

DIFERENCIAS DE ESTRUCTURA FINA EN UN MISMO TIPO DE HILO DE POLIÉSTER FABRICADO POR UNA MISMA PRODUCTORA EN DIFERENTES CONDICIONES

J. Gacén*, D. Cayuela**, A. Manich*** e I. Gacén****

0.1. Resumen

Varios hilos continuos de poliéster de título 70 dtex/24 filamentos y el mismo uso final han sido preparados por una misma productora según cuatro procesos que difieren en la etapa y modo de aplicar el estirado final que los hace directamente utilizables en la industria textil. En este trabajo se ha procedido a la caracterización de la estructura fina de los cuatro sustratos a través de medidas de su cristalinidad, módulo sónico, tiempo crítico de disolución, solubilidad diferencial y sorción de yodo.

Palabras clave: Poliéster, hilo continuo, estirado, estructura fina.

0.2. Summary: DIFFERENCES IN FINE STRUCTURE OF THE SAME TYPE OF POLYESTER YARN MANUFACTURED BY THE SAME PRODUCER UNDER DIFFERENT CONDITIONS

Various continuous specimens of polyester yarn with a count of 70 dtex/24 filaments with the same final use were prepared by the same producer according to four processes that differ both in the stage and the way of applying the final drafting, which allows them to be directly used in the textile industry. This study has attempted to characterize the fine structure of the four substrates by measuring their crystallinity, critical dissolving time, differential solubility and iodine absorption.

Key words: Polyester, continuous yarn, drafting, fine structure.

0.3. Résumé: DIFFÉRENCES DE STRUCTURE FINE SUR LE MÊME TYPE DE FIL DE POLYESTER FABRIQUÉ PAR LA MÊME LIGNE DE PRODUCTION DANS DES CONDITIONS DIFFÉRENTES

Plusieurs fils continus de polyester, de titrage 70 dtex et 24 filaments, destinés au même usage final, ont été préparés par la même ligne de production en suivant quatre processus qui diffèrent du point de vue de l'étape et du mode d'application de l'étrirage final qui les rend directement utilisables dans l'industrie textile. La structure fine des quatre substrats a été caractérisée en mesurant la cristallinité, le temps critique de dissolution, la solubilité différentielle et la sorption d'iode.

Mots clé: Polyester, fil continu, étrirage, structure fine.

1. INTRODUCCIÓN

La estructura fina de las fibras de poli(etilentereftalato) (PET) destaca por su versatilidad, de modo que es posible una variedad de situaciones adaptadas a las exigencias de un determinado producto final. Estas se manifiestan principalmente a través de una determinada curva carga/alargamiento, consecuencia a su vez del peso molecular del PET y de las condiciones en que se han aplicado las diferentes etapas del proceso de hilatura (extrusión, velocidad de recogida, estirado, estabilización térmica). Como diferentes productos comercializados se puede hacer mención de los tipos de bajo pilling, lana, algodón, algodón de alta tenacidad-alto módulo (fibras discontinuas), hilo textil, hilos técnicos e hilos para neumáticos (hilos continuos). Estos productos difieren en su curva carga/alargamiento y se preparan partiendo de PET de diferente peso molecular (12.000 – 34.000 g/mol). Por otra parte, un determinado producto de una determinada productora no suele distinguirse por su peso molecular y poco por su curva carga-alargamiento. Sin embargo los diferentes contratipos de las correspondientes productoras pueden presentar diferencias importantes en su estabilidad dimensional a la acción del calor y en su comportamiento tintóreo, consecuencia de diferencias en su estructura fina (cristalinidad, orientación).

Actualmente, un determinado hilo continuo textil (X dtex/n filamentos) y con destino al mismo

* Dr. Ing. Joaquín Gacén Guillén. Catedrático de Universidad de Polímeros 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. 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.)

*** Dr. Albert M^a Manich, Departamento de Ecotecnologías, I.I.Q.A.B-C.S.I.C. (Barcelona).

**** Isabel Gacén Guillén, Lic. en Ciencias Químicas, Laboratorio de Polímeros Textiles, INTEXTER (U.P.C.)

mercado puede ser fabricado por una misma productora según procesos que difieren principalmente en las condiciones y equipo en el que se desarrolla el estirado final del hilo que lo hace adecuado para su utilización directa en la industria textil. Teniendo en cuenta que el estirado final se aplica sobre materiales de diferente estructura fina, se ha considerado interesante estudiar las posibles diferencias de microestructura en sustratos del mismo tipo y título fabricados en condiciones diferentes.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materia

Hilos continuos 74dtex/24 filamentos preparados por una misma productora en las condiciones que se indican:

Sustrato 1.- Proceso hilatura-estirado, velocidad de recogida 3500 m/min (bobina).

Sustrato 2.- Hilo POY posteriormente estirado en un equipo Zinser (bobina).

Sustrato 3.- Hilo LOY procesado convencionalmente (sistema antiguo, estirado post-hilatura) (cop.).

Sustrato 4.- Hilo POY estirado convencionalmente (cop.).

La recogida en bobinas se realizó bajo tensión constante.

La recogida en cops se realizó bajo tensión variable a la largo y a lo ancho del cop.

2.2. Caracterización de la estructura fina

2.2.3. Cristalinidad

Fue calculada, a partir de la densidad obtenida haciendo uso de una columna de gradiente de densidades (Davenport), aplicando la ecuación de Dauber, Bunn y Braun¹⁾.

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

donde

α es la fracción cristalina del sustrato,
1,455 es la densidad del PET totalmente cristalino,
1,335 es la densidad del PET totalmente amorfo.

2.2.4. Módulo sónico

La velocidad del sonido se determinó en un Dynamic Modulus Tester PPM-5R (H.M. Morgan Co., Inc). Mediante esta técnica se calcula la velocidad del sonido midiendo el tiempo que transcurre entre la transmisión de un pulso sónico a través de los filamentos de un hilo continuo y su recepción a una distancia determinada.

El módulo sónico se calcula a partir de la velocidad del sonido:

$$E = c^2 \times 99,7$$

donde el módulo sónico, E, se expresa en cN/tex y la velocidad del sonido, c, en Km/s.

El módulo sónico está relacionado con la orientación de las macromoléculas a lo largo del eje de los filamentos. Cuanto mayor es el módulo sónico, mayor es la orientación.

2.2.5. Tiempo crítico de disolución (TCD)

Este parámetro de la estructura fina de la fibra de poliéster constituye una medida global de la cohesión intermolecular de las fibras de poliéster. Cuanto mayor es la cristalinidad de la fibra más alto es el valor del TCD. Gacén y Canal han descrito con detalle esta técnica en publicaciones anteriores^{2,3)}.

El ensayo se realizó a 25°C con una mezcla fenol/tetracloroetano (Ph/TCE) 25/75.

2.2.6. Solubilidad diferencial

La solubilidad diferencial de las fibras de poliéster se define como el porcentaje de fibra disuelta después de permanecer 30 minutos en contacto con una mezcla (Ph/TCE) a una temperatura determinada. Cuanto mayor es la cristalinidad de la fibra menor es su solubilidad diferencial^{4,5)}.

El ensayo se realizó a varias temperaturas empleando una mezcla 5/95 (Ph/TCE).

2.2.7. Sorción de yodo

Viene dada por los mg de yodo sorbidos por un gramo de fibra de poliéster después de permanecer en contacto durante 20 min a una determinada temperatura en una solución 0.5 M de yodo en agua que contiene fenol como agente hinchante^{6,7)}. La solución utilizada contenía 175 ml/l de fenol.

Cuanto mayor es la cristalinidad y/o la orientación menor es la sorción de yodo.

3. Resultados y Discusión

La Tabla 1 contiene los valores de la cristalinidad del módulo sónico y del TCD de los sustratos estudiados. En ella pueden apreciarse diferencias importantes de cristalinidad y del TCD. Concretamente, destaca la baja cristalinidad del sustrato nº 4 y los altos valores del TCD de los sustratos 3 y 4. Como información adicional, puede señalarse que los coeficientes de variación de este último parámetro de la estructura fina son anormalmente altos en los sustratos 2, 3 y 4 (44, 27 y 24%, respectivamente). Ello pone de manifiesto irregularidades de estructura fina a lo largo del mismo hilo continuo. También se aprecian diferencias importantes en el módulo sónico de los cuatro sustratos estudiados, correspondiendo los valores extremos a los sustratos 1 y 4, cuyos módulos difieren en un 25%.

También se aprecia en esta tabla que, como cabía esperar, los sustratos de mayor

cristalinidad son los que presentan un TCD más alto.

TABLA 1
 Cristalinidad y tiempo crítico de disolución

Sustrato	Cristalinidad (%)	Módulo sónico cN/tex	TCD (s)
1	35,3	1020	19,6
2	38,1	828	122,8
3	36,0	897	98,7
4	31,7	815	14,3

La Tabla 2 y la Fig. 1 muestran la evolución de la solubilidad de los diferentes sustratos en función de la temperatura de este ensayo. En ellos se aprecia que la menor solubilidad diferencial a cualquier temperatura corresponde al sustrato nº 2, el de mayor cristalinidad. También se aprecia que entre 30 y 60°C los sustratos 3 y 4 presentan solubilidades diferenciales bastante similares a pesar de su muy diferente cristalinidad, y que la mayor solubilidad corresponde en todo el intervalo de temperaturas al sustrato 1. Por último se indicará que las temperaturas de media solubilidad de los diferentes sustratos son: 33,6°C (1), 59,0°C (2), 43,9°C (3) y 48,8°C (4).

TABLA 2
 Solubilidad diferencial (%)

Sustrato	Temperatura del ensayo (°C)				
	20	30	40	50	60
1	37,0	44,5	59,8	67,4	73,2
2	1,6	16,5	31,1	39,7	51,1
3	2,4	34,5	45,8	56,7	66,7
4	32,8	37,0	44,0	50,8	60,3

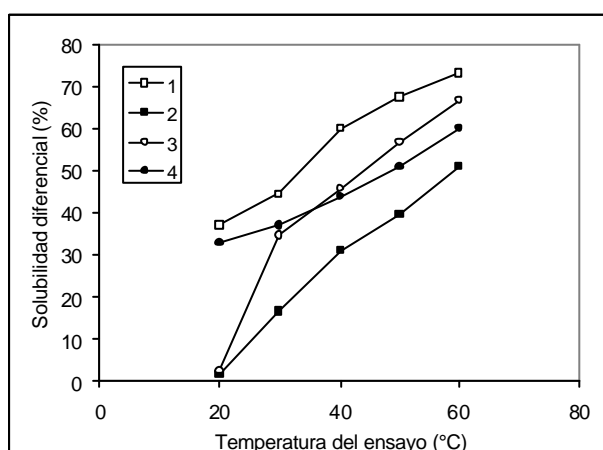


FIGURA 1: Solubilidad diferencial de los sustratos a diferentes temperaturas.

La Tabla 3 y la Fig. 2 se refieren a la sorción de yodo de los sustratos estudiados. En ellos puede observarse el comportamiento muy diferenciado del sustrato nº 4, el de menor

cristalinidad, el cual destaca por su muy superior sorción de yodo en todo el intervalo de temperaturas, y también por presentar la sorción máxima a una temperatura (30°C) más baja que los demás (35°C). Por su parte, la sorción de yodo de los sustratos 1, 2 y 3 evoluciona de modo similar en todo el intervalo de temperaturas.

TABLA 3
 Sorción de yodo (mg I₂/g fibra)

Sustrato	Temperatura del ensayo (°C)					
	15	20	25	30	35	40
1	--	--	35,7	74,1	172,5	160,2
2	--	18,6	36,2	101,1	178,3	161,1
3	--	--	43,7	86,2	163,0	165,1
4	87,6	142,0	186,0	202,0	185,0	...

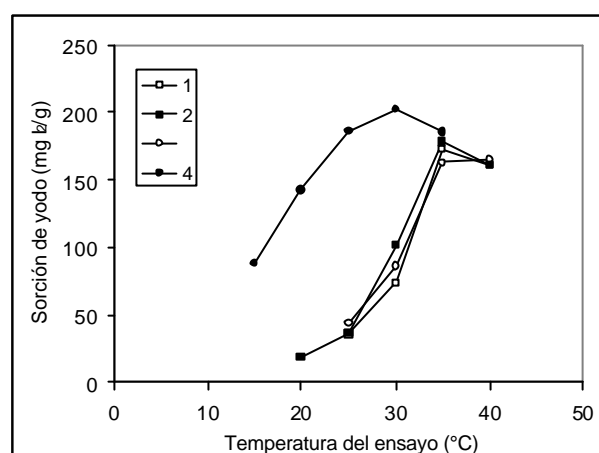


FIGURA 2: Sorción de yodo de los sustratos estudiados a diferentes temperaturas.

Puede ser interesante señalar que los ensayos de sorción de yodo y de solubilidad diferencial se realizan por duplicado y que se ha observado una excelente concordancia en cada par de valores, a diferencia de lo puesto de manifiesto al tratar de los valores del TCD. Ello puede ser debido a que este último ensayo se aplica partiendo de anillas de hilo de 12 cm de longitud y los otros dos sobre 0,25 g de muestra, lo cual significaría que, al ser el peso de la probeta mucho mayor, se compensarían las diferencias detectadas en el ensayo del TCD, manifestada en el alto coeficiente de variación de los valores correspondientes a las 10 medidas efectuadas habitualmente.

Considerando conjuntamente la respuesta de las técnicas de caracterización a la estructura fina de los sustratos estudiados, puede señalarse que el sustrato 2, el de mayor cristalinidad, es el que presenta un mayor TCD (no muy diferente del correspondiente al sustrato nº 3) y menor solubilidad diferencial en todo el intervalo de temperaturas. Por su parte, la sorción de yodo de este sustrato no difiere mucho de la de los sustratos 1 y 3, pero con la particularidad de que la

sorción en el máximo es algo superior a la de estos dos sustratos de menor cristalinidad.

La sensibilidad de la técnica de la sorción de yodo de las fibras de poliéster a las variaciones de orientación se confirma al comparar los valores de la sorción de yodo a 25 y 30 °C con los valores del módulo sónico de los sustratos 1 y 4, el más y el menos orientado, respectivamente.

La bastante menor cristalinidad del sustrato nº 4 se pone principalmente de manifiesto en el ensayo de sorción de yodo, ya que su curva de sorción se separa muy marcadamente de las demás, de modo que, a una determinada temperatura le corresponden sorciones mucho más bajas.

Lo anteriormente indicado pone de manifiesto la diferente sensibilidad de las técnicas utilizadas a las variaciones de cristalinidad de los sustratos estudiados. No obstante debe tenerse en cuenta que se trata de sustratos heterogéneos en el sentido de que las diferentes condiciones de procesado se pueden traducir en diferencias no solo de cristalinidad sino también de orientación, de modo que estas podrían enmascarar los resultados que cabría esperar de la única variación de la cristalinidad. A este respecto debe tenerse en cuenta la importancia que puede tener la aplicación del estirado final sobre sustratos de diferente estructura fina, consecuencia esta de las condiciones del procesado previo al estirado final.

4. CONCLUSIONES

4.1. Los hilos estudiados, del mismo título (74/24) y uso final presentan importantes diferencias en su estructura fina, sobre todo en su cristalinidad, que oscila en el intervalo 31,7 –

38,1% y en su sorción de yodo. También se han apreciado importantes diferencias en el módulo sónico.

4.2. El sustrato de menor cristalinidad es el que ha sido fabricado según la secuencia POY – estirado convencional, en tanto que el más cristalino corresponde al hilo POY cuyo estirado se ha completado en un equipo Zinser.

4.3. El sustrato más cristalino es el que, lógicamente presenta el mayor valor del TCD y la menor solubilidad diferencial a diferentes temperaturas. Por su parte, el sustrato menos cristalino es el de menor TCD y mayor sorción de yodo, sin que sea el que mayores solubilidades diferenciales presenta. Por último se indicará que los sustratos más y menos orientados son los que sorben menos y más yodo, respectivamente.

5. BIBLIOGRAFÍA

1. Dauber, Bunn y Braun; Proc. Royal Soc., London, A. 226, p. 531 (1954).
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. 87, febrero (1980).
5. Gacén y Maillo; J. Textile Institute.
6. Gacén, Maillo y Bordas; Bull. Scient. I.T.F., No. 23, p. 155 agosto (1977).
7. Gacén, Maillo y Bernal; Melliand Textilberichte, p. 737, octubre (1989).

Trabajo presentado en: 2000.10.04.

Aceptado en: 2000.10.26.