

INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE HILATURA EN LA ESTRUCTURA FINA DEL POLIESTER

J. Gacén*, J. Maillo**, P. Puente***, A. Solé****, D. Cayuela***** y J. Juez *****

0.1. Resumen

Una microfibras de poliéster (0,9 dtex) ha sido hilada en una continua de anillos variando las condiciones del proceso (velocidad del cursor, tipo de cursor, antibalón, mudada, estiraje) según el método Taguchi. De los hilados obtenidos se han determinado parámetros relacionados con la estructura fina del poliéster (tiempo crítico de disolución, solubilidad diferencial y sorción de yodo). También se ha determinado el contenido de oligómeros superficiales.

Palabras clave: Microfibras, poliéster, estructura fina, tiempo crítico de disolución, solubilidad diferencial, sorción de yodo.

0.2. Summary. INFLUENCE OF SPINNING VARIABLES IN THE FINE STRUCTURE OF POLYESTER

Polyester microfibre (0.9 dtex) has been spun in a ring spinning frame varying the process conditions (speed of traveller, type of traveller, separator, doffing, drawing) according to Taguchi's method. Of the resulting yarns, the following parameters related to the fine structure of polyester have been measured: critical dissolution time, differential solubility and iodine sorption. The content of superficial oligomers has also been determined.

Key words: Microfibre, polyester, fine structure, critical dissolution time, differential solubility, iodine sorption.

0.3. Résumé. INFLUENCE DES VARIANTES DE FILAGE SUR LA STRUCTURE FINE DU POLYESTER

Une microfibre de polyester (0,9 dtex) a été filée en continue à anneaux en variant les conditions du procédé (vitesse du curseur, type de curseur, antiballon, levée, étirage) selon le procédé Taguchi. On a pu déterminer des caractéristiques liées à la structure fine du polyester (durée critique de dissolution, solubilité différentielle et sorption d'iode), ainsi que le contenu d'oligomères superficiels.

Mots clé: Microfibre, polyester, structure fine, durée critique de dissolution, solubilité différentielle, sorption d'iode.

1. INTRODUCCION

En un trabajo anterior¹⁾ se evaluaron parámetros de regularidad (irregularidad USTER, puntos delgados, puntos gruesos, neps y vellosidad) y de tracción (tenacidad, elongación, módulo y trabajo de rotura) de hilados de poliéster microfibras (0,9 dtex) fabricados en diferentes condiciones en cuanto a velocidad del cursor, con o sin antibalón, mudada (alta o baja) y estiraje total.

Es bien conocido que las fibras están sometidas en el proceso de hilatura a diversos tipos de solicitaciones, de las que destaca la abrasión producida por el enérgico rozamiento con los órganos metálicos de la máquina de hilar. De ello se deriva una acción térmica que puede ocasionar variaciones en la micromorfología de las fibras, sobre todo cuando se trata de fibras termoplásticas. Este fenómeno adquiere una importancia creciente como consecuencia del constante aumento de la velocidad de producción de las máquinas y de la correspondiente mayor acción abrasiva y térmica.

Las variaciones que la operación de hilatura puede producir en la estructura fina de las fibras termoplásticas se traducen en cambios de cristalinidad y de orientación más o menos intensos. La intensidad de estos cambios puede depender de los valores asignados a las variables del proceso de hilatura y conducir a diferencias en el comportamiento tintóreo. También debe tenerse presente que la fluctuación incontrolada de las condiciones de hilatura puede conducir a modificaciones no constantes, de lo que resultaría un producto morfológicamente irregular, con el riesgo de que en la operación de tinte aparezcan defectos en forma de barras o franjas de diferente intensidad

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

** Dra. Ing. Josefina Maillo Garrido, Profesora Titular de "Polímeros Textiles" de la E.T.S.I.I.T., Departamento de Ingeniería Textil y Papelera (U.P.C.).

*** Dr. Publio Puente, Profesor Titular de "Tintorería" en la E.T.S.I.I.T., Departamento de Ingeniería Textil y Papelera (U.P.C.).

**** Antonio Solé, Jefe Departamento de Control de MITASA.

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

***** Jorge Juez, Alumno de la E.T.S.I.I.T. (U.P.C.).

de color y/o brillo. Por otra parte, la acción térmica que sobre las fibras se presenta en el proceso de hilatura es más importante cuando se trata de microfibras, ya que los efectos abrasivos se presentan con mayor intensidad como consecuencia de su mayor superficie específica.

El estudio de las variaciones de la estructura fina que se producen al modificar las condiciones del proceso de hilatura puede permitir alertar de los problemas que eventualmente se pueden presentar en una tintura posterior. De este modo puede actuarse en el sentido de prevenir o al menos disminuir defectos no detectables hasta que se ha procedido a la operación de tintura.

Este es precisamente el objetivo del Proyecto MAT 93-0419 "Influencia de las condiciones de hilatura en la estructura fina del poliéster microfibrá" que ha sido financiado por la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) en el ámbito del Programa Materiales.

En esta segunda publicación se hace referencia a parámetros de la estructura fina de las fibras de poliéster tales como tiempo crítico de disolución (TCD), solubilidad diferencial en una mezcla fenol/tetracloroetano y sorción de yodo. Como quiera que la migración de los oligómeros a la superficie de la fibra está también relacionada con su estructura fina se ha determinado también el contenido de oligómeros superficiales.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materia

Microfibra de poliéster de 0,9 dtex y 32 mm de longitud de corte, brillante (Nurel, S.A.).

2.2. Hilatura

Los hilados han sido preparados en diferentes condiciones en una continúa de hilatura convencional (SERRA VELOZ modificada).

Como condiciones constantes en todas las experiencias se indicarán las siguientes:

Estiraje previo: 1,45
Ecartamiento previo: 70 mm
Ecartamiento principal: 45 mm

La presión neumática del brazo de estiraje era de 1 kg/cm². Por su parte la dureza de los cilindros de estiraje fue de 65° Shore.

La continúa ha sido alimentada con mechas de poliéster microfibrá de título 435 tex (estirajes bajos) y 870 tex (estirajes altos). El hilo resultante tenía un título 25 tex, 733 v/m, torsión Z.

Las variables estudiadas, así como sus correspondientes niveles, están descritas en la Tabla 1.

TABLA 1
Descripción de las variables y de sus niveles

Variable	Nivel	Nivel
	1	2
Velocidad del cursor (A)	Baja 22,4 m/s	Alta 30,6 m/s
Tipo de cursor (B)	Ligero (R+FS) No. ISO 95	Pesado (R+F 10) No. ISO 160
Antibalón (C)	SI	NO
Mudada (D)	Baja	Alta
Estiraje total (E)	Bajo 17,38	Alto 34,77

Los límites fijados corresponden a situaciones que se pueden considerar extremas atendiendo a las posibilidades de la máquina de hilar utilizada.

2.3. Planificación de las experiencias

Las experiencias se planificaron siguiendo el método Taguchi, el cual puede ser considerado como una aplicación de los planes factoriales fraccionados.

El diseño ortogonal aplicado significa ocho experiencias y comprende los cinco factores o variables indicados a dos niveles cada uno, así como las interacciones (AxB) y (AxC) por tratarse de las que más pueden influir en los esfuerzos de abrasión experimentados por la fibra.

La Tabla 2 contiene los niveles de los factores en cada una de las ocho experiencias realizadas. Por otra parte, se indicará que cada experiencia ha sido repetida diez veces, lo cual significa que se dispone de diez bobinas de hilo de cada una de las ocho pruebas.

TABLA 2
Diseño ortogonal de las experiencias realizadas

Nº prueba	A	B	A*B	C	A*C	D	E
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

3. CARACTERIZACION DE LA ESTRUCTURA FINA

3.1. Tiempo crítico de disolución (TCD)

Este parámetro de la estructura fina constituye una medida global de la cohesión intermolecular en las fibras de poliéster. Cuanto mayor es la cristalinidad de las fibras mayor es el TCD. Gacón y Canal han descrito esta técnica en publicaciones anteriores^{2,3}. El ensayo se ha realizado en fenol 100% a 50°C. Por razones obvias, no fue posible determinar el tiempo crítico de disolución de la materia original por tratarse de una mecha.

3.2. Solubilidad diferencial

La solubilidad diferencial se define como el porcentaje de fibra disuelto después de permanecer 30 min en contacto con una mezcla fenol/tetracloroetano (Ph/TCE) a una temperatura determinada^{4,5}. En el presente estudio se utilizó una mezcla (7.5/92.5) (Ph/TCE) y el ensayo se realizó a 42.5°C. Cuanto mayor es la cristalinidad de una fibra de poliéster menor es la solubilidad diferencial. La solubilidad diferencial del material no hilado fue del 52.5%.

3.3. Sorción de iodo

Este parámetro corresponde a los miligramos de iodo sorbidos por gramo de fibra de poliéster después de permanecer en contacto durante 20 min, a una temperatura determinada, con una solución 0.5M de iodo en agua que contiene fenol (350 ml/l) como agente hinchante^{6,7,8,9}. La sorción de iodo se determinó a 50°C. Cuanto mayor es la cristalinidad de una fibra de poliéster menor es la sorción de iodo. La sorción de iodo del material no hilado fue de 56.3 mg I₂/g.

3.4. Oligómeros superficiales

La evaluación de este tipo de oligómeros se realiza agitando una muestra de 200 mg en 10 ml de dioxano. Tras los correspondientes lavados y filtraciones, se enrasa y se mide la densidad óptica a 240 nm. El contenido de oligómeros se calcula haciendo uso de la correspondiente curva de calibración¹⁰. La materia inicial contenía un 0.058% de oligómeros superficiales.

4. RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 3 contiene los valores de los diferentes parámetros evaluados.

La tabla de respuesta correspondiente a cada uno de ellos se ha confeccionado partiendo de

la respuesta para cada factor y cada interacción en cada uno de los dos niveles. También figura la diferencia entre los dos valores correspondientes a los dos niveles de cada factor y de cada interacción. A esta diferencia se le denomina efecto principal del factor (o interacción).

Para decidir sobre cual de los dos niveles de cada factor es el óptimo debe tenerse en cuenta el criterio adoptado para cada respuesta. Así pues, puede suceder que "mayor es mejor" (tenacidad) o que "menor es mejor" (número de neps, por ejemplo), tal como se señaló en la publicación mencionada¹¹.

Las respuestas evaluadas en el presente estudio se refieren a la estructura fina del sustrato correspondiente, sin que estos criterios puedan ser estrictamente aplicados dado el escaso margen de diferencia de los parámetros de la estructura fina a los que conducen las condiciones correspondientes a los niveles de las variables del proceso de hilatura. Sin embargo, se ha adoptado el criterio subjetivo de que cuanto menor es la variación de la estructura fina mejor es la calidad del hilado.

Cuando una determinada interacción es suficientemente importante es necesario calcular los efectos promedio de todas sus posibilidades (A₁B₁, A₂B₁, A₂B₂) y tabularlos en una tabla de doble entrada. De este modo es posible elegir los niveles óptimos de los factores que intervienen en la interacción correspondiente.

Teniendo en cuenta el efecto principal de cada interacción y, en su caso, la influencia desglosada de las interacciones consideradas, se deducen los niveles óptimos de cada factor o variable, y también el valor de la respuesta óptima que corresponde a los niveles óptimos deducidos según el criterio "menor o mayor es mejor". Este modo operativo ha sido aplicado separadamente a cada respuesta estudiada.

TABLA 3

Valores de las respuestas o parámetros evaluados

No prueba	TCD (seg)	Solubilidad diferencial (%)	Sorción de iodo (mg/g)	Oligómeros superficiales x 10 ³ (%)
1	30	48,3	60,5	72
2	31,4	49,2	60	64,5
3	32,0	47,2	57	61,5
4	29,8	47,5	57	66,0
5	29,8	49,5	59	55
6	29,7	48,8	56	62,2
7	31,1	48,3	63	80,7
8	32,6	48,3	60	77,6

4.1. Tiempo crítico de disolución

La Tabla 4 contiene los valores de esta respuesta correspondientes a los niveles 1 y 2 para cada factor e interacción.

TABLA 4
Valores de la respuesta TCD

	A	B	C	D	E	AxB	AxC
Nivel 1	30,8	30,2	30,7	30,6	30,1	31,3	31,1
Nivel 2	30,8	31,4	30,9	31,0	31,5	30,3	30,5
Efecto princip.	0	1,2	0,2	0,4	1,4	1,0	0,6

De ella se deduce que la variable que más influye en la respuesta TCD es el tipo de cursor (B) y el estiraje total (E).

Teniendo en cuenta que cuanto menor es la acción térmica experimentada por el sustrato es menor el valor del TCD y menor también la modificación de la estructura fina del sustrato original, la combinación "óptima" será A_2, B_1, C_1, D_1, E_1 , con la particularidad de que la influencia de la variable A es inexistente, y la de las variables C y D muy escasa.

El valor TCD óptimo estimado según el método recomendado sería 29,2. También se ha calculado el valor del TCD en las condiciones opuestas a las consideradas óptimas, resultando un valor 32,4. Ello significa que la diferencia entre los valores extremos es de sólo el 10%.

4.2. Solubilidad diferencial

La Tabla 5 se refiere a la respuesta solubilidad diferencial de los niveles 1 y 2 para cada variable e interacción.

TABLA 5
Valores de la respuesta solubilidad diferencial

	A	B	C	D	E	AxB	AxC
Nivel 1	48,0	48,9	48,3	48,4	48,2	48,5	48,1
Nivel 2	48,7	47,8	48,4	48,4	48,6	48,2	48,6
Efecto princip.	0,7	1,1	0,1	0,0	0,4	0,3	0,5

De esta tabla se deduce que la variable que más influye en la solubilidad diferencial es el tipo de cursor (B) seguida de la velocidad del cursor (A).

Como quiera que cuanto mayor es la solubilidad diferencial es menor la acción térmica a la que está sometida la fibra, la combinación "óptima"

de las variables corresponderá a A_2, B_1, C_2, D_1, E_2 , sucediendo que la influencia de C y D es nula y escasa la de E.

El valor de la solubilidad diferencial "óptima" es igual a 49,6. Por su parte, el valor calculado para las condiciones opuestas a las consideradas óptimas es igual a 47,1. Ello significa una diferencia de sólo 2,5 unidades porcentuales o del 5% que se sitúa dentro del error experimental.

Por otra parte, el valor medio de la solubilidad diferencial de los 8 hilados preparados en diferentes condiciones es del 48,4%, lo cual significa que la operación de hilatura disminuye en unas 4 unidades porcentuales la solubilidad del sustrato inicial.

4.3. Sorción de iodo

La Tabla 6 contiene los valores de la respuesta iodo correspondientes a los niveles 1 y 2 para cada variable de interacción.

TABLA 6
Valores de la respuesta sorción de iodo

	A	B	C	D	E	AxB	AxC
Nivel 1	58,6	58,9	59,9	59,1	59,1	60,9	58,4
Nivel 2	59,5	59,2	58,2	59,0	59,0	57,2	59,7
Efecto princip.	0,9	0,3	1,7	0,1	0,1	3,7	1,4

Como puede observarse, la variable que más influye es el uso o no de antibalón (C), seguida de la velocidad del cursor (A). La influencia de las variables B, D y E es prácticamente nula. Por el contrario, destaca la importancia de la interacción AxB y, aunque menos la interacción AxC.

Como quiera que cuanto mayor es la sorción de iodo es menor la acción térmica, se considera como óptima la combinación A_2, B_2, C_1, D_1, E_1 .

No obstante debe estudiarse si esta combinación debe ser modificada tras estudiar las interacciones AxB y AxC.

A continuación se indican las tablas de doble entrada correspondientes a estas interacciones.

	B ₁	B ₂
A ₁	60,2	57,0
A ₂	57,5	61,5

	C ₁	C ₂
A ₁	58,7	58,5
A ₂	58,0	61,0

En lo que se refiere a la interacción AxB, los valores más favorables corresponden a A₁B₁ y a A₂B₂. Como quiera que la combinación A₂B₂ coincide con la inicial no es necesario modificar el criterio.

Por su parte, la interacción A₂C₂ es la más favorable, aunque al ser el factor C el más importante de todos no se ha creído conveniente modificar el nivel C₁ inicial.

El valor de la sorción de iodo "óptima" es igual a 60,5. El correspondiente a las condiciones más desfavorables sería 57,6. Ello significa una diferencia de sólo 2,9 puntos y del 5% expresado un porcentaje. A este respecto debe señalarse que estas diferencias se sitúan dentro del error experimental.

El valor medio de la sorción de iodo de los 8 hilados obtenidos variando las condiciones de hilatura es de 59,0 mg I₂/g. Como quiera que la sorción de iodo de la materia utilizada era de 56,3 mg I₂/g, sucede que el paso de la materia por la continua de anillos conduce a un ligero aumento de la sorción de iodo.

4.4. Contenido de oligómeros

La influencia en los niveles 1 y 2 de las variables estudiadas en el contenido de oligómeros superficiales está reflejada en la Tabla 7.

TABLA 7
Valores de la respuesta oligómeros

	A	B	C	D	E	AxB	AxC
Nivel 1	66	63,4	67,3	67,6	70,2	73,7	68,3
Nivel 2	68,9	71,4	67,6	67,2	64,6	61,2	66,5
Efecto princip.	2,9	8,0	0,3	0,4	5,6	12,5	1,8

En lo que a esta respuesta se refiere, puede señalarse que cuanto menor es el contenido de oligómeros es mejor la calidad de un artículo de poliéster. Esto es así porque es menor el riesgo de que puedan pasar al baño de tintura ensuciándolo y facilitando su deposición sobre la superficie del tejido, así como la obstrucción de algún elemento de los equipos de tintura.

De la Tabla 7 se deriva que las variables B (tipo de cursor) y E (estirado) son las más influyentes y que también la variable A (velocidad del cursor) ejerce cierta influencia. En esta tabla destaca también la prácticamente nula influencia de las variables C y D. Por su parte, es notoria la influencia de la interacción AxB.

En principio la combinación más conveniente sería A₁B₁C₁D₂E₂.

A continuación se indica la tabla de doble entrada correspondiente a la interacción AxB para

conocer si es necesario modificar esta combinación inicialmente mejor.

	B ₁	B ₂
A ₁	68,2	63,7
A ₂	58,6	79,1

El valor más favorable del contenido de oligómeros corresponde a la combinación A₂B₁, al que le sigue el de la combinación A₁B₂.

Ello significa que la interacción AxB obliga a modificar la combinación de las variables de modo que la más adecuada podría ser A₂B₁C₁D₂E₂.

El valor óptimo correspondiente al contenido de oligómeros sería 55,1x10⁻³ y el más desfavorable sería 79,7x10⁻³. La diferencia entre ambos es del orden del 45% pero debe considerarse que el valor desfavorable se sitúa dentro de los valores habituales para el contenido de oligómeros superficiales.

El valor medio del contenido de oligómeros superficiales de los 8 hilados obtenidos es del 0,067%, de lo que se deduce que en el paso por la máquina de hilar se ha producido un ligero aumento del contenido de oligómeros superficiales (contenido inicial 0,058%).

5. COMENTARIOS GLOBALES

En la Tabla 8 se han tabulado los niveles de las variables considerados como óptimos para las correspondientes respuestas.

TABLA 8
Combinación óptima de las variables estudiadas

	Velocidad cursor (A)	Peso cursor (B)	Antibalón (C)	Mudada (D)	Estiraje (E)
TCD	A	B ₁	C	D	E ₁
Solubilidad diferencial	A ₂	B ₁	C	D	E
Sorción de iodo	A ₂	B	C ₁	D	E
Oligómeros superficiales	A ₂	B ₁	C	D	E ₂

En esta tabla carecen de subíndice las variables que a efectos prácticos no influyen nada en el valor de la respuesta correspondiente.

En cuanto al TCD sucede que su valor mínimo (menor variación de la microestructura) se presenta para el peso del cursor bajo y el estiraje bajo, circunstancias ambas que conducen a un menor rozamiento y generación de calor.

De la solubilidad diferencial puede decirse que su valor máximo (menor variación de la estructura fina) se presenta cuando el peso del cursor es bajo y para la velocidad alta del cursor, circunstancias esta última que parece contradictoria, ya que lógicamente debe conducir a una mayor generación de calor.

Cuando se trata de la sorción de iodo, la menor modificación de la estructura fina se presenta cuando se recurre al antibalón y a una velocidad alta del cursor.

En conjunto, parece suceder que el peso y la velocidad del cursor son los factores más influyentes y que la mudada no influye nada en la modificación de la estructura fina del poliéster microfibrá.

Del contenido de oligómeros superficiales puede decirse que su contenido mínimo se presenta cuando el estiraje es alto, el peso del cursor bajo y la velocidad del cursor alta.

Finalmente cabe indicar que la variación de las condiciones operatorias en la continua de anillos conduce a variaciones muy escasas en la estructura fina del poliéster microfibrá estudiado.

6. CONCLUSIONES

En las condiciones experimentales propias de este estudio sucede que:

6.1. El proceso de hilatura conduce a una ligera disminución de la solubilidad diferencial, a una pequeña disminución de la sorción de iodo y a un también ligero aumento del contenido de oligómeros superficiales del poliéster.

6.2. Las variables del proceso de hilatura que más influyen en la variación de la estructura fina de la microfibrá de poliéster estudiada son el peso y la velocidad del cursor.

6.3. La modificación experimentada por la estructura fina al variar las condiciones de la máquina

de hilar se sitúan dentro del error experimental del parámetro correspondiente (tiempo crítico de disolución, solubilidad diferencial, sorción de iodo).

7. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo forma parte del Proyecto MAT 93-0419 financiado por la CICYT en el ámbito del programa de Materiales. Los autores agradecen también a MITASA su colaboración en el desarrollo de este proyecto preparando los sustratos objeto de estudio.

8. BIBLIOGRAFIA

1. Melliand Textilberichte, Pendiente de publicación.
2. Gacén y Canal; Bull. Scient. I.T.F., nº 17, p. 17, Febrero, (1976)
3. Gacén; Tintoria, p. 61, Julio (1989)
4. Gacén, Maillo y Baixauli; Melliand Textilberichte, p. 187, Febrero (1980)
5. Gacén, Maillo, Olmos y Baixauli; Bull. Scient. ITF, nº 47, p. 21, (1983)
6. Lacko y Galanski; Textilía, p. 47, Noviembre (1972)
7. Gacén, Maillo y Bordas; Bull. Scient. I.T.F., nº 23, p. 155, Agosto (1977)
8. Gacén, Maillo y Baixauli; Bull. Scient. I.T.F., nº 34, p. 141, Mayo (1980)
9. Gacén, Maillo y Bernal; Melliand Textilberichte, p. 737, octubre (1989)
10. Derminot, Boletín Intexter, nº 75, p. 9, (1979).

Trabajo recibido en: 1995.10.10.

Aceptado en: 1995.11.03.