été analysés par DSC et TMA. Les bons résultats obtenus montrent les possibilités de cette technique pour la détermination de la température effective du traitement thermique

**Mots clé:** Calorimétrie différentielle de balayage, température effective, polyester analyse thermomecannique.

## 1. INTRODUCCIÓN

Durante el procesado textil, las fibras de poliéster son sometidas a diversos tratamientos a alta temperatura en medio seco o húmedo. La correcta y uniforme aplicación de estos tratamientos confiere al poliéster las cualidades que lo hacen apropiado para su uso textil. El más intenso de estos tratamientos térmicos es el termofijado, en el que el sustrato se somete a una temperatura entre 160 y 210°C durante 30-90 segundos. Un tratamiento insuficiente, excesivo o no uniforme puede producir irregularidades en el tejido teñido. Por esta razón es tan importante el conocimiento objetivo de la temperatura efectiva de termofijado.

Varios autores<sup>1-3)</sup> han estudiado ampliamente la determinación de la temperatura efectiva del tratamiento térmico aplicado a sustratos de poliéster mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC). Esta temperatura se determina a partir de la temperatura del pico de la pequeña endoterma previa al pico de fusión (premelting endothermic peak, PEP) que aparece en las curvas DSC. Este PEP corresponde<sup>1, 2)</sup> a la fusión de los cristalitos formados en la cristalización secundaria que tiene lugar durante el termofijado.

Dado que el análisis termomecánico (TMA) es una técnica analítica usada normalmente para medir cambios dimensionales de los materiales con la temperatura, la aplicación de esta técnica puede ser útil para detectar los diferentes cambios

\* Dra. en Ciencias Químicas Diana Cayuela Marín. Investigadora de la Universidad Politécnica de Catalunya, en el Laboratorio de Polímeros Textiles del INTEXTER (U.P.C.).

\*\* Dr. Ing. Albert M<sup>a</sup> Manich, Investigador del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (C.S.I.C.).

\*\*\* Dra. en Ciencias Químicas, Isabel Gacén Esbec.

\*\*\*\* Dr. Ing. Joaquín Gacén Guillén, Catedrático de Universidad de Polímeros Textiles en la E.T.S.E.I.T., Departamento de Ingeniería Textil y Papelera (U.P.C.). Jefe del Laboratorio de Polímeros Textiles del INTEXTER (U.P.C.)

dimensionales de los sustratos producidos por un aumento de la cristalinidad durante el termofijado. Los autores han considerado interesante aplicar esta técnica a sustratos termofijados en un amplio rango de temperaturas. Para ello, se han analizado mediante DSC y TMA tejidos de poliéster termofijados en una planta industrial entre 160 y 210°C durante 90 s.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materia

Tejido de poliéster 100%, 160g/m<sup>2</sup> de masa laminar; trama poliéster semimate texturado de título nominal 167/30 dtex; urdimbre hilo paralelo brillante trilobal, título nominal 120/46 dtex.

### 2.2. Tratamientos

#### 2.2.1. Descrudado

El tejido se descrudó a 80°C durante 30 minutos en una solución que contenía 0,2% (s.p.f) de detergente PS (mezcla de tensioactivos iónicos y no iónicos) y 0,2% (s.p.f) de detergente 124 (mezcla de tensioactivos y disolventes). Se aclaró primero con agua caliente y a continuación con agua fría.

#### 2.2.2. Termofijado

El termofijado se efectuó en un rame horizontal de tipo industrial de seis secciones (Bruckner) en la empresa Tints i Aprestos Valls, a las siguientes temperaturas nominales: 160, 170, 180, 190, 200 y 210°C. El tiempo de permanencia del tejido en el rame fue de 90 segundos para todos los sustratos. Las cristalinidades de los distintos sustratos fueron del 50,3, 52,8, 53,8, 55,9, 57,0 y 58,7%, respectivamente<sup>4</sup>.

### 2.3. Caracterización

#### 2.3.1. Calorimetría Diferencial de Barrido

Los ensayos se realizaron en un calorímetro diferencial de barrido Perkin-Elmer DSC-7.

Las condiciones de los ensayos han sido las siguientes<sup>3</sup>:

- Temperatura inicial: 50°C
- Temperatura final: 300°C
- Velocidad de calentamiento: 20 grados min<sup>-1</sup>
- Gas de purga: Nitrógeno (30 ml min<sup>-1</sup>)

#### 2.3.2. Análisis termomecánico

Se utilizó un Analizador Termomecánico Mettler Toledo TMA 840. Los sustratos a analizar se prepararon en un soporte especial para fibras, pinzándose sus extremos con una grapa de cobre. El conjunto grapa-hilo se introduce en el analizador y se realiza el análisis en las siguientes condiciones:

- Temperatura inicial: 35°C
- Temperatura final: 230°C
- Velocidad de calentamiento: 10 grados min<sup>-1</sup>

Fuerza dinámica: 0,17-0,33 N  
Gas de purga: Nitrógeno, 35 ml min<sup>-1</sup>

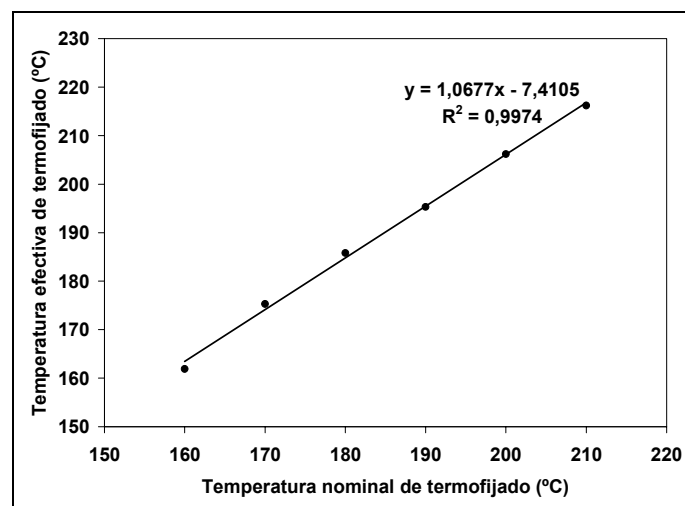
## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. DSC

Los resultados del PEP, correspondientes a las temperaturas efectivas de termofijado, obtenidos mediante DSC, se han recogido en la Tabla 1 y Fig. 1.

**TABLA 1**  
Temperatura efectiva de termofijado de los sustratos estudiados

Temperatura nominal de termofijado (°C)	160	170	180	190	200	210
Temperatura efectiva de termofijado (°C)	161,9	175,3	184,8	195,3	206,2	216,2

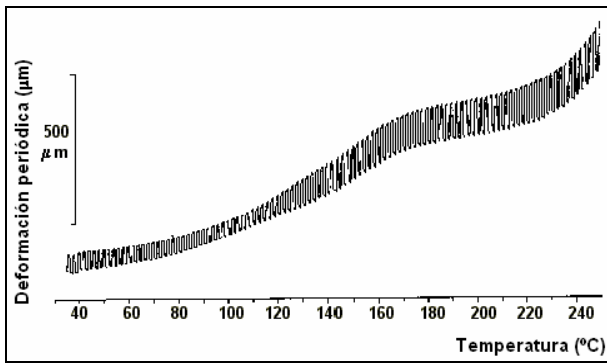


**FIGURA 1:** Relación entre las temperaturas nominal y efectiva de termofijado.

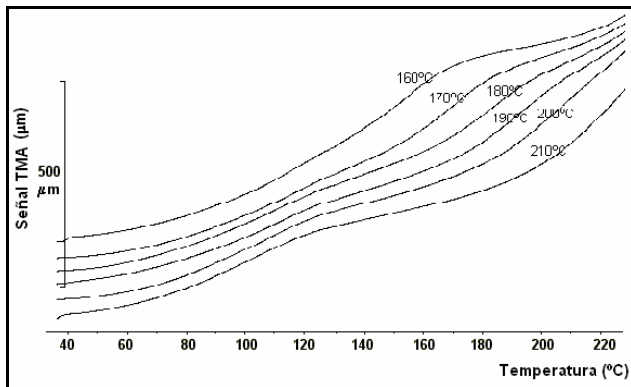
De la Tabla 1 se deduce que la temperatura de fusión de los cristalitas formados durante el tratamiento de termofijado aumenta al aumentar la temperatura nominal, siendo las temperaturas efectivas superiores a las nominales.

### 3.2. TMA

Se ha representado un ejemplo de las curvas obtenidas en la Fig. 2. En ella se puede observar la amplitud de la deformación periódica inducida por la fuerza periódica aplicada. La envolvente superior correspondería a una fuerza estática de 0,17 N y la inferior a una de 0,33 N. Las temperaturas de transición se han determinado haciendo uso de la curva media representada en la Fig. 3.

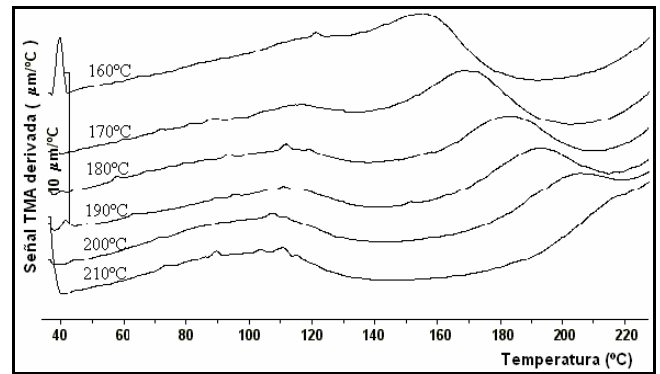


**FIGURA 2:** Curva TMA del sustrato termofijado a 190°C.



**FIGURA 3:** Termogramas de todos los sustratos obtenidos mediante Análisis Termomecánico.

En la Fig. 3 se puede observar que las diferentes inflexiones van variando a medida que aumenta la temperatura de termofijado de los sustratos estudiados. Debido a la dificultad de determinar con precisión de los puntos de inflexión de estas curvas y facilitar un mejor análisis de las temperaturas de transición, se ha calculado su primera derivada en función de la temperatura. Las curvas obtenidas (Fig. 4) dan información acerca del coeficiente de expansión instantáneo o velocidad de deformación.



**FIGURA 4:** Curvas derivadas de la longitud en función de la temperatura para todas las muestras.

Se observa que las curvas derivadas presentan dos picos diferentes. El primero de ellos aparece a menor temperatura y disminuye al aumentar la temperatura del tratamiento térmico, mientras que la segunda aparece a mayores temperaturas y aumenta al aumentar la temperatura de termofijado.

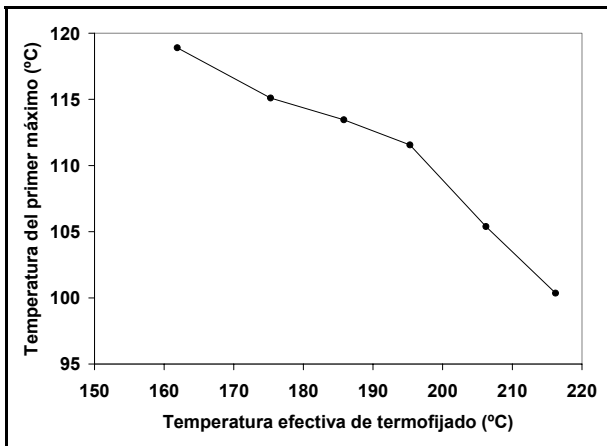
Las temperaturas a las que se presentan cada uno de estos picos se han recogido en la Tabla 2.

La Fig. 5 representa la evolución de la temperatura del primer máximo de las curvas en función de la temperatura nominal de termofijado. Se observa que este primer máximo disminuye al aumentar la temperatura de termofijado. Debido al hecho de que el máximo de la derivada de una curva corresponde a una inflexión de la curva, y debido al hecho de que, cuando se realizan ensayos dilatométricos, la inflexión de la curva volumen/longitud vs. temperatura se asocia a la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ )<sup>5</sup>, esto significa que este máximo corresponde a la  $T_g$ . La disminución de la  $T_g$  determinada mediante TMA al aumentar la temperatura de termofijado puede ser debida a una disminución de la orientación de la fase amorfa del poliéster<sup>6</sup>.

**TABLA 2**

Temperaturas características de las curvas derivadas del cambio de longitud para las diferentes muestras

Temperatura nominal de termofijado (°C)	Pico 1 (°C)	Pico 2 (°C)
160	118,9	155,6
170	115,1	167,0
180	113,5	182,0
190	111,6	192,7
200	105,4	203,5
210	100,4	217,2



**FIGURA 5:** Variación de la temperatura del primer pico de la curva derivada TMA con la temperatura efectiva de tratamiento

Durante su procesado, las fibras de poliéster son estiradas y sometidas a algunos tratamientos térmicos e hidrotérmicos que aumentan la cristalinidad del poliéster y/o la orientación. Mediante análisis DSC de las fibras de poliéster así tratadas es difícil detectar la temperatura de transición vítrea; sin embargo, esta temperatura se puede evaluar mediante la técnica TMA.

Para garantizar que la temperatura del primer pico corresponde a la Tg, se ha realizado el análisis de Young de la fuerza periódica aplicada para calcular el ángulo de fase. Como es bien conocido, la temperatura del pico en el ángulo de fase corresponde a la Tg (5). Los resultados de la temperatura del pico se han recogido en la Tabla 3.

**TABLA 3**

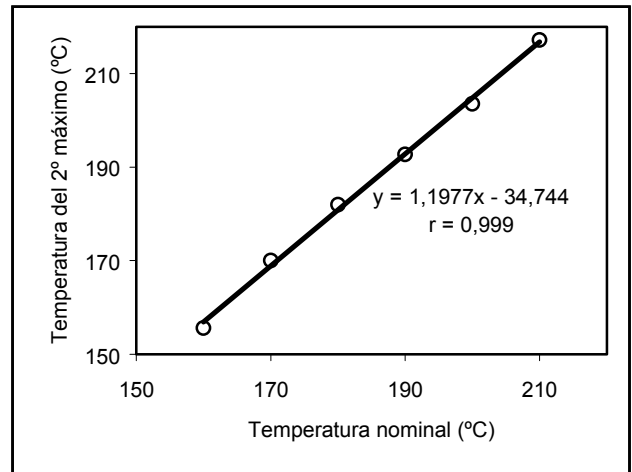
Temperatura del pico del ángulo de fase de los sustratos estudiados

Temperatura nominal de termofijado (°C)	160	170	180	190	200	210
Temperatura del ángulo de fase (°C)	118,5	116,0	114,6	113,8	113,4	110,3

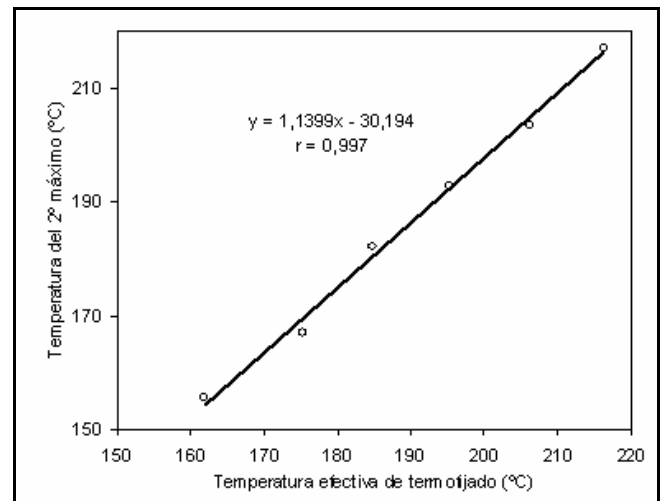
La comparación de estos valores con la temperatura del primer pico de las curvas derivadas (Tabla 2), permite concluir que la temperatura del primer pico de la curva derivada corresponde a la temperatura de transición vítrea.

La Fig. 6 representa la evolución del segundo máximo de las curvas derivadas en función de la temperatura nominal de termofijado. Se observa la existencia de una excelente correlación lineal entre ambos valores ( $r = 0.999$ ).

Los valores del segundo pico de la curva derivada obtenidos mediante TMA tienen valores similares a los de la temperatura efectiva de termofijado obtenida mediante DSC. Ambas temperaturas se han relacionado en la Fig. 7, la cual muestra una excelente correlación lineal entre ellas ( $y = 1,1399x - 30,194$ ;  $r = 0,999$ ). Esto puede ser interpretado en el sentido de que el segundo pico de la curva TMA derivada corresponde a la temperatura efectiva de termofijado.



**FIGURA 6:** Relación entre la temperatura del segundo máximo de la curva TMA derivada y la temperatura nominal de termofijado.



**FIGURA 7:** Relación entre la temperatura del segundo máximo de la curva TMA derivada y la temperatura efectiva de termofijado.

#### 4. CONCLUSIONES

Las conclusiones que se derivan de este estudio son:

**4.1.** La determinación de las temperaturas de transición del poliéster termofijado mediante análisis termomecánico (TMA) se puede realizar mediante el estudio de la primera derivada de la curva obtenida. Esta curva presenta dos máximos.

**4.2.** El primer máximo de la curva derivada TMA de las fibras de poliéster corresponde a la temperatura de transición vítrea. La Tg disminuye al aumentar la temperatura nominal de termofijado.

**4.3.** El análisis TMA ha permitido determinar esta temperatura de transición, la cual no es detectada mediante la técnica DSC.

**4.4.** El segundo máximo de curva derivada TMA de las fibras de poliéster corresponde a la temperatura efectiva de termofijado.

#### 5. BIBLIOGRAFÍA

1. G. Heidemann y H. J. Berndt, *Chemiefasern/Textil-Industrie* 1, 46 (1974).
2. H.-J. Berndt y A. Bossmann, *Polymer*, **17**, 241 (1976).
3. D. Cayuela y J. Gacén, *Journal of Thermal Analysis*, **41**, 1599-1605 (1994).
4. J. Gacén, D. Cayuela, J. Maillo e I. Gacén, *Journal of the Textile Institute*, **93** Part 1, N° 1, 29-42 (2002).
5. I. M. Ward y D. W. Hadley, "An introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers", John Wiley & Sons, 98-101 (1993).
6. V. B. Gupta y M. Kumar, *Textile Research Journal*, Mayo, 382 (1975).