



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

---

---

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA  
APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA**

**“INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO CON PLASMA  
SOBRE LA CINÉTICA DE TINTURA DE FIBRAS  
ACRÍLICAS POR DEBAJO DE SU  $T_g$ ”**

**T E S I S**

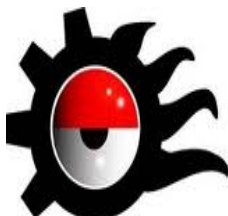
**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN TECNOLOGÍA AVANZADA**

**PRESENTA**

**ISABEL XARENI MOJICA GUERRERO**

**DIRECTOR DE TESIS**

**DR. ARTURO LÓPEZ MARURE**



**MARZO 2013, ALTAMIRA, TAMAULIPAS, MEXICO.**

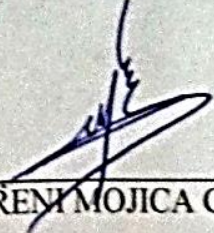


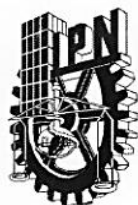
**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA CESIÓN DE DERECHOS**

En la Ciudad de México, D.F. el día 09 del mes de ENERO del año 2013, el (la) que suscribe ISABEL XARENI MOJICA GUERRERO alumno(a) del Programa de MAESTRÍA EN TECNOLOGÍA AVANZADA, con número de registro A110347, adscrito(a) al CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIA APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA UNIDAD ALTAMIRA, manifiesto(a) que es el (la) autor(a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del (de la, de los) DR. ARTURO LÓPEZ MARURE y cede los derechos del trabajo titulado "INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO CON PLASMA SOBRE LA CINÉTICA DE TINTURA DE FIBRAS ACRILICAS POR DEBAJO DE SU Tg", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del (de la) autor(a) y/o director(es) del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones ix\_mojica@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

  
\_\_\_\_\_  
ISABEL XARENI MOJICA GUERRERO



# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

## ACTA DE REGISTRO DE TEMA DE TESIS Y DESIGNACIÓN DE DIRECTOR DE TESIS

México, D.F. a 14 de Septiembre del 2012

El Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA - ALT. en su sesión ORD. RCP No010/12 celebrada el día 25 del mes de SEP/12 conoció la solicitud presentada por el(la) alumno(a):

Mojica  
Apellido paterno

Guerrero  
Apellido materno

Isabel Xareni

Nombre (s)

Con registro: 

|   |   |   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|---|---|
| A | 1 | 1 | 0 | 3 | 4 | 7 |
|---|---|---|---|---|---|---|

Aspirante de:

1.- Se designa al aspirante el tema de tesis titulado:  
"Influencia del tratamiento con plasma sobre la cinética de tintura de fibras acrílicas por debajo de su Tg".

De manera general el tema abarcará los siguientes aspectos:  
Modificación de la superficie de las fibras acrílicas mejorando su capacidad hidrofílica para una mejor absorción del tinte.

2.- Se designa como Director de Tesis al Profesor:  
Dr. Arturo López Marure

3.- El trabajo de investigación base para el desarrollo de la tesina será elaborado por el alumno en:  
IPN CICATA. Unidad Altamira

que cuenta con los recursos e infraestructura necesarios.

4.- El interesado deberá asistir a los seminarios desarrollados en el área de adscripción del trabajo desde la fecha en que se suscribe la presente hasta la aceptación de la tesis por la Comisión Revisora correspondiente:

Director(a) de Tesis

Dr. Arturo López Marure

Aspirante

Isabel Xareni Mojica Guerrero

Presidente del Colegio



CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA  
APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA  
DEL I.P.N.

Lic. Alfonso Lara Rodríguez ALTAMIRA



# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

## ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de Altamira, Tamaulipas siendo las 09:00 horas del día 4 del mes de Marzo del 2013 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA-Altamira para examinar la tesis titulada:

"INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO CON PLASMA SOBRE LA CINÉTICA DE TINTURA DE FIBRAS ACRÍLICAS POR DEBAJO DE SU Tg"

Presentada por el alumno:

MOJICA  
Apellido paterno

GUERRERO  
Apellido materno

ISABEL XARENI  
Nombre(s)

Con registro: 

|   |   |   |   |   |   |   |
|---|---|---|---|---|---|---|
| A | 1 | 1 | 0 | 3 | 4 | 7 |
|---|---|---|---|---|---|---|

aspirante de:

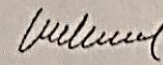
MAESTRÍA EN TECNOLOGÍA AVANZADA

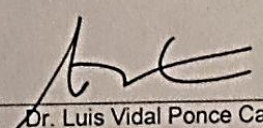
Después de intercambiar opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.


### LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

  
Dr. Arturo López Marure  
(PROFESOR COLEGIADO 6673-EC-09)

  
Dr. José María Canal Arias

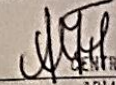
  
Dr. Luis Vidal Ponce Cabrera  
(PROFESOR COLEGIADO 6675-ED-09)

  
Dra. Teresa Flores Reyes  
(PROFESOR COLEGIADO 6946-EA-10)

  
Dr. Alfredo Márquez Herrera  
(PROFESOR COLEGIADO)

  
Dr. Rogelio Ortega Izaguirre  
(PROFESOR COLEGIADO 8242-EA-12)

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

  
CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA  
APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA  
Dra. Aidé Minerva Torres Huerta  
UNIDAD ALTAMIRA

## **RESUMEN**

En esta investigación se estudió la modificación de la superficie de tejidos de fibras acrílicas utilizando un plasma corona a presión atmosférica con descarga de aire para incrementar la hidrofilia del tejido, conseguir una limpieza superficial de las fibras por efecto de ablación y modificar su composición química.

Se emplearon distintas técnicas, como **Microscopía Electrónica de Barrido** (SEM) para estudiar los cambios en la morfología; la medida del tiempo de adsorción de gota de líquido mediante “**Drop test**” se utilizó para determinar la modificación de las propiedades de mojado de los tejidos de fibras acrílicas tratados con plasma, se llevaron a cabo **experimentos de tintura y de lavados** para estudiar la influencia del tratamiento con plasma de baja temperatura sobre el proceso de tintura y los procesos de lavados de los tejidos de fibra acrílica previamente teñidos. La determinación de la concentración de colorantes en los baños residuales se hizo mediante **Espectroscopia UV-Visible** y el análisis del grado de blanco así como de la intensidad de color se hizo mediante **Colorimetría** y el estudio de la modificación de la composición química en la superficie se llevó a cabo por **Espectroscopia Foelectrónica de Rayos X** (XPS).

## **ABSTRACT**

The objective of this investigation was to understand the modification of the acrylic fiber surface using plasma produced by corona discharge at atmospheric pressure with air to increase the hydrophilic properties of fabric, get a clean fiber surface by ablation effect and modify their chemical composition.

Different techniques were used such as **Scanning Electron Microscopy** (SEM) to study changes in the morphology; the measurement of the time by adsorption drop for "**Drop Test**" was used to determine the change in the wetting properties of the acrylic fiber treated with plasma. Experiments were carried out dyeing and washing to study the influence of treatment with low temperature plasma on the dyeing process and washing processes of previously dyed acrylic fiber. The determination of the concentration of residual bath dyes was made by **UV-Visible spectroscopy** and analysis of the white degree and color intensity by **Colorimetric Analysis**; we studied the change in the chemical composition of the surface by **X-Ray photoelectron spectroscopy**.

## DEDICATORIA

*A mis padres:*

*Por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, en toda mi educación, tanto académica, como de la vida, por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo. En especial a mi madre Isabel, por sus consejos, sus valores, por ser un verdadero ejemplo de mujer valiente y tenaz, pero más que nada, por su amor.*

*A mis hermanos, Jacobed, Betzabet, Mildred y Pedro:*

*Por su apoyo incondicional.*

*A J.M. Canal y C. Labay:*

*Por creer en mí y hacerme sentir como en casa...*

*A Edgar:*

*Porque tu amor ha sido mi motor en los momentos más difíciles de la realización de esta tesis, agradezco infinitamente tu apoyo constante, tu paciencia y tu fe en mí. Por enseñarme que el amor no sabe de distancias.*

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por la beca que me otorgó durante los dos años del desarrollo de mi trabajo de maestría. De igual manera a la Universidad Politécnica de Catalunya – Escuela de Ingeniería de Terrassa por brindarme la oportunidad de realizar la estancia experimental de este proyecto.

Mi agradecimiento al Dr. José Ma. Canal Arias por su asesoramiento en todas las etapas del presente trabajo así como también por sus importantes sugerencias para el término del mismo.

A Cèdric Labay por estar al pendiente de todas las dificultades técnicas que se presentaron durante la realización de este proyecto y por ser mi guía en todo momento.

Agradezco al Dr. Arturo López Marure por su apoyo para el mejoramiento de este trabajo.

Mi agradecimiento al M.P. Miguel Ángel Domínguez Sánchez por su colaboración en la revisión de este documento y transmisión de sus conocimientos.



# ÍNDICE

|  |    |
|--|----|
| CAPÍTULO 1 .....   | 1  |
| INTRODUCCIÓN .....   | 1  |
| 1.1 Antecedentes .....   | 1  |
| 1.2 Justificación .....  | 7  |
| 1.3 Hipótesis .....  | 8  |
| 1.4 Objetivo .....   | 8  |
| 1.5 Objetivos Específicos.....   | 8  |
| CAPITULO 2 .....   | 9  |
| FUNDAMENTOS TEORICOS.....  | 9  |
| 2.1 Fibras Acrílicas.....  | 9  |
| Composición Química .....  | 9  |
| Morfología y Estructura .....  | 10 |
| Propiedades Físicas .....  | 10 |
| Propiedades Mecánicas.....   | 11 |
| Usos .....   | 12 |
| Tintura de la Fibra Acrílica .....   | 13 |
| Etapas de Tintura .....  | 13 |
| Principios del Proceso Tintóreo .....                                      | 13 |
| 2.2 Colorantes Catiónicos.....   | 14 |
| Estado de Equilibrio de la tintura .....                                   | 14 |
| Cinética de la tintura .....   | 15 |
| Absorción.....   | 15 |
| Difusión .....   | 16 |
| Velocidad de tintura .....   | 17 |
| Influencia de la concentración del colorante.....                          | 17 |
| Influencia del pH.....   | 18 |
| Procedimiento para determinar el rendimiento de colorantes cationicos..... | 18 |
| Determinación del agotamiento de colorante en el baño.....                 | 19 |

|   |    |
|---|----|
| Determinación del grado de fijación del colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica.....                  | 20 |
| F: Porcentaje de fijación de colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica.....                             | 21 |
| Determinación del (K/S) <sub>corregido</sub> .....  | 21 |
| 2.3 Plasma Corona .....   | 23 |
| Efectos superficiales del tratamiento con plasma en un tejido.....  | 25 |
| Ventajas del uso del plasma sobre la superficie de los tejidos.....   | 25 |
| Aplicaciones del plasma en textiles.....  | 25 |
| 2.4 Otros materiales.....   | 26 |
| Glicerina utilizada para evaluación de propiedades de mojado .....  | 26 |
| Tensoactivo no iónico utilizado para lavados de tejidos de fibra acrílica (Laventin EE-BL).....                     | 26 |
| N,N-Dimetilformamida utilizada para la dilución de tejidos de fibra acrílica .....                                  | 27 |
| CAPITULO 3 .....  | 28 |
| TECNICAS DE CARACTERIZACIÓN .....   | 28 |
| 3.1 Microscopia Electrónica de Barrido .....  | 28 |
| 3.2 Espectroscopia UV – Visible.....  | 29 |
| 3.3 Colorímetro.....  | 29 |
| 3.4 Espectroscopia de fotoelectrones generados por rayos X (XPS).....   | 30 |
| CAPITULO 4 .....  | 31 |
| DETALLES EXPERIMENTALES.....  | 31 |
| 4.1 Ensayos de tintura de tejidos de fibra acrílica .....   | 31 |
| 4.2 Plasma corona .....   | 32 |
| 4.3 Colorimetría.....   | 32 |
| 4.4 Proceso de lavado de tejidos de fibra acrílica .....  | 33 |
| 4.5 Espectrofotometría UV-Visible .....   | 34 |
| 4.6 Microscopia Electrónica de Barrido .....  | 35 |
| 4.7 Evaluación de las propiedades de mojado.....  | 36 |
| 4.8 Disolución de fibra acrílica teñida .....   | 36 |
| CAPITULO 5 .....  | 38 |
| RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....  | 38 |
| 5.1 Ensayos de tintura de tejidos de fibra acrílica y estudio de la cinética de tintura registrado en continuo..... | 38 |

|   |    |
|---|----|
| 5.2 Colorimetría .....  | 45 |
| 5.3 Espectrofotometría UV-Visible .....   | 48 |
| 5.4 Evaluación de las propiedades de mojado.....                                      | 52 |
| 5.5 Microscopia electrónica de barrido.....   | 53 |
| 5.6 Corte de secciones transversales.....   | 55 |
| 5.7 Determinación de la absorbancia de la disolución de la fibra acrílica teñida..... | 56 |
| 5.8 Espectroscopia de fotoelectrones generados por Rayos X (XPS) .....                | 62 |
| CAPITULO 6 .....  | 65 |
| CONCLUSION.....   | 65 |
| NOMENCLATURA.....   | 67 |
| GLOSARIO.....   | 68 |
| REFERENCIAS .....   | 69 |

## ÍNDICE DE FIGURAS Y TABLAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1. Especies presentes en un plasma .....  | 3  |
| Figura 2. Clasificación de los tipos de plasma .....   | 5  |
| Figura 3. Esquema de un plasma corona para aplicación de modificación de superficie textil. ....   | 24 |
| Figura 4. Cinética de tintura de los tejidos de fibra acrílica teñidos a 30, 40 y 50 °C...38   |    |
| Figura 5. Cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica tratados con plasma y teñidos posteriormente a 30, 40 y 50°C. ....  | 39 |
| Figura 6. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 30 °C.....                                    | 40 |
| Figura 7. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 40 °C.....                                    | 41 |
| Figura 8. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 50 °C.....                                    | 41 |
| Figura 9. Velocidad de tintura a 30 °C. ....   | 43 |
| Figura 10. Velocidad de tintura a 50 °C. ....  | 44 |
| Figura 11. Velocidad de tintura a 40 °C. ....  | 44 |
| Figura 12. Micrografía de tejido de fibra acrílica. (a) Sin tratamiento plasma. (b) Con tratamiento plasma. ....   | 53 |
| Figura 13. Cráteres formados por el tratamiento con plasma durante 28 segundos....   | 54 |
| Figura 14. Corte transversal de tejidos de fibra acrílica teñidos. ....  | 55 |
| Figura 15. Espectrofotometría UV- Vis de los tejidos de fibra acrílica disueltos en DMF. ....  | 56 |
| Figura 16. Gráfico de (K/S) corregido vs Absorbancia a 651 nm de fibra acrílica disuelta en DMF.....   | 58 |
| Figura 17. Gráfico de porcentaje de colorante adsorbido al final del ensayo de tintura vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.....                    | 60 |
| Figura 18. Gráfico de porcentaje de fijación de colorante en tejidos de fibra acrílica después de lavado vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF. .... | 61 |

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1. Parámetros Térmicos.....  | 12 |
| Tabla 2. Porcentaje de colorante adsorbido al final del ensayo vs porcentaje de colorante en el baño .....   | 42 |
| Tabla 3. Resultados de grado de blanco.....  | 46 |
| Tabla 4. Incremento porcentual de grado de blanco .....  | 46 |
| Tabla 5. Resultados de K/S a 640 nm.....   | 47 |
| Tabla 6. Diferencia porcentual de K/S entre tejidos con y sin tratamiento plasma .....   | 48 |
| Tabla 7. Resultados obtenidos del baño residual de jabonado .....  | 49 |
| Tabla 8. Resultados de total de colorante en tejidos después del quinto aclarado.....  | 50 |
| Tabla 9. Resultados de grado de fijación del colorante sobre la fibra, eficiencia global de fijación de colorante. ....  | 51 |
| Tabla 10. Control de repetividad del ensayo de propiedades de mojado .....   | 52 |
| Tabla 11. Resultados de Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.....  | 57 |
| Tabla 12. Comparativo de resultados entre (K/S) corregido a 640 nm vs Absorbancia a 651 nm .....   | 58 |
| Tabla 13. Porcentaje absorbido a final del ensayo de tintura vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF .....   | 59 |
| Tabla 14. Tabulación del porcentaje de fijación de colorante en tejidos de fibra acrílica lavados respecto a la absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF. .... | 61 |
| Tabla 15. Muestras de tejidos de Fibra Acrílica no tratados.....   | 62 |
| Tabla 16. Muestras de tejido de Fibra Acrílica tratados con plasma.....  | 62 |
| Tabla 17. Comparativo de muestras con y sin tratamiento plasma .....   | 63 |

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

### 1.1 Antecedentes

El interés en la mejora de propiedades de adsorción de fibras acrílicas ha ido en incremento con el paso del tiempo; existen diversos estudios que muestran diferentes técnicas para poder lograr este objetivo.

Se han llevado a cabo investigaciones sobre tratamientos a los tejidos de fibra acrílica; como es el caso de la utilización ondas ultrasónicas, las cuales han demostrado el incremento en la absorción del colorante CI Astrazon Rojo Básico 5BL 200% en fibras acrílicas, teniendo valores de intensidad de color en el orden del 28.5 % más que los procesos convencionales [1,2].

Los procesos de tintura asistidos por ultrasonidos muestran una mejora de las propiedades de tejido acrílico teñido con colorante indicaxantina. El efecto de mejora en la absorción de colorante fue aproximadamente 49.62 % más que en procesos de tintura convencional; este método contribuye con la resistencia del tejido a la luz, al proceso de lavado y a la solidez siendo mejor que el método convencional [3]. Sin embargo aún con estos resultados esta técnica no se logrado implementar debido a que se requiere solo de cierto de tipo de colorantes para lograr el efecto deseado.

En 2006, Matamá estudió el uso de cutinasa y esterasa para efectos de modificación de la superficie de fibras acrílicas, sin lograr modificaciones significativas, sin embargo propone el uso de otras enzimas que pueden ser más compatibles con las fibras acrílicas. [4]

La acción nitrilasa parece inducir erosión de la superficie de fibras de poliacrilonitrilo (PAN), por la disolución de las moléculas de polímeros modificados. Esta hipótesis se confirma por la detección de ácido poliacrílico (PAA) en el tratamiento de soluciones. Más estudios serán necesarios para evaluar el impacto de la actividad de las nitrilasas sobre las propiedades físicas de la tela y para evaluar si algunos grupos amida también se producen como subproductos de la hidrólisis nitrilasa. De las consideraciones anteriores, la nitrilasa estabilizada parece tener un potencial en la industria textil para la modificación de fibras de PAN. La hilatura en húmedo sería el proceso industrial más adecuado para la introducción de tratamiento enzimático, aunque exigiría una modificación enzimática muy rápida (unos pocos minutos) [5]. Aun cuando el uso de enzimas para modificaciones superficiales de fibras acrílicas se ha estudiado por diversos autores, aun no se encuentra una que sea lo suficientemente compatible químicamente para lograr aumentar la capacidad hidrofílica de la fibra acrílica.

Hoy en día, la aplicación de la tecnología de plasma en la industria textil se ha convertido en una línea de investigación prometedora en el campo de los textiles inteligentes los cuales principalmente son los que contienen partículas que los hacen antibacteriales. El tratamiento con plasma de los tejidos puede permitir la modificación de las propiedades de las fibras para aplicaciones específicas, como por ejemplo para la mejora de sus capacidades tintóreas.

La modificación superficial a de tejidos mediante tecnología de plasma implica un proceso de funcionalización de tejidos respetuoso con el medio ambiente. Un plasma se define como el estado particular de un gas y está formado por especies cargadas y neutras (iones, electrones, átomos, radicales neutros y moléculas excitadas).

El plasma de baja temperatura o temperatura ambiente se ha utilizado, entre otras muchas aplicaciones, para modificar materiales textiles, como una alternativa ecológica a procesos de acabado basados en la utilización de

aditivos y productos químicos que generan residuos contaminantes. Los efectos del plasma en fibras y materiales poliméricos se limitan a la capa superficial de 1-10 nm de profundidad, de manera que las propiedades en el interior de las fibras permanecen intactas, por lo que se considera como una nanotecnología efectiva para modificar las propiedades superficiales del tejido. En la figura 1 se observan las especies presentes en un plasma [6-9].

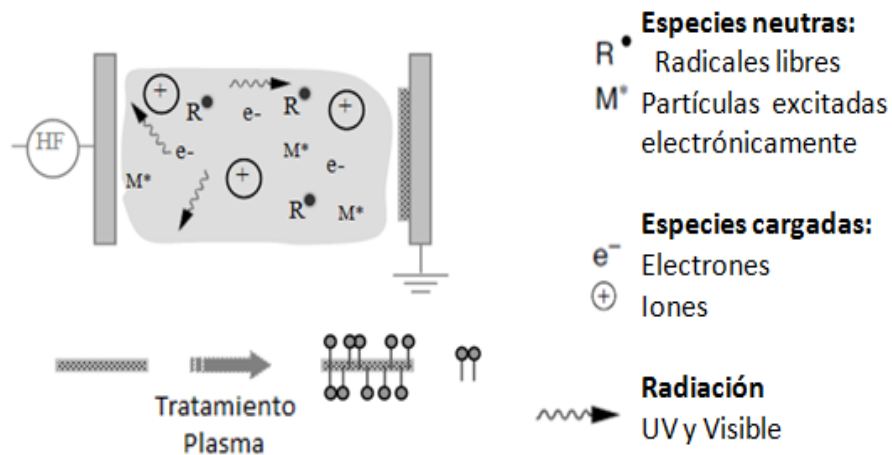


Figura 1. Especies presentes en un plasma

El tratamiento de plasma de baja temperatura es una técnica eficaz para modificar superficies de polímeros. Las técnicas de plasma son atractivas por varias razones: permiten la modificación de las capas superficiales hasta una profundidad de varios nanómetros del sustrato, manteniendo las propiedades en el interior de las fibras, permiten alcanzar las polaridades de superficie deseadas, su baja temperatura evita la destrucción de la muestra, no se requiere consumo de agua y son respetuosas con el medio ambiente, ofreciendo nuevas áreas de investigación, en particular en ciencia de los materiales [10-19].



Los efectos producidos en la muestra dependen del tipo de gas usado y de las condiciones de trabajo del plasma, lo que permite una gran variedad de procesos de tratamiento de la superficie como la activación de la superficie por rotura de enlace químico creando nuevos sitios reactivos, el depósito de especies químicas y de grupos funcionales, la volatilización y la eliminación de material, la disociación de contaminantes de la superficie / capas y el depósito de capas delgadas. El tratamiento con plasma de aire puede modificar las propiedades físicas y químicas de la superficie de tal manera que permite aumentar el carácter hidrofílico de un material [20].

Como se ha descrito en la figura 2, existen una gran variedad de plasmas, clasificados principalmente en función de su temperatura y de las condiciones de presión necesarias a su generación. En primer lugar, los plasmas se pueden clasificar en plasma de alta temperatura, que están relacionados con la fusión termonuclear, y que por lo tanto no tienen nada que ver con la investigación de modificación de superficie de los tejidos, y los plasmas llamados fríos que tienen un grado de ionización débil.

Los plasmas fríos se descomponen en dos sub-grupos los plasmas térmicos, cuya temperatura oscila entre 3 000 y 10 000°C y los de baja temperatura, grupo de plasmas cuya temperatura está más cerca de la temperatura ambiente, donde se encuentran los plasma usados para el tratamiento de textiles. En la industria textil, se suele trabajar con plasmas de baja temperatura, ya sea plasma de baja presión, donde el plasma se genera en una cámara de vacío, o plasma de presión atmosférica, más concretamente con plasma corona.

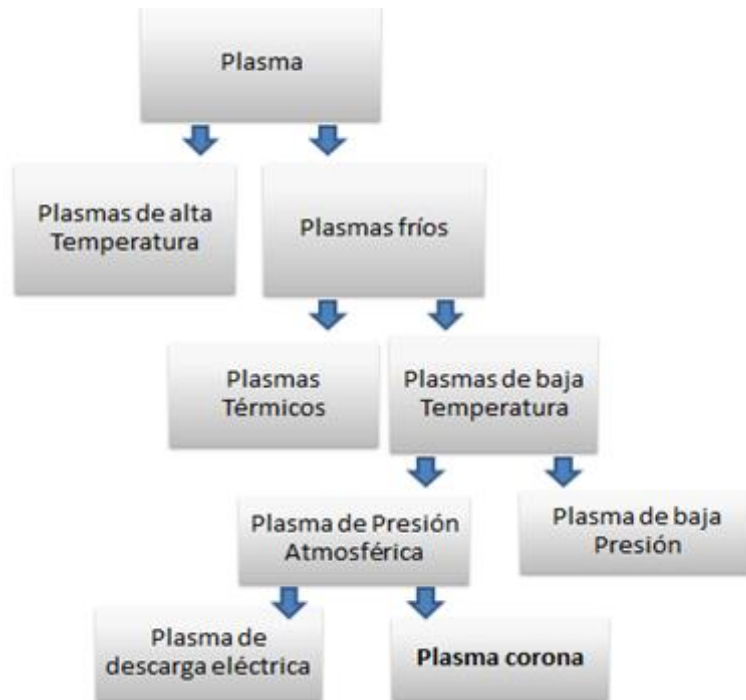


Figura 2. Clasificación de los tipos de plasma

Los primeros estudios para modificar fibras textiles por ablación con bombardeo de iones se realizaron a principios de los años 60 [21]. Utilizaron la ablación, por bombardeo de iones bajo atmósfera de argón, para preparar muestras de fibras sintéticas para estudios de microscopía electrónica, encontrando que los patrones de ablación se orientaban de forma perpendicular al eje de la fibra de una película estirada [22].

En los años 70, Byrne y Brown [23] introdujeron la aplicación de los plasmas corona y de baja temperatura sobre tejidos de poliéster, nylon 66 y algodón, utilizando un reactor en discontinuo tanto con monómeros vinílicos volátiles como con argón. Utilizando reacciones de plasma-polimerización, los investigadores consiguieron realizar un recubrimiento polimérico delgado sobre los tejidos.

Ello podría producir modificaciones interesantes como la mejora de las propiedades de anti-suciedad y de tintura con colorantes catiónicos [23]. Posteriormente, Yasuda y col. [24] modificaron las propiedades de distintas fibras (incluyendo nylon 6) mediante tratamiento de plasma con cuatro gases no-polimerizantes presentando varias conclusiones, como que en el tratamiento con plasma de materiales poliméricos, el transporte de masa habitualmente tiene lugar en dos direcciones (ej. los átomos no sólo migran de la superficie a la fase gaseosa (ablación) sino también en la dirección opuesta, de la fase gaseosa a la superficie (funcionalización). El efecto final del tratamiento con plasma es resultado de la competencia entre ambos fenómenos.

Rakowski y col. describieron las propiedades generales y aplicaciones potenciales de los tratamientos con plasma de baja temperatura sobre polímeros y fibras naturales. Estudiaron el efecto del tratamiento de plasma en las propiedades adhesivas, la absorción superficial y el efecto de amarilleamiento de los tejidos. Se mostró que los cambios en el grado de blanco dependen tanto del pH, limpieza y contenido en humedad de los tejidos, como del tipo de gas del plasma y los parámetros utilizados en el tratamiento [24-26].

A principios de los años 90 se investigaron los efectos de la ablación por bombardeo y del tratamiento de baja temperatura con argón en la superficie de tejidos de poliamida. Los investigadores mostraron que el bombardeo crea micro-cráteres en la superficie de los tejidos teñidos; los micro-cráteres reducen la reflexión de la luz incidente incrementando por tanto la sensación de intensidad del matiz de los tejidos [27].

Desde 1990 se han realizado importantes estudios en el campo de aplicación de los plasmas de baja temperatura tanto en fibras naturales como en fibras químicas [28]. De igual manera se han examinado las propiedades adhesivas de películas de plástico (poliamida y p-aramida) tratados por bombardeo o con plasma de baja temperatura de argón, comprobando una mejora en la tensión superficial crítica y en la resistencia al rasgado de la película [29].

Estudios con fibras de p-aramida mostraron que la formación de micro-cráteres en la superficie de la fibra juega un papel importante en el incremento de la intensidad del color en la tintura de tejidos de dicha fibra [30,31].

Wakida y col. también investigaron la velocidad de tintura con C.I. Acid Blue 83 y C.I. Basic Violet 3 de fibras de nylon 6 pre-tratadas con plasma de oxígeno de baja temperatura. Los resultados indicaron que la velocidad de tintura de los tejidos tratados con plasma disminuía con el colorante ácido a causa de la repulsión aniónica en la superficie de la fibra y aumentaba para el colorante catiónico [32].

En 2008, Wang estudió la influencia de las condiciones de tratamiento por plasma de presión atmosférica de fibras de poliéster sobre la profundidad de modificación de la superficie de los materiales textiles [33].

Como se puede observar, muchos de los trabajos previamente citados tienen como paso posterior al tratamiento por plasma de las fibras textiles un proceso de tintura de las fibras con la meta de mejorar la eficiencia de la tintura y su cinética de tintura. Sin embargo, existen pocos escritos en la literatura sobre el uso de plasma para la modificación de superficie de fibras acrílicas. De la misma manera en la que se realizaron los estudios con colorantes, este trabajo de tesis estudia la aplicación previa del plasma al material de fibra acrílica lo que permite modular y/o mejorar los perfiles de cinética de incorporación del colorante (CI Basic Blue 3; 51004). [34]

## **1.2 Justificación**

Es importante el estudio de las capacidades tintóreas de las fibras acrílicas, porque el tratamiento con plasma incrementa su capacidad hidrofílica, y esto repercute en un menor consumo de colorante con los mismos resultados de intensidad de color.

### **1.3 Hipótesis**

El tratamiento de tejidos de fibra acrílica con plasma antes de la tintura incrementará su hidrofilia logrando un mayor porcentaje de agotamiento de colorante al final de la tintura del 18 al 24 %.

### **1.4 Objetivo**

El objetivo de este estudio consiste en comparar el comportamiento de la cinética de tintura a temperaturas por debajo de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), entre tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento de plasma incrementar la hidrofilia de la superficie, mejorar su limpieza superficial por efecto de ablación y modificar su composición química.

### **1.5 Objetivos Específicos**

Demostrar que el grado de blanco de los tejidos de fibra acrílica no presenta cambios significativos debido al tratamiento con plasma.

Lograr el aumento de adsorción de colorante en los tejidos de fibra acrílica debido al tratamiento con plasma.

Demostrar la modificación de la composición química de la superficie del tejido de fibra acrílica debida al uso del plasma corona sobre la misma.

Llevar a cabo las determinaciones experimentales bajo un estricto rigor de exactitud para el reporte de datos confiables.

## **CAPITULO 2**

### **FUNDAMENTOS TEORICOS**

En este capítulo se hace una breve introducción a las fibras acrílicas y sus propiedades, los colorantes catiónicos y al plasma corona, que son los materiales clave para llevar a cabo esta investigación. Se menciona también otros materiales que se utilizaron para complementar el estudio.

#### **2.1 Fibras Acrílicas**

Las fibras acrílicas son fibras formadas por polímeros lineales cuya cadena está constituida por lo menos de 85 % en peso de acrilonitrilo. La mayoría de las fibras acrílicas se fabrican como copolímeros, hasta con 15 % de aditivos que producen una estructura más abierta, ser lo cual permite que los tintes sean absorbidos por la fibra mediante un proceso de compatibilidad química entre fibra acrílica y colorante catiónico [35].

Las fibras acrílicas se fabrican a partir del acrilonitrilo asociado con otros polímeros. Las fibras compuestas por acrilonitrilo tienen una estructura interna orientada y compacta que puede ser del tipo isotáctica y sindiotáctica; lo cual imposibilita el teñido; por ello son elaboradas como copolímeros, conteniendo aditivos como la sal orgánica de sodio, la cual otorga una microestructura más abierta permitiendo a los tintes ser absorbidos por las fibras [3,35].

#### **Composición Química**

Las fibras acrílicas contienen aditivos como la sal orgánica de sodio y aceites para evitar estática, que se incorporan como agentes de acabado para mejorar el comportamiento de la fibra en el proceso de fabricación, en el proceso textil y

durante su uso. Estos productos poseen propiedades antiestáticas y lubricantes. [35]

En vez de utilizarse homopolímeros, es decir polímeros constituidos por un solo monómero, como en el caso del poliéster y poliamida, aquí se utilizan copolímeros, es decir polímeros constituidos por dos o más monómeros. Puede intervenir un tercer componente que facilitará la tintura al aumentar la afinidad con los colorantes catiónicos. Los copolímeros utilizados son: Acrilato de metilo, metacrilato de metilo y acetato de vinilo.

La reacción de polimerización es de adición. El acrilonitrilo ( $\text{CH}=\text{CHCN}$ ) se polimeriza para formar poliacrilonitrilo. El iniciador de la polimerización es una mezcla de sulfato ferroso y peróxido de hidrógeno (oxido-reducción). Estos dos compuestos reaccionan para obtener radicales hidroxilo ( $\text{OH}^+$ ) que pueden actuar como iniciadores de cadena. [35]

### **Morfología y Estructura**

Actualmente, se considera que el poliacrilonitrilo es un polímero altamente ordenado (semicristalino) con apreciables fuerzas electrostáticas entre los dipolos de los grupos nitrilo vecinos de la misma molécula. También se estima que esta interacción intramolecular de naturaleza repulsiva y que dificulta la rotación de los enlaces, lo que supone un aumento de la rigidez de la molécula polimérica [3,35].

### **Propiedades Físicas**

Las fibras acrílicas no funden a una temperatura definida y reblandecen a temperaturas entre 200 – 260 °C. Pueden plancharse sin riesgos hasta 150 °C.

Son fácilmente inflamables. Arden fundiendo y continúan ardiendo después de retirar la llama, al apagarla queda un residuo duro y negro en forma de bola. [3]

La copolimerización del acrilonitrilo con monómeros adecuados rebaja la temperatura de transición vítrea (tabla 1). La composición cualitativa y cuantitativa del copolímero se elige de modo que pase a valores de 90 - 95°C en aire y de 55 - 60°C en medio acuoso, para que se pueda teñir con colorantes dispersos y básicos a temperaturas próximas a la de ebullición del agua en un equipo convencional. [35]

La temperatura de lavados es casi siempre inferior a la de transición vítrea, la estructura polimérica en estas condiciones no permite que los colorantes se pueden difundir fácilmente hacia el exterior. Esta propiedad se debe en buena medida a la excelente solidez al lavado de las tinturas de las fibras acrílicas.

### **Propiedades Mecánicas**

La tenacidad de las fibras acrílicas es muy variable a causa de las diferencias en el tipo y proporción de modificante (comonomero), en la tensión impartida y en otras variables del proceso de fabricación. La tenacidad de estas fibras suele oscilar entre 2,8 y 5,5 g/dtex. La del filamento continuo suele oscilar entre 3,9 - 5,5 y la de la fibra cortada entre 2,8 y 3,9. Sin embargo, la bibliografía cita valores de hasta 7,7 g/dtex (gramo / decitex) para el filamento. [3]

Las fibras acrílicas presentan una buena resistencia a la deformación según se deduce de su alto modulo inicial, el cual está comprendido entre 45 y 55 % g/dtex. En las fibras de tenacidad de 2,8 - 3,9 y de unos 90 g/dtex en las fibras de tenacidad próxima a 5,5 g/dtex. La rigidez media oscila entre 18 y 45 g/dtex para el filamento continuo. [35]

Finalmente se puede señalar que las propiedades de tracción de las fibras acrílicas (tenacidad, esfuerzo de fluencia, modulo inicial, alargamiento a la



rotura y trabajo de rotura) se conservan bien en condiciones húmedas a temperaturas ambientes. [35]

En la tabla 1 se muestran los parámetros térmicos establecidos para las fibras acrílicas de acuerdo a estudios realizados. [35]

*Tabla 1. Parámetros Térmicos*

|   |              |
|---|--------------|
| Temperatura de Transición Vitrea                          | 90 °C        |
| Temperatura de lavado                                     | 40 – 50 °C   |
| Resistencia al calor seco                                 | 125 – 135 °C |
| Temperatura de planchado                                  | 160 – 200 °C |
| Temperatura máxima de fijado                              | 220 °C       |
| Temperatura de decoloración                               | 235 °C       |
| Temperatura a la que la fibra empieza a ser termoplástica | 228 °C       |
| Temperatura de reblandecimiento                           | 215 – 255 °C |
| Temperatura de descomposición                             | 300 – 320 °C |

## **Usos**

Las fibras acrílicas se emplean principalmente en la fabricación de prendas exteriores de punto, mantelerías, cortinas, tapicerías, mantas, alfombras, terciopelos y tejidos de pelo. También son importantes sus aplicaciones industriales como en filtración y productos fibrocemento.

El tejido de fibra acrílica estudiado fue donado por una empresa textil, destinado a toldos industriales y fue la misma empresa la que proporcionó los datos citados posteriormente. [35]

El tejido de fibra acrílica preparado industrialmente para tintura, tiene las siguientes características: [35]

- Ancho acabado: 124 cm
- Peso/ m<sup>2</sup>: 283.10 g/m<sup>2</sup>
- Grado de blanco: 73.91
- Absorbancia (Drop test): 70.05 s

### **Tintura de la Fibra Acrílica**

El proceso de tintura se lleva a cabo cuando la fibra acrílica es puesta en contacto con la solución de colorante y lo absorbe de manera que habiéndose teñido ofrece resistencia a devolver el colorante al baño y el proceso molecular tintóreo es lo que llamamos cinética tintórea [3, 36].

### **Etapas de Tintura**

1. Transporte en el baño: Es el proceso de difusión del colorante desde el baño hasta la fibra.
2. Absorción: desde la capa límite hidrodinámica a la superficie de la fibra
3. Difusión: Durante esta etapa el colorante va de la superficie al interior de la fibra.
4. Unión entre el colorante catiónico y los grupos aniónicos de la fibra. [36]

### **Principios del Proceso Tintóreo**

En la etapa inicial el colorante se distribuye en forma anular alrededor de la fibra; ello hace que en la superficie de esa fibra haya una elevada concentración de colorante y muy escasa o nula en su interior. Esa concentración exterior provoca el flujo de colorante hacia el centro del cuerpo a tinter. [37]

## **2.2 Colorantes Catiónicos**

Los colorantes catiónicos comprenden compuestos orgánicos que varían extensamente en su composición química. Los utilizados más frecuentemente son derivados del triarilmetano y de los colorantes azoicos; también pueden ser utilizados los colorantes de keto-imina. Todos estos colorantes son sales de bases orgánicas derivadas de aminas y solubles en alcoholes, ácidos débiles y menos solubles en el agua.

La fibra de poliacrilonitrilo en medio acuoso adquiere un potencial negativo (el potencial electrocinético medido es aproximadamente 40 mV), el cual en las etapas iniciales del teñido promueve la absorción del tinte. Los colorantes catiónicos se caracterizan porque la carga positiva está asociada al cromóforo que forma parte de la molécula [36,37].

El colorante catiónico utilizado para este experimento fue Azul Astrazon BG con nombre científico (CI Basic Blue 3; 51004): Nitrosate N,N-diethyl-m-anisidine [2,38].

### **Estado de Equilibrio de la tintura**

Las fibras acrílicas poseen grupos ácidos fuertes o débiles o ambos a la vez, y los colorantes son de naturaleza catiónica, la unión del colorante con la fibra se realiza mediante enlace de tipo polar.

De acuerdo al mecanismo de reacción y a las características de la estructura física en las fibras, se puede indicar que:

- La cantidad de colorante que puede admitir una fibra a saturación, está en función de los grupos ácidos existentes, los cuales deben estar disociados y accesibles para que la reacción entre colorante y fibra ocurra.
- Es necesaria la disociación del colorante para que se produzca la unión.
- Las variables del sistema tintóreo que influyan sobre el grado de ionización de la fibra y del colorante, desplazarán el equilibrio de un sentido favorable o desfavorable al grado de unión del colorante con la fibra [36,37].

### **Cinética de la tintura**

La cinética de tintura de las fibras acrílicas se desarrolla en tres etapas fundamentales:

- Absorción por la superficie de la fibra del colorante disuelto en el baño.
- Difusión del colorante desde la superficie de la fibra hacia su interior.  
Unión del colorante con la fibra [36,37].

### **Absorción**

Cuando las fibras acrílicas se sumergen en el agua, se produce entre la superficie de la fibra y el medio acuoso un potencial electrocinético conocido como potencial zeta, adquiriendo la fibra un valor negativo. A bajas concentraciones de colorante en el baño (20 g/L), la fibra pierde su potencial negativo y después resulta ligeramente positiva a consecuencia de la

acumulación de los cationes del colorante en la superficie de la fibra [3,35].

## **Difusión**

El estudio de la difusión de los colorantes catiónicos en las fibras acrílicas presenta dificultades para determinar valores exactos de los coeficientes de difusión, las razones por las cuales estas dificultades son mayores que con otras fibras sintéticas, son:

- El estudio matemático de la difusión debe tener en cuenta que, sólo las moléculas del colorante que se disuelven en la fibra se difunden libremente, mientras que aquellas que están unidas a la fibra no lo hacen. Por otra parte, la mayoría de las fibras acrílicas poseen forma irregular.
- Debido a que la absorción del colorante en la superficie de la fibra es muy rápida, se presentan dificultades para determinar exactamente cuándo empieza el proceso de difusión [3,35].

Se ha establecido que los colorantes de elevada afinidad son absorbidos rápidamente por la superficie de la fibra, produciendo una tintura en anillo en el cual todos los sitios disponibles son saturados con el colorante. La solución tintórea que penetra en el interior de la fibra, después de haber dejado las capas exteriores contiene poco colorante y por consiguiente puede aportar pequeñas cantidades de colorante a estas capas interiores; para que éstas aumenten su concentración de colorantes es necesario que el colorante se desprenda de las uniones que posee en la superficie de la fibra o bien que desde el baño vuelva a entrar nueva solución conteniendo colorante, el cual será absorbido nuevamente por esta nueva porción interna de la fibra [36,37].

## **Velocidad de tintura**

La velocidad de tintura es importante en la tintura de fibras acrílicas, ya que la obtención de una tintura uniforme depende fundamentalmente de que el colorante sea fijado por la fibra de manera regular en toda su masa, pues no se puede contar con el fenómeno de migración del colorante para lograr, durante el transcurso de la tintura, una uniforme distribución de éste en el conjunto de fibras que se tiñen [3,36].

## **Influencia de la temperatura**

A bajas temperaturas las fibras acrílicas presentan una estructura muy compacta que sólo permite oscilaciones de sus átomos. Cuando la temperatura se eleva y se alcanza la de temperatura de transición vítrea, la movilidad en los segmentos de las cadenas del polímero se aumenta y a partir de esta temperatura, la permeabilidad de la estructura aumenta en función del incremento de la temperatura, permitiendo la difusión de los cationes del colorante desde la superficie de la fibra, en donde son nuevamente reemplazados por colorante existente en el baño, prosiguiendo así el ciclo de tintura. [35] [37]

## **Influencia de la concentración del colorante**

Además de la temperatura, la cantidad de colorante usado ejerce un efecto importante sobre la velocidad total de tintura y por ello se han buscado fórmulas, que de forma más o menos simple permiten establecer una relación entre ellas. La base fundamental reside en el hecho, experimentalmente observado de que las posibilidades de igualar una tintura con colorantes catiónicos sobre las fibras acrílicas aumenta a medida que aumenta la concentración de colorante en la solución. [3]

## **Influencia del pH**

Se debe indicar el hecho de que los límites entre los cuales interesa el estudio de la influencia del pH son bastante estrechos y están prácticamente comprendidos entre 4 y 5.5 debido a que es el rango de pH en el que se encuentran los colorantes catiónicos.

En estudios anteriores se describe como a medida que se aumenta el pH la velocidad de tintura tiende a aumentar, siendo este aumento mucho más notorio en una fibra que posee sólo grupos aniónicos débiles, que en una fibra poseyendo grupos aniónicos débiles y fuertes. Con esta información, es evidente que el control del pH como medio de regular la velocidad de tintura es sólo efectivo en fibras acrílicas que poseen grupos ácidos débiles cuya ionización venga influenciada por la cantidad de protones existentes en el baño de tintura. [3]

## **Procedimiento para determinar el rendimiento de colorantes catiónicos**

Se basa en la determinación del % de colorante agotado en el baño de tintura sobre la fibra, determinado a partir de las concentraciones inicial y final de colorante en el baño de tintura, mediante espectrofotometría UV-Vis, y en la determinación colorimétrica del colorante reactivo efectivamente fijado en la fibra, a partir de la determinación de los valores (K/S) corregidos, medidos sobre la fibra acrílica.

La intensidad de tintura es la relación entre concentración de colorante sobre fibra y valor de remisión. A partir del hecho que al aumentar la concentración de colorante sobre la fibra, los valores de remisión disminuyen, los estudios de Kubelka y Munk sobre la absorción y la difusión de la luz condujeron a las relaciones siguientes: [39]

$$G = (K/S)_{TINTURA} - (K/S)_{SUBSTRATO} = B.C \quad (Ec. 1)$$

Significado de las siguientes magnitudes:

- G:** Medida de absorción del colorante para una determinada longitud de onda.
- K:** Constante de adsorción del colorante para una determinada longitud de onda.
- S:** Constante de difusión para una determinada longitud de onda (solo para papel, piel y tejido).
- R:** Valor de remisión medido, expresado como tanto por uno, (como coeficiente) para una determinada longitud de onda.
- B:** Constante de proporcionalidad, dependiente del colorante, de la longitud de onda, del sustrato y de las condiciones de la tintura. En zonas claras y medias de intensidad de color, B es independiente de la concentración del colorante, en tinturas oscuras la dependencia de la concentración es obvia.
- C:** Concentración de colorante.

Los valores de K/S aumentan, a medida que se miden sustratos teñidos a mayor concentración de colorante. En el intervalo de colores claros y medios, se aprecia una relación lineal entre el valor de K/S, y la concentración de colorante. A concentraciones más elevadas de colorante, se pierde la linealidad de la relación entre ambas variables.

### **Determinación del agotamiento de colorante en el baño**

En el diagrama 1 se representa esquemáticamente la metodología para el cálculo del agotamiento de colorante en el baño.



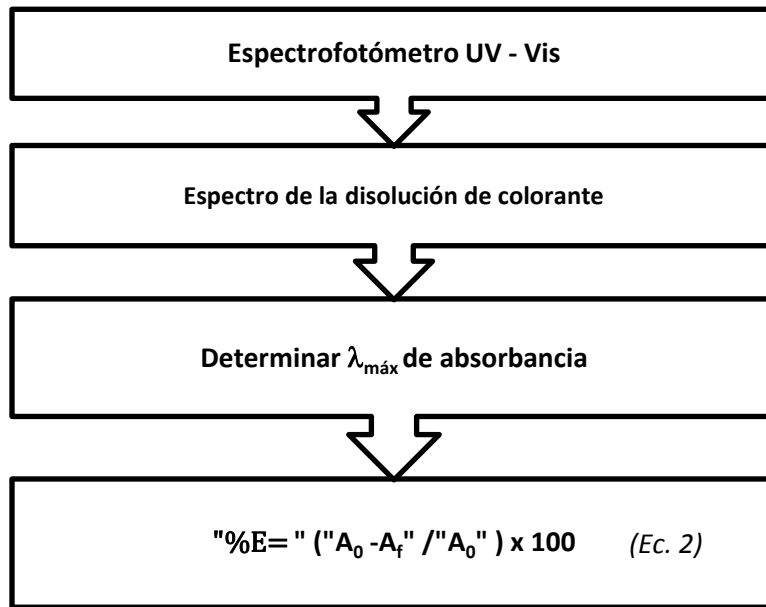


Diagrama 1. Determinación de agotamiento de colorante en el baño

En donde:

$A_0$  = Absorbancia a  $\lambda_{máx}$  del baño inicial

$A_f$  = Absorbancia a  $\lambda_{máx}$  del baño final

% E = % de agotamiento de colorante

### **Determinación del grado de fijación del colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica**

En el diagrama 2 se explica gráficamente la metodología a seguir para llevar a cabo la determinación del grado de fijación del colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica.

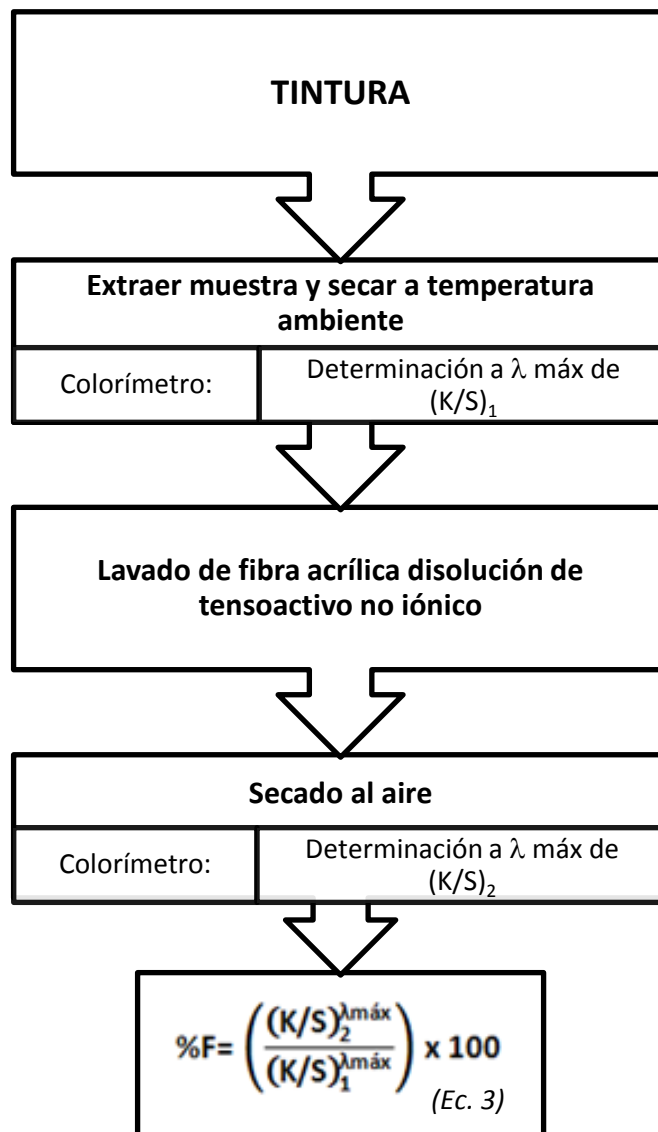


Diagrama 2. Determinación de fijación de colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica.

**F:** Porcentaje de fijación de colorante catiónico sobre el tejido de fibra acrílica.

#### **Determinación del $(K/S)$ corregido**

- Determinar número de capas de muestra a medir (doblado muestras)
- Valor medio de los 10 replicados de la medida

$$R = \frac{(\% \text{ Rem})^{\lambda \cdot ma}}{100} \quad (\text{Ec. 4})$$

$$(K/S) = (K/S)_d - (K/S)_u = \left( \frac{(1-R)^2}{2R} \right)_d - \left( \frac{(1-R)^2}{2R} \right)_u \quad (\text{Ec. 5})$$

En donde:

d = tejido teñido

u = tejido antes de la tintura

$$G_{MEZCLA} = G_{001.1} + G_{001.2} \dots + G_{001.n} \quad (\text{Ec. 6})$$

Siendo:

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (\text{Ec. 7})$$

$$R = \frac{\% R}{100} \quad (\text{Ec. 8})$$

## Eficiencia global de fijación del colorante

$$\% T = \frac{\% E * \% F}{100} \quad (\text{Ec. 9})$$

T: Eficiencia global de fijación de colorante catiónico.

### 2.3 Plasma Corona

El plasma corona se genera entre dos electrodos a los que se aplica una fuerte diferencia de potencial. Uno de los dos electrodos está ubicado dentro de un cilindro giratorio sobre el cual se coloca la muestra del material textil a tratar (figura 5).

Hay un fino cable de radio  $a$ , rodeado por un cilindro de radio  $b$  puesto a tierra. La iniciación se dará cerca del cable, creando una corona luminosa. La corona es un fenómeno de baja corriente y continua, de pocos órdenes de magnitud. El campo eléctrico de ruptura es  $E_B = 3000 + \frac{1.35}{d}$  (Kv / m). Cuando el campo local que rodea a un punto alcanza el valor de  $E_B$  aparece la corona. Si al cable se aplica un  $V_0$  muy alto alcanzará el valor de ruptura en un punto, esta distancia se denomina radio activo y en el volumen que crea se darán reacciones químicas. Fuera del radio activo el potencial seguirá disminuyendo hasta un valor mínimo [40].

En ésta técnica se puede controlar el tiempo de contacto plasma-tejido, el tipo de gas generador, la potencia de generación del plasma y el número de pasadas de la muestra [40].

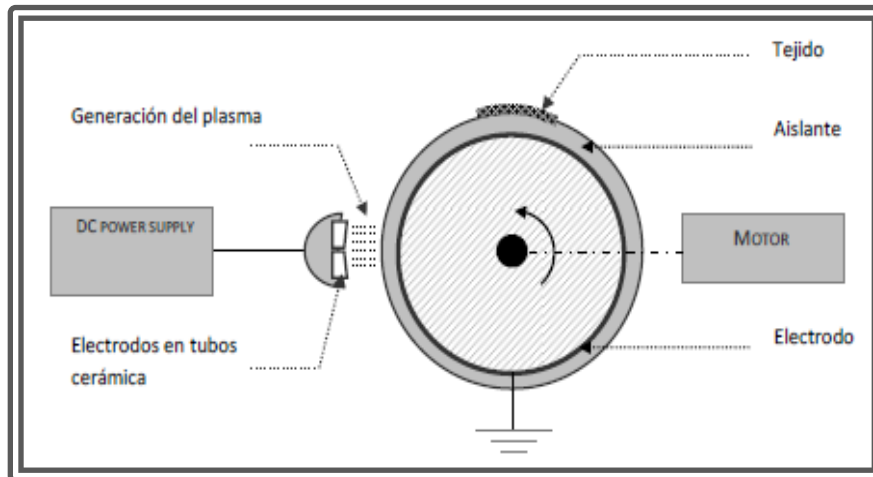


Figura 3. Esquema de un plasma corona para aplicación de modificación de superficie textil.

La definición física de un plasma es un estado mixto de iones, radicales, electrones y moléculas excitadas preservando la neutralidad eléctrica. Los plasmas pueden existir en una muy amplia gama de temperatura y presión. En la figura 3 se presenta el esquema de un plasma corona para aplicación de modificación de superficie textil [40].

Los plasmas fríos se generan por descarga eléctrica gaseosa, los cuales proporcionan una fuente de alta energía de electrones sin un calentamiento excesivo y son altamente reactivos químicamente. El tratamiento de plasma a bajas temperaturas resulta ser una técnica interesante para modificar la superficie del polímero por los siguientes motivos:

- Permite la modificación de capas superficiales del sustrato, mientras que mantiene sus propiedades, debido a las bajas temperaturas evitan la destrucción de las muestras.
- El plasma interacciona únicamente con la superficie de las fibras modificando su composición química y/o topografía a una profundidad nanométrica.

## **Efectos superficiales del tratamiento con plasma en un tejido.**

- Modificación de la composición química superficial
- Eliminación de material de la superficie
- Deposición de capas finas

## **Ventajas del uso del plasma sobre la superficie de los tejidos.**

El uso del plasma es una técnica ecológica y económica por no consumir reactivos, agua y evitar la generación de aguas residuales.

Es un proceso rápido (10 - 600 segundos) lo cual lo convierte en una herramienta conveniente para la industria.

Es estrictamente superficial (no altera las propiedades dinámicas de las fibras).

La aplicación de procesos de plasma en la industria textil se considera una tecnología emergente que se valora como estratégica para la consecución de materiales textiles con nuevas propiedades, características y aplicaciones [40].

## **Aplicaciones del plasma en textiles**

Tiene aplicación en la modificación de la composición química superficial, en la deposición de capas finas y en la eliminación del material en la superficie; lo cual conlleva a la modificación de la hidrofiliidad / hidrofobicidad permitiendo una mejor adhesión de otros materiales e incrementando la rugosidad de los tejidos.

En la actualidad su aplicación se ha llevado a cabo en los siguientes procesos:

- Contracción (encogimiento) de la fibra de lana
- Tintura
- Post-aplicación de productos de acabado
- Efectos antibacterianos

El efecto logrado para cada proceso depende del tejido utilizado, del tipo de plasma, del gas utilizado y de las condiciones de trabajo del plasma.

## **2.4 Otros materiales**

### **Glicerina utilizada para evaluación de propiedades de mojado**

El material con el que se lleva a cabo la prueba de mojado en textiles normalmente es agua; sin embargo, debido a la mejora significativa en cuanto a capacidad de absorción que se origina en la superficie de los tejidos de fibra acrílica se utilizó glicerina, la cual por sus características físicas fue mejor para llevar a cabo éste análisis.

Glicerina para análisis –ACS – ISO

Fórmula molecular:  $C_3H_8O_3$

P.M =  $92.10 \text{ g.mol}^{-1}$

### **Tensoactivo no iónico utilizado para lavados de tejidos de fibra acrílica (Laventin EE-BL)**

El detergente es un tensoactivo no iónico, estable a los agentes de dureza al agua, álcalis y ácidos así como a los agentes de óxido – reducción. Densidad:

Aprox.  $0.98 \text{ g/cc}$

pH: Aprox: 6 – 8 con  $10 \text{ g/L}$

Solubilidad: fácilmente soluble en agua fría.

### **N,N-Dimetilformamida utilizada para la dilución de tejidos de fibra acrílica**

La N,N-dimetilformamida (DMF) está considerado como el mejor disolvente de fibras acrílicas, por este motivo fue utilizada en este trabajo de investigación.

Fórmula molecular:  $(\text{CH}_3)_2\text{NOCH}$ . P.M.:  $73.09 \text{ g.mol}^{-1}$



## CAPITULO 3

### TECNICAS DE CARACTERIZACIÓN

#### **3.1 Microscopia Electrónica de Barrido**

El microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy), es un microscopio que tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra, produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. Un microscopio electrónico de barrido crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto.

El SEM explora la superficie de la imagen punto por punto, su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones de forma parecida al barrido de un haz de electrones. Los electrones del haz pueden dispersarse de la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones primarios y los secundarios que se reflejan son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados del espécimen.

A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor, el microscopio electrónico de barrido puede ampliar los objetos 100 000 veces o más, produce imágenes tridimensionales realistas de la superficie del objeto.

Este instrumento permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica y textural del material analizado. Para este estudio se empleó el equipo (*SEM Jeal JSM-5000/5610*).

### **3.2 Espectroscopia UV – Visible**

El fundamento de la espectroscopia se debe a la capacidad de las moléculas para absorber radiaciones, dentro del espectro UV-visible. Las longitudes de onda de las radiaciones que una molécula puede absorber y la eficiencia con la que se absorben dependen de la estructura atómica y de las condiciones del medio (pH, temperatura, fuerza iónica, constante dieléctrica), por lo que dicha técnica constituye un valioso instrumento para la determinación y caracterización de biomoléculas. Para hacer este tipo de medidas se emplea un espectrómetro (*Shimadzu UV-1800*), en el que se puede seleccionar la longitud de onda de la luz que pasa por una solución y medir la cantidad de luz absorbida por la misma.

En espectroscopia el término luz no sólo se aplica a la forma visible de radiación electromagnética, sino también a las formas UV e IR, que son invisibles. En espectrofotometría de absorbancia se utilizan las regiones del ultravioleta (UV cercano, de 195-400 nm) y el visible (400-780 nm).

### **3.3 Colorímetro**

Para la medida del grado de blanco y de las intensidades de color se utilizó un colorímetro (*Datacolor Elrepho 2000*). Se trata de un fotómetro de doble haz, que utiliza el método de medición tricromático, con esfera integradora que proporciona una iluminación difusa, siendo la observación dirigida con un ángulo de 8 °.

La iluminación se consigue con una lámpara incandescente de 24V y 100W para el iluminante patrón A y con una lámpara de xenón libre de ozono para el iluminante patrón D65.

### **3.4 Espectroscopia de fotoelectrones generados por rayos X (XPS)**

La espectroscopia de fotoelectrones generados por rayos X consiste en excitar una superficie con fotones de rayos X, con lo cual se arrancan electrones de los átomos de la muestra a estudiar. La medida de la energía de ligadura de los electrones de los niveles internos de los átomos (localizados en una región superficial de unas pocas capas atómicas) así como las intensidades de los picos de fotoemisión permite determinar el estado de oxidación y la concentración de los átomos superficiales. Además el uso de la técnica con resolución angular y el análisis en profundidad mediante el decapado progresivo de la muestra por bombardeo iónico resultan de enorme utilidad en diversas áreas.

Un espectro XPS, es la representación del número de electrones registrados por el detector en función de la energía cinética (o de la energía de ligadura) del fotoelectrón emitido, contiene información referida a esos tres pasos. En el espectro XPS se puede distinguir una estructura primaria, una estructura secundaria y un fondo continuo debido a los fotoelectrones que han sufrido colisiones inelásticas tras la fotoemisión.

## CAPITULO 4

### DETALLES EXPERIMENTALES

#### 4.1 Ensayos de tintura de tejidos de fibra acrílica

Se utilizaron tejidos de fibra acrílica preparados industrialmente para procesos de tintura (descrito en el capítulo 2). Para efectos de repetitividad, las muestras con tratamiento de plasma y sin tratamiento de plasma se cortaron de un mismo tamaño de acuerdo al diámetro del rodillo del plasma corona de aire. Las porciones de tejido tenían una media de 8 centímetros de ancho por 48 centímetro de largo.

Las porciones de tejido de fibra acrílica se llevaron al baño de tintura en el equipo *Mathis Colorstar*, estableciendo como condiciones constantes de operación; un flujo de 1 L/min, presión dentro del sistema de 1.0 bar y la tintura isotérmica registrada en continuo tuvo una duración de 18 horas. Todas las disoluciones de colorante (CI Basic Blue 3; 51004) para cada tintura se prepararon con una concentración de 25 mg/L.

Las porciones de tejido se enrollaron en un porta-materias especial del equipo *Mathis Colorstar* para introducirlo dentro del baño de tintura.

Se establecieron tres diferentes temperaturas para la tintura de los tejidos, todas estas por debajo de la temperatura de transición vítrea de la fibra acrílica, para evitar cualquier tipo de cambio físico o químico del tejido debidos a la temperatura de tintura. Las temperaturas para cada estudio cinético fueron de 30, 40 y 50 °C.

La duración de cada tintura fue de 18 horas para lograr así el registro en continuo de la cinética de tintura del colorante (CI Basic Blue 3; 51004); sobre las porciones de tejido de fibra acrílica.

Terminado cada ensayo de tintura, las porciones de tejido de fibra acrílica se retiraron del porta-materias y se secaron a temperatura ambiente.

## **4.2 Plasma corona**

Las porciones de tejido de fibra acrílica fueron llevadas al equipo de plasma corona de aire *Alhbrandt FG-2*.

Las porciones de tejido fueron enrolladas en el rodillo del plasma corona, el tratamiento con plasma es un proceso discontinuo por pasada sucesiva que tuvo una duración de 28 segundos y el equipo se mantuvo en condiciones estables de operación a una potencia de 380 W, la intensidad del plasma con corriente constante fue de 1.9 A y la velocidad del rodillo 15 r.p.m. [40] [41].

Después de los 28 segundos de tratamiento con plasma se retiran las porciones de tejido de fibra acrílica sin tocar con las manos el tejido para evitar su contaminación. Terminado el tratamiento se prosigue al ensayo de tintura descrito en el capítulo 4.1 para llevar a cabo la tintura del tejido de fibra acrílica con colorante (CI Basic Blue 3; 51004).

## **4.3 Colorimetría**

Para las mediciones de grado de blanco e intensidad de tintura se utilizó el equipo *Datacolor elrepho 2000*. Los tejidos de fibra acrílica teñidos con pre-tratamiento con plasma y sin tratamiento con plasma fueron analizados mediante el equipo de colorimetría *Datacolor elrepho 2000* para obtener datos de coordenadas de color y grado de blanco, en primer lugar para verificar que el

tratamiento con plasma no intervenía en cambios de tono del tejido inicial y posteriormente obtener resultados de los cambios en las tonalidades debidas al proceso de tintura.

Se realizaron las mediciones correspondientes de grado de blanco y coordenadas de color a las porciones de tejido de fibra acrílica anteriormente cortadas, antes de realizar la medición fue necesario hacer la calibración del equipo *Datacolor elrepho 2000* de acuerdo al procedimiento del manual de calibración y funcionamiento del mismo.

Antes de realizar mediciones de colorimetría a una muestra es necesario asegurarse que no haya paso de luz que interfiera con los resultados de colorimetría, es por eso que se hicieron cuatro dobleces a las muestras de tejido evitando así que la luz exterior originara desviaciones en la lectura de las coordenadas de color.

La intensidad de tintura es la relación entre concentración de colorante sobre fibra y el valor de remisión. A partir del hecho que al aumentar la concentración de colorante sobre la fibra, los valores de remisión disminuyen.

#### **4.4 Proceso de lavado de tejidos de fibra acrílica**

Para el proceso de lavado de los tejidos de fibra acrílica se inicia con el jabonado con el detergente (Laventin EE-BL) descrito en el capítulo 2.4 y posteriormente se realizan 5 aclarados con agua destilada, finalmente se secan a temperatura ambiente para llevar a cabo el análisis de colorimetría descrito en el capítulo 4.3.

Al finalizar los ensayos de tinturas isotérmicas con colorante (CI Basic Blue 3; 51004) de los tejidos de fibra acrílica se procedió a hacer los lavados de los mismos, con la finalidad de determinar el número de lavados que eran

necesarios para que ya no hubiera migración de colorante (CI Basic Blue 3; 51004).

Para llevar a cabo la etapa de lavado se utilizó el equipo *Polymat Ahiba*, las porciones de tejido fueron introducidas en porta-muestras especiales del equipo *Polymat Ahiba*, los cuales contenía la solución detergente (Laventin EE-BL).

La velocidad de rotación del equipo fue de 40 r.p.m. durante 30 minutos a una temperatura de 30 °C, la cual se estableció para evitar la difusión del colorante hacia adentro del tejido de fibra acrílica por el hecho de trabajar a altas temperaturas, terminados los lavados con detergente (Laventin EE-BL); se prosiguió a hacer cinco aclarados únicamente con agua, a la velocidad de rotación y temperatura de lavado antes establecidas; para los aclarados la duración fue de 15 minutos cada uno. Las condiciones de lavado se determinaron de acuerdo a proceso de lavado utilizados en la industria textil.

Para verificar los cambios después del lavado de los tejidos de fibra acrílica lavados con detergente (Laventin EE-BL) y aclarados con agua fueron secados a temperatura ambiente para posteriormente proceder a medir la intensidad de color con el colorímetro (*Datacolor elrepho 2000*),

#### **4.5 Espectrofotometría UV-Visible**

Se realizó la medición de concentración de los baños residuales resultantes del lavado y los aclarados de los tejidos de fibra acrílica en el espectrofotómetro (*Shimadzu UV-1800*). Inicialmente se hizo una curva de calibración.

Esta recta de calibración fue calculada partiendo de la solución inicial de colorante (CI Basic Blue 3; 51004). Se hizo una dilución con una concentración de 20 mg/L a partir de la cual se crearon diluciones al 20, 15, 12.5, 10 y 5 % de concentración, con las lecturas de absorbancia se formaron los puntos para

construir la recta de calibrado. Con la recta de calibrado construida se procedió a la medición de concentración de los baños residuales del lavado y aclarados respectivamente.

#### **4.6 Microscopia Electrónica de Barrido**

Se hizo el análisis morfológico mediante equipo SEM (*Jeol JSM-5000/5610 SEM*) de las porciones de tejido de fibra acrílica con pre-tratamiento plasma y sin pre-tratamiento con plasma, para estudiar la influencia del tratamiento de plasma de aire sobre la superficie de la fibras acrílicas.

El tejido de fibra acrílica no es un material conductor, motivo por el cual antes de realizar el análisis topográfico por SEM fue necesario hacer el metalizado de las muestras de tejido.

El orden de tamaño de la muestra ha de ser del orden del  $\text{cm}^2$ . Esta muestra fue dividida en dos partes; una de ellas se llevó al tratamiento con plasma y a la otra quedó sin tratamiento. Se realizó un corte triangular a la mitad de la muestra para tener con exactitud el hilo sin tratamiento y con tratamiento plasma.

El equipo utilizado para metalizar el tejido de fibra acrílica fue *Sputtering Coster SCD 005 BAL TEC*. Finalmente la muestra metalizada se lleva al SEM para observar la superficie de los tejidos tratados y no tratados. Las condiciones de operación del SEM *Jeol JSM-5000/5610* potencia igual a 5 kV y diámetro del haz de electros de 20  $\mu\text{m}$ .



## **4.7 Evaluación de las propiedades de mojado**

Existen diferentes técnicas de evaluación de propiedades de mojado de tejidos textiles como:

- Ángulo de contacto estático
- Drop Test
- Test de capilaridad
- Tiempo de absorción de gota
- Área de mojado

Para fines de este trabajo de investigación se utilizó la técnica de tiempo de absorción de gota a volumen constante (20  $\mu$ L); para comprobar la mejora de propiedades de mojado de los tejidos de fibra acrílica.

En el capítulo 2.4 se menciona el uso de glicerina para efectuar éste análisis. Se eligió como medio la glicerina por ser un líquido más viscoso ya que el uso de agua para éste análisis no es recomendable en fibras acrílicas, debido a que es adsorbida rápidamente. Por la misma razón fue descartada la prueba de ángulo de contacto estático con agua por no tener el tiempo suficiente de permanencia de la gota para poder registrar la medición.

Para este ensayo se trabajó en tres condiciones diferentes; la primera con un tejido sin tratamiento, a la segunda se le hizo tratamiento corto de plasma durante 7 segundos y a la tercera un tratamiento plasma durante 28 segundos.

## **4.8 Disolución de fibra acrílica teñida**

Para cuantificar la cantidad de colorante incorporado a las fibras acrílicas y relacionar este dato con la profundidad de penetración del colorante dentro de

la fibra acrílica, se llevó a cabo la disolución en DMF de los tejidos de fibra acrílica teñidos y lavados, con peso constante de 1 g.

Para llevar a cabo la disolución de las fibras acrílicas, se puso 10 mL de DMF en tubos de ensayos colocados en un baño de ultra-sonido termo-estabilizado. Una vez alcanzados los 70 °C, se introdujeron las porciones de tejido de fibra acrílica (1 g) en cada tubo. Se dejó en el baño durante 90 minutos, hasta disolver por completo el tejido en la dimetilformamida.

Posteriormente para determinar la concentración relativa de colorante en el baño después de la disolución de las fibras teñidas, se hizo la medición de la absorbancia de las diluciones por medio de espectrofotometría UV-Vis (*Shimadzu UV-1800*).

## CAPITULO 5

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 5.1 Ensayos de tintura de tejidos de fibra acrílica y estudio de la cinética de tintura registrado en continuo

Los estudios cinéticos se realizaron a 30, 40 y 50 °C, en la figura 4 se presenta la cinética de tintura sobre el tejido de fibra acrílica con colorante (CI Basic Blue 3; 51004), durante 18 horas.

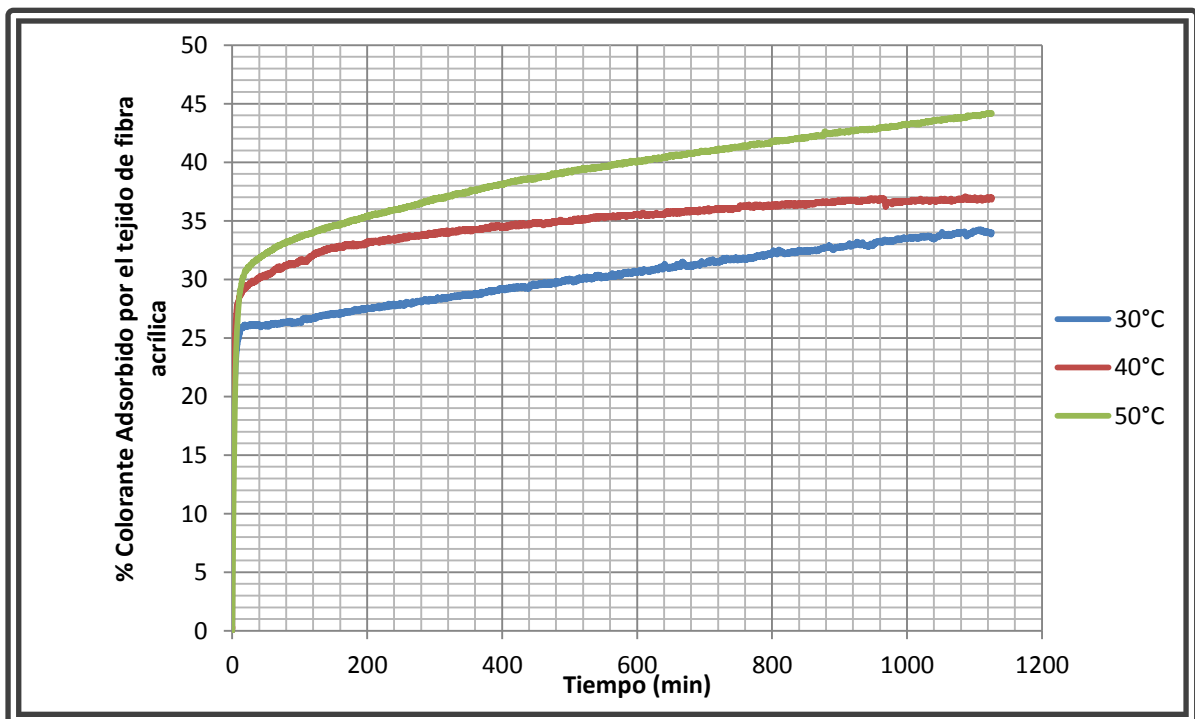


Figura 4. Cinética de tintura de los tejidos de fibra acrílica teñidos a 30, 40 y 50 °C.

Al final del ensayo de tintura se observó el incremento de adsorción de colorante (CI Basic Blue 3; 51004), entre la tintura a 30 °C que fue de un 35.6 % mientras que la tintura a 40 °C registró un porcentaje de adsorción de 38.2 %.

Para el caso de la tintura a 50 °C existe una diferencia de 32.16 % más adsorción de colorante con respecto a la tintura a 30°C y de 23.15 % más con respecto a la tintura a 40 °C después de las 18 horas de tintura.

En la figura 5, se presenta el estudio cinético de tintura de los tejidos de fibra acrílica tratados durante 28 segundos con plasma corona de aire, los cuales después del tratamiento se sometieron al baño de tintura a las diferentes temperaturas mencionadas anteriormente: 30, 40 y 50 °C. Se muestra el estudio cinético de las tinturas con colorante (CI Basic Blue 3; 51004) y tratamiento plasma, siendo los porcentajes de adsorción para los tejidos teñidos a 30 °C de 44.4 % mientras que para las tinturas a 40 °C de 42.6 %. La tintura a 50 °C registró un porcentaje de adsorción de colorante (CI Basic Blue 3; 51004), de 55.8 %. En esta figura puede observarse como a los 1200 minutos la pendiente de 50 °C es mayor que las de 30 y 40 °C, por tanto, la temperatura tiene un papel importante en la cinética de tintura de los tejidos de fibra acrílica.

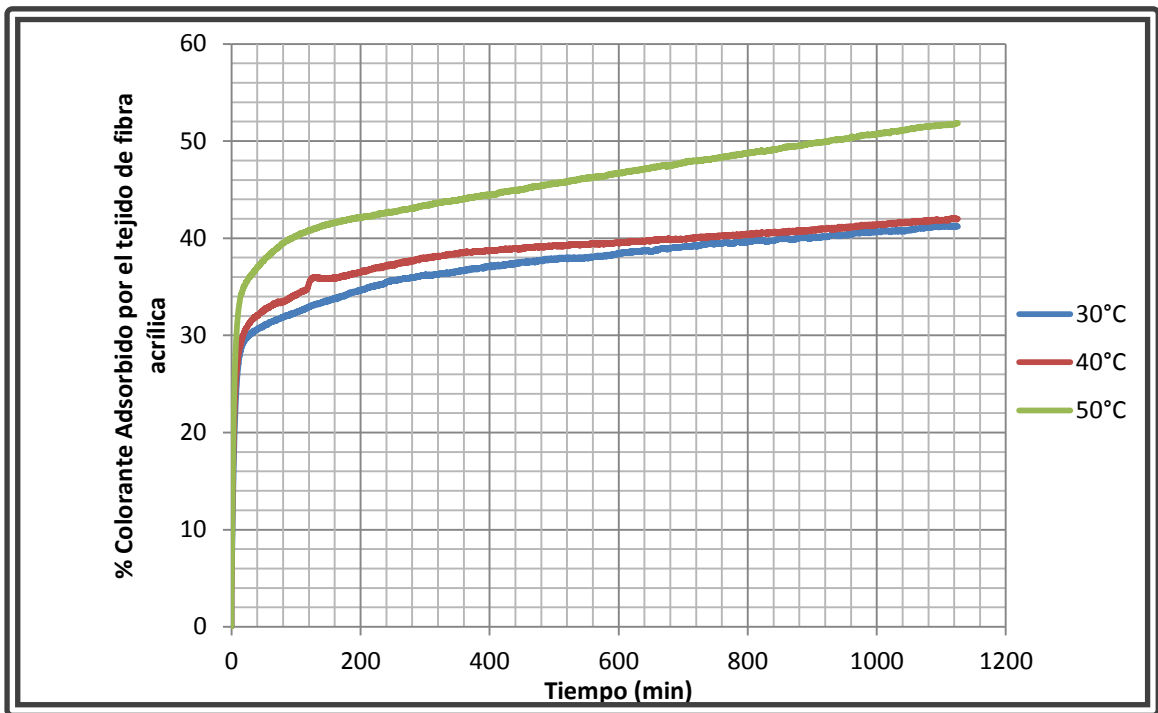


Figura 5. Cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica tratados con plasma y teñidos posteriormente a 30, 40 y 50°C.

A continuación se presenta de manera gráfica el comparativo del comportamiento del colorante (CI Basic Blue 3; 51004) durante las tinturas isotérmicas de tejidos de fibra acrílica sin tratamiento plasma y después del tratamiento en las figuras 6, 7 y 8 acompañado del comparativo de los resultados de los estudios cinéticos a las diferentes temperaturas sin tratamiento plasma y con tratamiento.

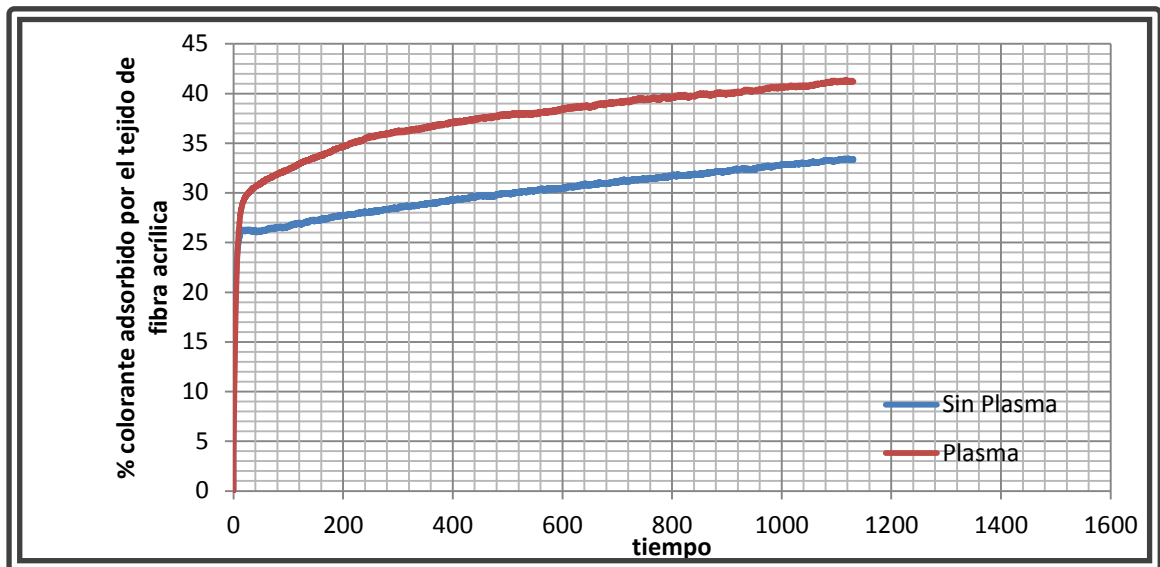


Figura 6. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 30 °C.

Para el estudio cinético registrado en continuo de la tintura de tejidos de fibra acrílica a 30 °C con y sin tratamiento con plasma se muestra una diferencia del 24.72 % es decir más adsorción de colorante en la muestras tratadas con plasma con respecto a las que no llevaron ningún tratamiento.

Los estudios cinéticos a 40 y 50 °C (figura 7 y 8) sin tratamiento y con tratamiento mostraron la misma tendencia que el estudio a 30 °C, lo cual confirma el hecho de que el tratamiento con plasma contribuye a una mayor adsorción de colorante.

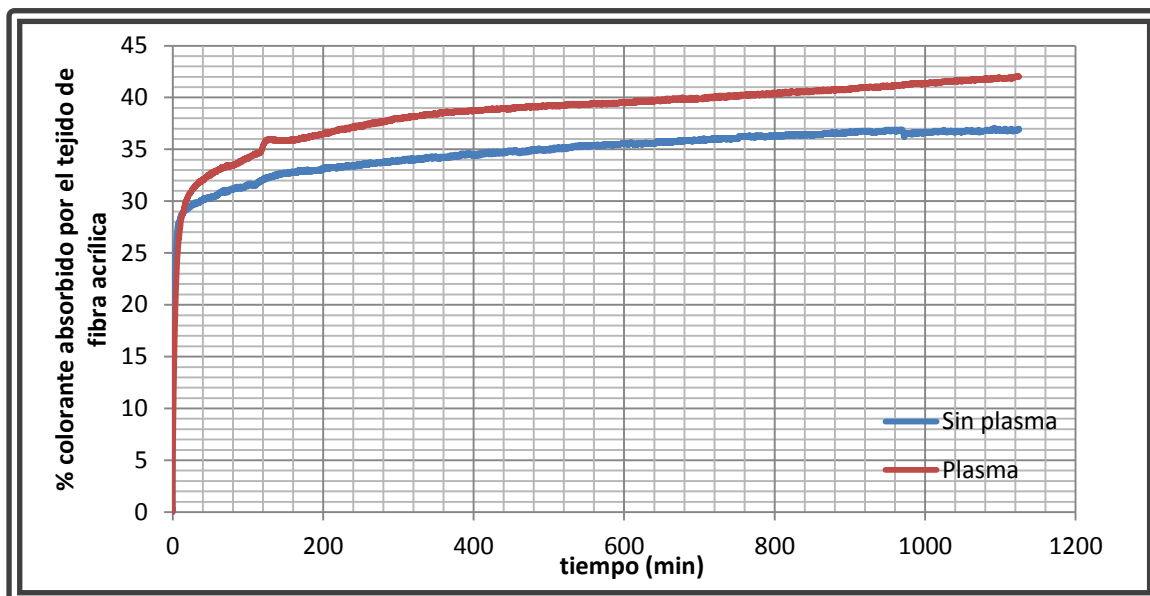


Figura 7. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 40 °C.

En la figura 7 se presenta la cinética de tintura del colorante (CI Basic Blue 3; 51004), a 40 °C arrojando una diferencia del 11.52 % de colorante adsorbido entre el pre-tratamiento con plasma y las porciones de tejido sin tratamiento.

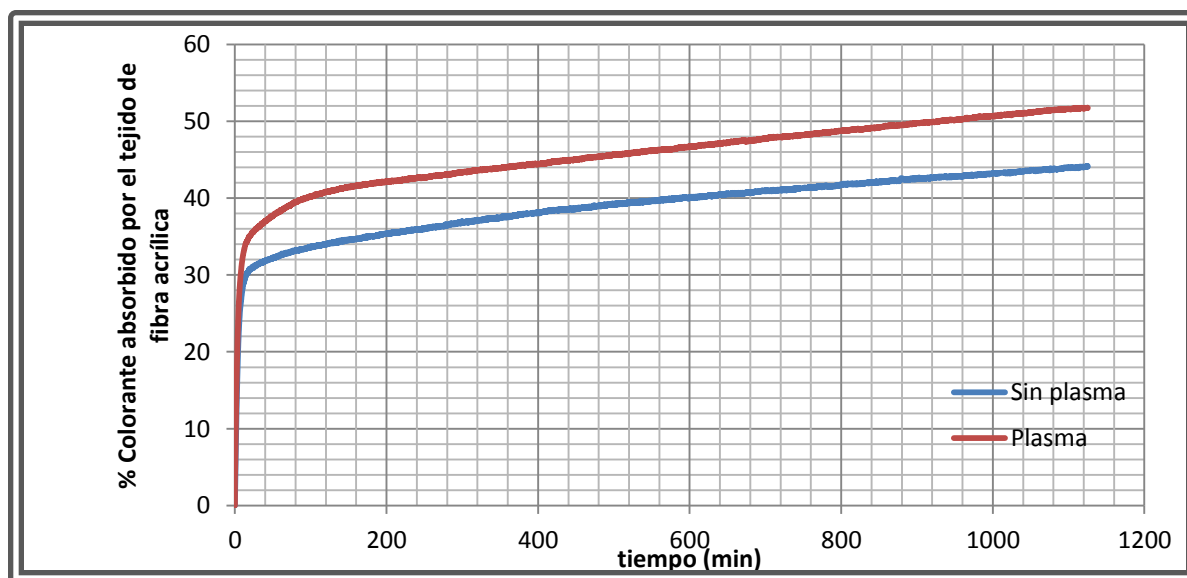


Figura 8. Comparativo de la cinética de tintura de tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento plasma teñidos posteriormente a 50 °C.

En la figura 8 el incremento de adsorción de colorante es del 18.6 % es decir, más adsorción de colorante (CI Basic Blue 3; 51004) en los tejidos tratados con plasma de aire.

En las figuras 6, 7 y 8 se observa que en el tiempo de 1200 minutos las pendientes obtenidas para las muestras tratadas con plasma son mayores con respecto a las que no fueron tratadas con plasma.

*Tabla 2. Porcentaje de colorante adsorbido al final del ensayo vs porcentaje de colorante en el baño*

| Muestra    | % Colorante absorbido durante la tintura | % Colorante en el en el baño | Diferencia Porcentual (%) de colorante absorbido durante la tintura |
|------------|--|------------------------------|---|
| <b>30N</b> | 35.6                                     | 64.4                         | 24.72 %   |
| <b>30P</b> | 44.4                                     | 55.6                         |   |
| <b>40N</b> | 38.2                                     | 61.8                         | 11.52 %   |
| <b>40P</b> | 42.6                                     | 57.4                         |   |
| <b>50N</b> | 47.05                                    | 52.95                        | 18.60 %   |
| <b>50P</b> | 55.8                                     | 44.2                         |   |

En la tabla 2 se muestran de forma numérica los resultados presentados en los gráficos presentados anteriormente, obteniendo los porcentajes de colorante adsorbido durante los ensayos de tinturas isotérmicas, así como el porcentaje de colorante que quedo en el baño residual al terminar la etapa de tintura.

Con estos resultados, se concluye el hecho de que al finalizar el proceso de tintura; los tejidos tratados por plasma adsorben más cantidad de colorante, comprobando que para el caso de las tinturas a 30 °C los tejidos de fibra acrílica tratados con plasma adsorben un 24.72 % más de colorante con respecto a los no tratados, mientras que en las tinturas a 40 y 50 °C los tejidos tratados con plasma adsorben 11.52% y 18.60 % más colorante respectivamente.

Para representar la evolución de la velocidad de tintura, durante intervalos de tiempo de tintura; se realizaron gráficos representativos de esta disminución; en los cuales nuevamente se hace un comparativo entre las muestras sin tratamiento y con tratamiento con plasma de aire.

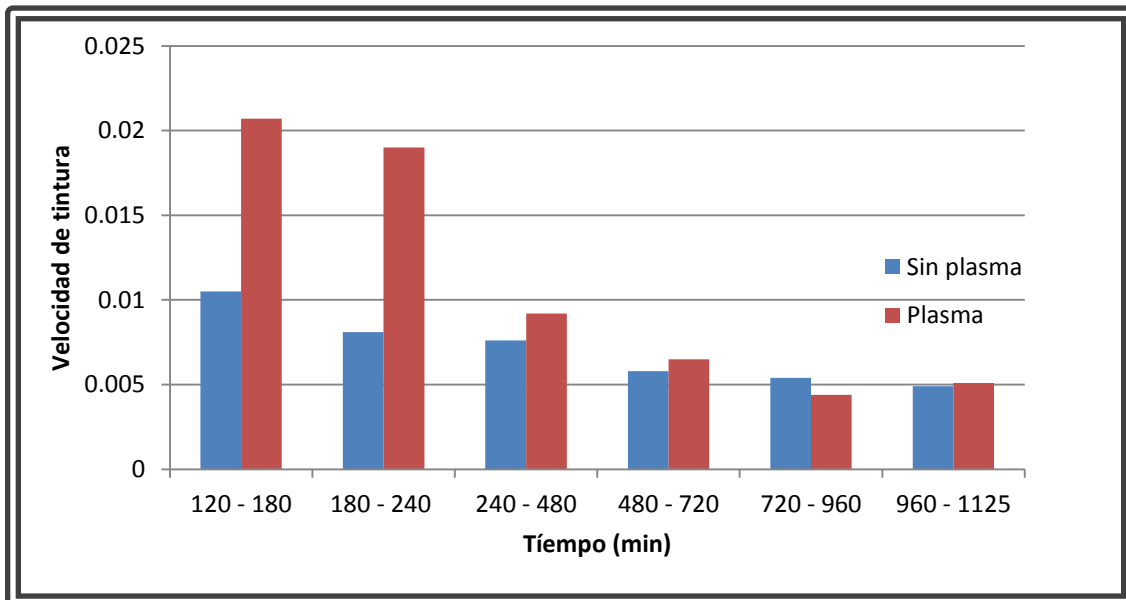


Figura 9. Velocidad de tintura a 30 °C.



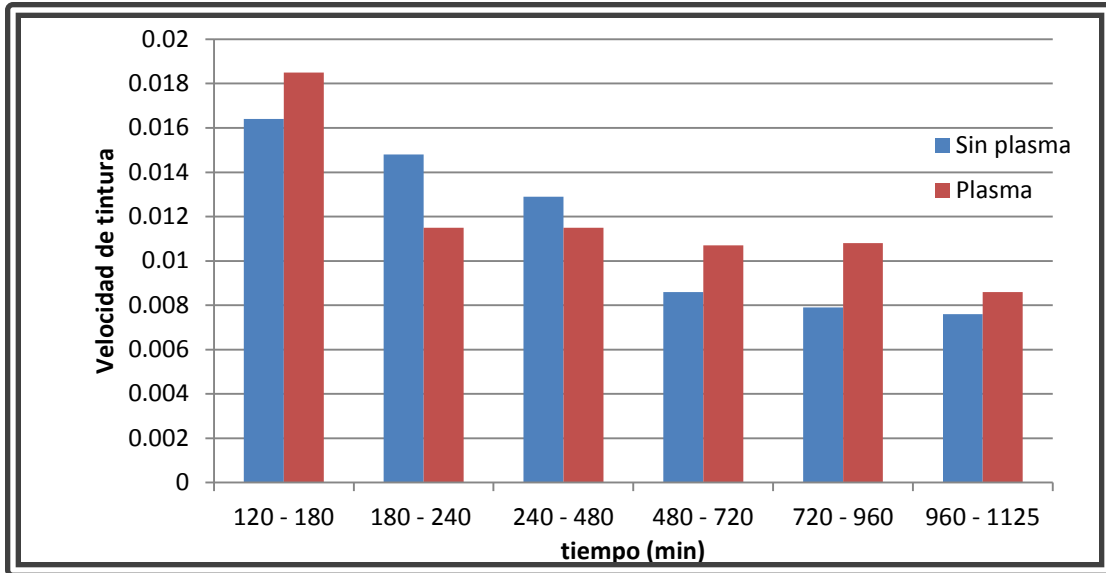


Figura 11. Velocidad de tintura a 40 °C.

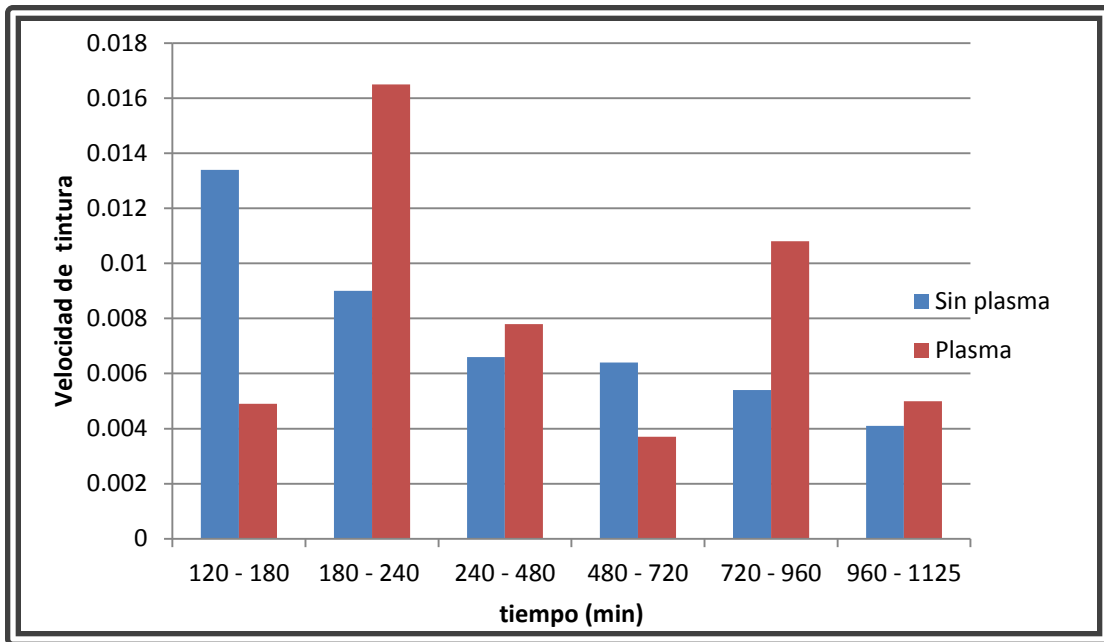


Figura 10. Velocidad de tintura a 50 °C.

En las figuras 9, 10 y 11 se reporta la evolución de la velocidad de tintura (CI Basic Blue 3; 51004) a lo largo de los ensayos a tres temperaturas diferentes sin tratamiento con plasma y con tratamiento con plasma. El objetivo de estos gráficos es mostrar la adsorción de colorante (CI Basic Blue 3; 51004) en el

tejido de fibra acrílica durante los procesos de tintura. En todos los casos, se aprecia una disminución normal de la velocidad de tintura al acercarse el sistema físico al estado de equilibrio. Sin embargo; se nota que la velocidad de adsorción de colorante es mayor a lo largo del tiempo del ensayo para los tejidos tratados con plasma. Los tejidos de fibra acrílica tratados por plasma siguen con una velocidad de tintura mayor al final de los ensayos, indicando que se consigue el estado asintótico primero para los tejidos no tratados.

## **5.2 Colorimetría**

Se realizó medición de grado de blanco a todas las porciones de tejido de fibra acrílica antes de llevarse a cabo tanto el proceso de tintura como el tratamiento con plasma, para detectar en que partes del proceso hay cambios en la tonalidad de los tejidos.

A partir de los datos obtenidos de la prueba de colorimetría se pudieron llevar a cabo los cálculos mencionados en el capítulo 2.2.

Todas las porciones de tejido fueron medidas por colorimetría para obtener grado de blanco y porcentaje de remisión. Se hicieron cinco replicados de la misma medida para controlar la fiabilidad de los resultados. El grado de blanco y el porcentaje de remisión de los tejidos de fibra acrílica fueron de 74.23 % y 71.98 % respectivamente.

En la tabla 3 se presentan los resultados de grado de blanco y porcentaje de remisión (presentados en las ecuaciones del capítulo 2.2 de las muestras que fueron llevadas al tratamiento con plasma.

Tabla 3. Resultados de grado de blanco

| Muestra | Tejido sin tratamiento |            |                                      | Tejido con 28 segundos plasma |            |                                      | (K/S) corregido |
|---------|------------------------|------------|--------------------------------------|-------------------------------|------------|--------------------------------------|-----------------|
|         | Grado de blanco        | % Remisión | (K/S) <sub>w</sub> <sup>640 nm</sup> | Grado de blanco               | % Remisión | (K/S) <sub>p</sub> <sup>640 nm</sup> |                 |
| 30P     | 73.40                  | 71.84      | 0.7185                               | 74.0500                       | 71.8200    | 0.0553                               | 0.0001          |
| 40P     | 73.60                  | 71.96      | 0.0546                               | 73.9000                       | 71.8400    | 0.0552                               | 0.0006          |
| 50P     | 74.75                  | 71.97      | 0.0546                               | 74.5500                       | 71.9850    | 0.0545                               | 0.0000          |

Con el dato obtenido de K/S corregido (capítulo 2.2), el cual no registra un cambio de valor significativo, se concluye el hecho de que si existiera una mejora en cuanto a la intensidad de color del tejido con tratamiento plasma con respecto al tejido que no recibió tratamiento con plasma, ésta variación no sería un indicativo de un cambio en grado de blanco del tejido después del tratamiento plasma; en la tabla 4 se puede observar el incremento porcentual del orden de 0.33 % en el grado de blanco del plasma.

Tabla 4. Incremento porcentual de grado de blanco

| Grado de blanco | Tejido sin tratamiento | Tejido con 28 s (plasma) | Diferencia porcentual |
|-----------------|------------------------|--------------------------|-----------------------|
|                 |                        | 73.91                    | 74.16                 |

En la tabla 5 se encuentran los resultados de las K/S corregido (llamado así porque se obtiene de la diferencia que existen entre el cambio de intensidad de color del tejido teñido con respecto al tejido lavado) dato con el cual se observa

el valor de intensidad de color para las muestras después de la tintura y después del proceso de lavado.

Tabla 5. Resultados de K/S a 640 nm

| Muestra    | Muestra teñida |                                  | Muestra lavada |                                  |
|------------|----------------|----------------------------------|----------------|----------------------------------|
|            | % Remisión     | (K/S) <sup>640nm</sup> corregido | % Remisión     | (K/S) <sup>640nm</sup> corregido |
| <b>30N</b> | 29.32          | 0.7985                           | 36.4645        | 0.4991                           |
| <b>30P</b> | 28.84          | 0.8237                           | 35.1758        | 0.5431                           |
| <b>40N</b> | 27.27          | 0.9150                           | 32.7186        | 0.6371                           |
| <b>40P</b> | 27.83          | 0.8803                           | 32.2660        | 0.6558                           |
| <b>50N</b> | 25.06          | 1.0661                           | 29.4221        | 0.8470                           |
| <b>50P</b> | 27.14          | 0.9249                           | 31.0906        | 0.7094                           |

Con los resultados obtenidos en la tabla 5 se deduce que mientras que la  $(K/S)^{640nm}$  corregido de las muestras que fueron tratadas con plasma y posteriormente teñidas a 30 y 40 °C es mayor en el orden de 8.80 y 2.92 %, esto no tiene el mismo comportamiento para las muestras que fueron tratadas y teñidas posteriormente a 50 °C, ya que para este caso la  $(K/S)^{640nm}$  corregido de las muestras sin tratamiento plasma es 10.44 % mayor que la que tiene tratamiento con plasma.

Tabla 6. Diferencia porcentual de K/S entre tejidos con y sin tratamiento plasma

| Temperatura (°C) | S/Plasma | C/Plasma | Diferencia % |
|------------------|----------|----------|--------------|
| 30               | 0.4991   | 0.5431   | 8.80 %       |
| 40               | 0.6371   | 0.6558   | 2.92 %       |
| 50               | 0.7921   | 0.7094   | -10.44 %     |

En la tabla 6 se muestra la diferencia porcentual entre los valores de K/S corregido de los tejidos con tratamiento plasma y los que no recibieron el tratamiento.

Para cada estudio cinético se obtuvieron diferencias significativas de los valores de (K/S) corregido. Sin embargo estos resultados mostraron un cambio de tendencia; los resultados de (K/S) corregidos en las tinturas a 30 y 40 °C fueron mayores para las muestras de tejidos tratados con plasma, presentando una diferencia porcentual de 8.80 y 2.92 %, lo cual indica una mayor intensidad de color en las muestras tratadas con plasma con respecto a las muestras que no tuvieron ningún tratamiento.

### 5.3 Espectrofotometría UV-Visible

Los lavados fueron realizados de acuerdo a los detalles experimentales presentados en el capítulo 4.4, y los baños residuales resultantes del proceso de lavado fueron caracterizados mediante la técnica de espectrofotometría UV-visible con el equipo *Shimadzu UV-1800*. Para la determinación de la concentración de colorante en los baños se trabajó a la longitud de onda de 654 nm correspondiente al pico de máxima absorbancia del espectro general del colorante en el medio de dispersión.

Los resultados de la concentración de colorante en los baños residuales del primer jabonado se presentan en la tabla 7 muestran la cantidad de colorante (CI Basic Blue 3; 51004) desprendido después del jabonado con detergente (Laventin EE-BL), a partir de las muestras acrílicas previamente teñidas siguiendo el proceso de lavado descrito en el capítulo 4. A partir de la cantidad desprendida se deduce el porcentaje de colorante (CI Basic Blue 3; 51004) que queda en el tejido después del jabonado.

*Tabla 7. Resultados obtenidos del baño residual de jabonado*

| <b>Muestra</b> | <b>Absorbancia</b> | <b>Concentración<br/>(mg.L<sup>-1</sup>)</b> | <b>% Colorante<br/>absorbido<br/>durante la<br/>tintura</b> | <b>Cantidad de<br/>colorante en<br/>tira<br/>(mg)</b> | <b>Colorante<br/>desprendido<br/>de tira<br/>(mg)</b> |
|----------------|--------------------|--|---|---|---|
| <b>30N</b>     | 0.3605             | 4.3127                                       | 35.60   | 2.9697  | 0.3450  |
| <b>30P</b>     | 0.3165             | 3.7934                                       | 44.40   | 3.7143  | 0.3035  |
| <b>40N</b>     | 0.3585             | 4.2900                                       | 38.20   | 3.1541  | 0.3432  |
| <b>40P</b>     | 0.2717             | 3.2651                                       | 42.60   | 3.5595  | 0.2612  |
| <b>50N</b>     | 0.2145             | 2.5898                                       | 47.05   | 3.8781  | 0.2072  |
| <b>50P</b>     | 0.1858             | 2.2513                                       | 55.80   | 4.6587  | 0.1801  |

En la tabla 7 se observan los resultados de la cantidad de colorante que fue desprendido de cada tira después del jabonado, concluyendo de esto que para los tejidos que fueron teñidos a 30 °C se desprende un 12.02 % más de colorante de la tira que no fue tratada. Para el caso de los tejidos que fueron teñidos a 40 y 50 °C, también se observa que la cantidad de colorante

desprendido de las tiras que no fueron tratadas con plasma es mayor que la cantidad que se desprende de las tiras que si recibieron el tratamiento con plasma, teniendo una diferencia porcentual de 23.89 y 13.07 % respectivamente.

Posteriormente fueron realizados cinco aclarados, para determinar la cantidad de colorante que se queda fijada en cada tira después del lavado y los aclarados.

*Tabla 8. Resultados de total de colorante en tejidos después del quinto aclarado*

| Muestra    | Peso de muestra después del lavado (mg) | Cantidad de colorante por tira (mg) | Relación cantidad de colorante/peso tira (mg/g) | Total de colorante desprendido de la tira (mg) | Relación cantidad liberada/peso de la tira (mg/g) | Relación cantidad de colorante/peso de la tira (mg/g) | Diferencia porcentual entre P Y N (%) |
|------------|---|-------------------------------------|---|--|---|---|---------------------------------------|
| <b>30N</b> | 8.9595                                  | 2.9697                              | 0.3315  | 0.8479   | 0.0946  | 0.2368  | 40.31                                 |
| <b>30P</b> | 8.9475                                  | 3.7143                              | 0.4151  | 0.7412   | 0.0828  | 0.3323  |                                       |
| <b>40N</b> | 8.865                                   | 3.1541                              | 0.3558  | 0.8106   | 0.0914  | 0.2643  | 23.21                                 |
| <b>40P</b> | 8.865                                   | 3.5595                              | 0.4015  | 0.6720   | 0.0758  | 0.3257  |                                       |
| <b>50N</b> | 8.96                                    | 3.8781                              | 0.4328  | 0.5212   | 0.0582  | 0.3747  | 23.18                                 |
| <b>50P</b> | 9.11                                    | 4.6587                              | 0.5114  | 0.4544   | 0.0499  | 0.4615  |                                       |

En la tabla 8 se muestran los resultados al finalizar los cinco aclarados, para las tres tinturas isotérmicas. Se puede observar que las tiras de tejido de fibra acrílica tratadas con plasma retienen mayor cantidad de colorante que las tiras que no recibieron el tratamiento. En los tres casos, todas las muestras de

tejidos de fibra acrílica tratadas con plasma liberan menor cantidad de colorante que las muestras de tejido que no fueron tratadas.

De acuerdo al cálculo de las ecuaciones 3, 4 y 8, se puede obtener la tabla 9 con los datos de: agotamiento de colorante en el baño (% E), determinación del grado de fijación del colorante sobre la fibra (% F) y la eficiencia global de fijación del colorante (% T).

*Tabla 9. Resultados de grado de fijación del colorante sobre la fibra, eficiencia global de fijación de colorante.*

| Muestra    | %E    | %F    | %T    |
|------------|-------|-------|-------|
| <b>30N</b> | 64.40 | 62.72 | 40.44 |
| <b>30P</b> | 55.60 | 65.89 | 36.63 |
| <b>40N</b> | 61.80 | 69.63 | 43.03 |
| <b>40P</b> | 57.40 | 74.49 | 42.75 |
| <b>50N</b> | 52.95 | 74.29 | 39.33 |
| <b>50P</b> | 44.20 | 76.80 | 33.98 |

Estos resultados indican que, aun cuando la eficiencia global del colorante es mayor en los tejidos tratados con plasma, el porcentaje de fijación tiene un comportamiento contrario, lo que significa que en los tejidos no tratados con plasma existe un mayor porcentaje de fijación con respecto a los tejidos que fueron tratados por plasma. Para este caso es considerable mencionar que el efecto originado por el plasma es una mayor adsorción de colorante en los tejidos tratados con plasma; y es precisamente este efecto el que origina que



haya una mayor migración de colorante en los tejidos tratados con plasma y en consecuencia menor porcentaje de fijación.

#### 5.4 Evaluación de las propiedades de mojado

En la tabla 10 se muestra el comparativo en el aumento de las propiedades de mojado de los tejidos de fibra acrílica después del tratamiento con plasma.

*Tabla 10. Control de repetividad del ensayo de propiedades de mojado*

| Muestra      | No tratado<br>tiempo de<br>absorción (s) | Tratamiento con<br>plasma corona<br>de 7 s (s) | Tratamiento con<br>plasma corona<br>de 28 s (s) |
|--------------|--|--|---|
| 1            | 66.6                                     | 17.5   | 9.7   |
| 2            | 72                                       | 17   | 8.1   |
| 3            | 71.4                                     | 16.4   | 8.5   |
| 4            | 70.2                                     | 16.9   | 10.9  |
| <b>Media</b> | 70.05                                    | 16.95  | 9.3   |

En la tabla 10, se puede observar el incremento de las propiedades de mojado principalmente en las muestras tratadas con plasma corona durante 28 segundos. Se puede observar que el tiempo de adsorción de gota de glicerina en un tejido acrílico previamente tratado con un tratamiento largo de plasma es 7 veces más rápido que para un tejido no tratado, y que a tratamiento corto de plasma (7 segundos), se absorbe la gota de glicerina 4 veces más rápido. Esto nos indica una mejora de las propiedades hidrofílicas de las fibras acrílicas al tratarlas con plasma atmosférico de aire.

Esta evolución de las propiedades de mojado ha de estar puesta en paralelo con los resultados de agotamiento de baño en el proceso de tintura. Al tener una fibra con mayor hidrofilia, se aumenta la hidrofilia y la afinidad del colorante con la fibra es mayor.

También se puede hacer notar que el tiempo de absorción de gota para estos tejidos es muy corto y que por este motivo se considera que tampoco es recomendable la prueba de medición de ángulos de contacto estático con glicerina, debido a que la gota se absorbe muy rápidamente.

### 5.5 Microscopia electrónica de barrido

Se llevó a cabo el estudio morfológico de las muestras de tejido de fibras acrílicas no tratadas y tratadas con plasma (28 s), siguiendo los detalles experimentales descritos en el capítulo 4.6. En las muestras de tejido analizadas, se puede observar el efecto de ablación que tiene el tratamiento con plasma sobre las mismas, logrando con esto la limpieza de sustancias de acabado.

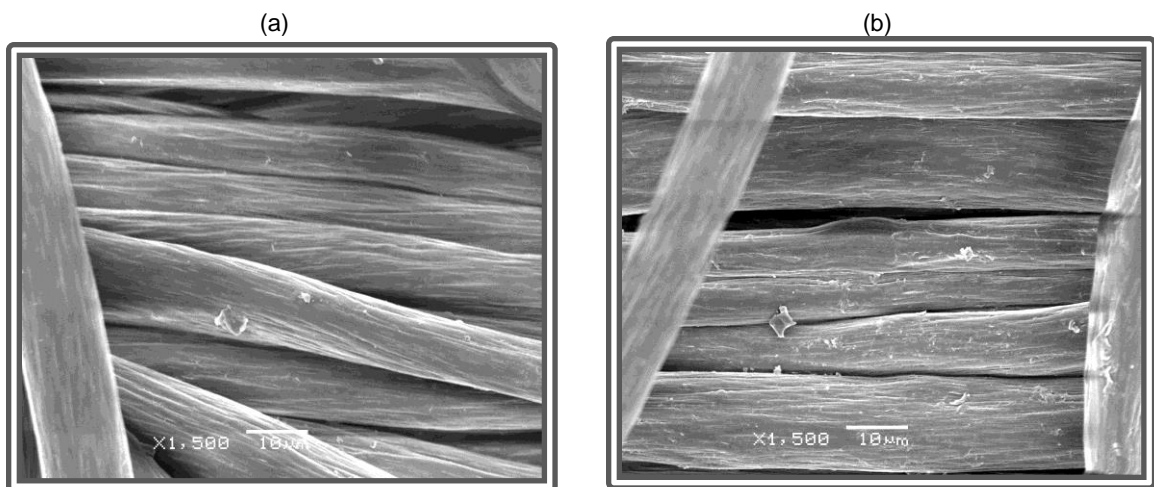


Figura 12. Micrografía de tejido de fibra acrílica. (a) Sin tratamiento plasma. (b) Con tratamiento plasma.

Siguiendo el mismo filamento en cuanto al tejido tratado y al no tratado por plasma, se utilizó la microscopia electrónica para estudiar la influencia del tratamiento de plasma en la morfología de las fibras acrílicas, sin embargo morfológicamente no existen cambios en la superficie del tejido que puedan explicar por qué la adsorción de colorante en los ensayos de tintura es mayor en los tejidos tratados con plasma; en esta situación se propone la utilización de otra técnica de caracterización (XPS), para demostrar que la mejora de capacidad de absorción está ligada a la formación de grupos funcionales originados por la incidencia del plasma en el tejido como grupos oxígenos, carboxilos [40].

En las micrografías (figura 13) se observa la presencia de cráteres causados por el tratamiento por plasma, alrededor de los cuales se observan fibras fundidas, es esta situación una de las causas del por qué las muestras no tratadas con plasma tienen una menor capacidad de adsorción de colorante al final de la tintura, en este trabajo de investigación no se llegó a explicación que determine el por qué se presenta este comportamiento, motivo por el cual se propone para estudios posteriores.

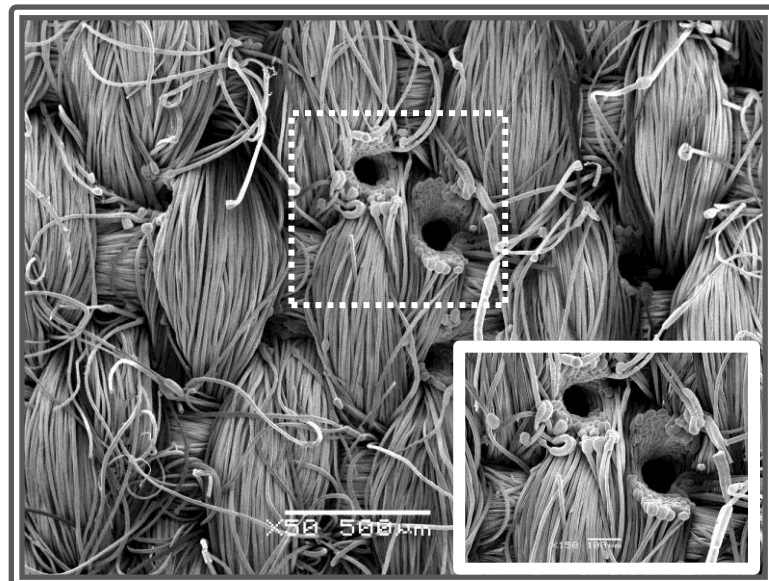


Figura 13. Cráteres formados por el tratamiento con plasma durante 28 segundos.

El tratamiento por plasma ha de ser un compromiso entre la eficiencia de la mejora de adsorción del colorante y de la preservación de la integridad del tejido, motivo por el cual se considera recomendable analizar el tejido por medio de pruebas mecánicas y verificar que no haya una disminución de propiedades mecánicas del tejido de fibra acrílica.

## 5.6 Corte de secciones transversales

Para comprobar la adsorción del colorante en la superficie de los tejidos de fibra acrílica se hicieron cortes transversales y se observaron por microscopía óptica. En la figura 14 se puede observar la difusión anular del colorante en la superficie de la fibra.

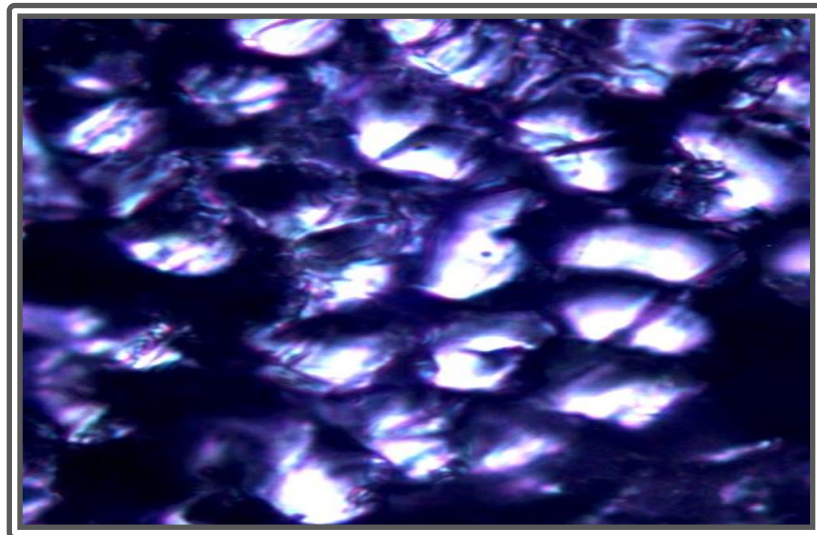


Figura 14. Corte transversal de tejidos de fibra acrílica teñidos.

Sin embargo, la cuantificación de la profundidad de penetración del colorante dentro de la fibra acrílica no se pudo llevar a cabo por los límites físicos de los equipos utilizados.

Para remediar estos problemas y hacer una correlación entre el colorante adsorbido por las fibras, los datos de reflectancia en la superficie y la

profundidad de adsorción del colorante por las fibras, se decidió realizar la disolución de las fibras acrílicas en DMF, considerando en todo momento para el análisis de los resultados que estábamos en presencia de tintura anular.

### 5.7 Determinación de la absorbancia de la disolución de la fibra acrílica teñida

Se llevó a cabo la determinación de la absorbancia de la disolución en DMF de la fibra acrílica teñida y lavada por medio de espectrofotometría UV-Vis para cuantificar la cantidad de colorante dentro de la fibra después de los procesos de tintura y de lavados y correlacionarlo con los ensayos anteriores.

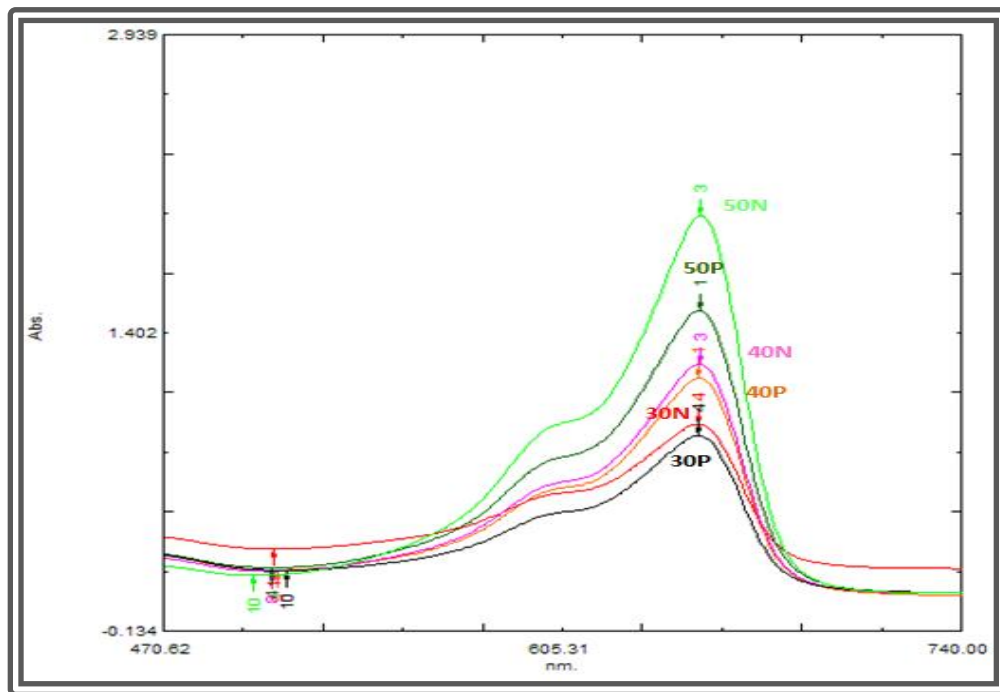


Figura 15. Espectrofotometría UV- Vis de los tejidos de fibra acrílica disueltos en DMF.

La figura 15 muestra los espectros de absorbancia de cada muestra de tejido de fibra acrílica disuelto en DMF, los valores se absorbancia a 651 nm

correspondiente al pico de máxima intensidad de absorción se reportan en la tabla presentada a continuación.

*Tabla 11. Resultados de Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF*

| Nombre de la muestra | Absorbancia a 651 nm | Diferencia Porcentual |
|----------------------|----------------------|-----------------------|
| <b>30N</b>           | 0.9310               | -2.1912 %             |
| <b>30P</b>           | 0.9106               |                       |
| <b>40N</b>           | 1.2110               | -4.7894 %             |
| <b>40P</b>           | 1.1530               |                       |
| <b>50N</b>           | 2.0140               | -24.9752 %            |
| <b>50P</b>           | 1.5110               |                       |

En los resultados de absorbancia de las tres tinturas isotérmicas se aprecia que las muestras disueltas en DMF que no fueron tratadas con plasma tienen una mayor concentración de colorante incorporada a la fibra con respecto a las muestras que fueron tratadas por plasma.

Se llevó a cabo un comparativo entre los resultados obtenidos de absorbancia de las muestras de fibra acrílica disueltas en DMF y los valores de (K/S) corregidos obtenidos del análisis de colorimetría, los cuales se presentan en la tabla 12.

Tabla 12. Comparativo de resultados entre (K/S) corregido a 640 nm vs Absorbancia a 651 nm

| Muestra | (K/S) <sup>640nm</sup> corregido | Absorbancia a 651 nm |
|---------|----------------------------------|----------------------|
| 30N     | 0,4991                           | 0,931                |
| 30P     | 0,5431                           | 0,9106               |
| 40N     | 0,6371                           | 1,211                |
| 40P     | 0,6558                           | 1,153                |
| 50N     | 0,847                            | 2,014                |
| 50P     | 0,7094                           | 1,511                |

Con estos resultados se efectuó una gráfica de (K/S) corregido a 640 nm vs absorbancia a 651 nm de muestras disueltas en DMF, representada en la figura 28.

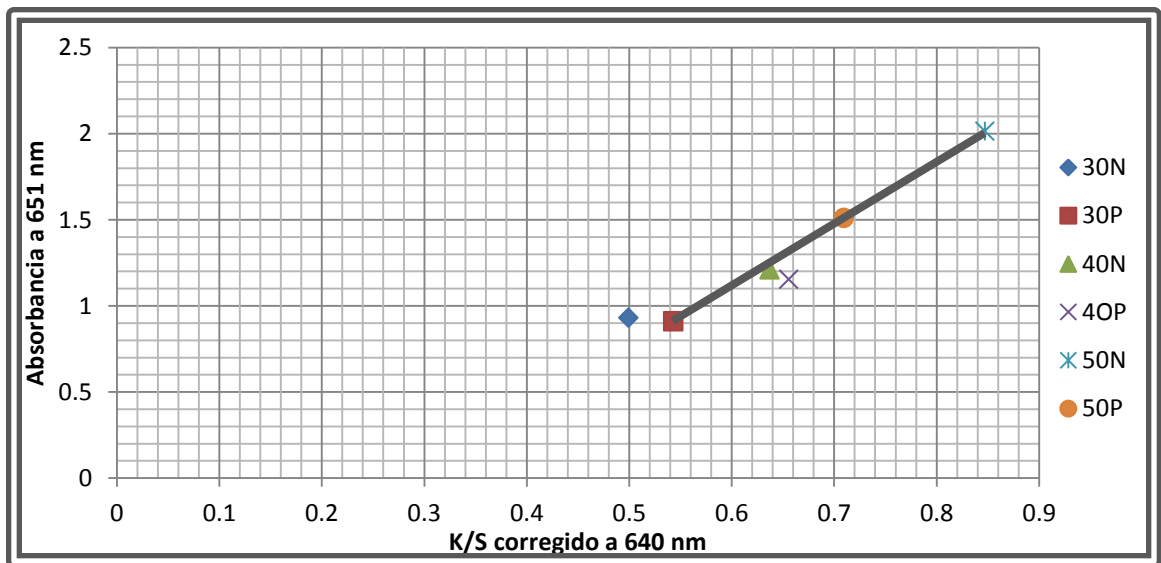


Figura 16. Gráfico de (K/S) corregido vs Absorbancia a 651 nm de fibra acrílica disuelta en DMF.

En la figura 16 se observa una excelente correlación lineal entre los valores de (K/S) corregidos de los tejidos teñidos y lavados, respecto a la cantidad total de colorante en la fibra. La correlación entre ambos parámetros está representada por la recta de regresión lineal de la ecuación:  $\text{Absorbancia} = 3.2675 \times (\text{K/S})_{\text{corr.}} - 0.8308$  con un coeficiente de correlación de 0.9407, lo cual demuestra el rigor de los resultados experimentales.

En la tabla 13 se muestran los resultados tabulados del porcentaje de colorante adsorbido durante la tintura respecto a la absorbancia a 651 nm de la fibra acrílica disuelta en DMF.

*Tabla 13. Porcentaje absorbido a final del ensayo de tintura vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF*

| Muestra | % Colorante absorbido durante la tintura | Absorbancia a 651 nm |
|---------|--|----------------------|
| 30N     | 35.6                                     | 0.931                |
| 30P     | 44.4                                     | 0.9106               |
| 40N     | 38.2                                     | 1.211                |
| 40P     | 42.6                                     | 1.153                |
| 50N     | 47.05                                    | 2.014                |
| 50P     | 55.8                                     | 1.511                |

La tabla 13 fue graficada para observar de mejor manera la tendencia de estos resultados en una gráfica por puntos porcentuales de colorante adsorbido



durante el ensayo de tintura respecto a la absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.

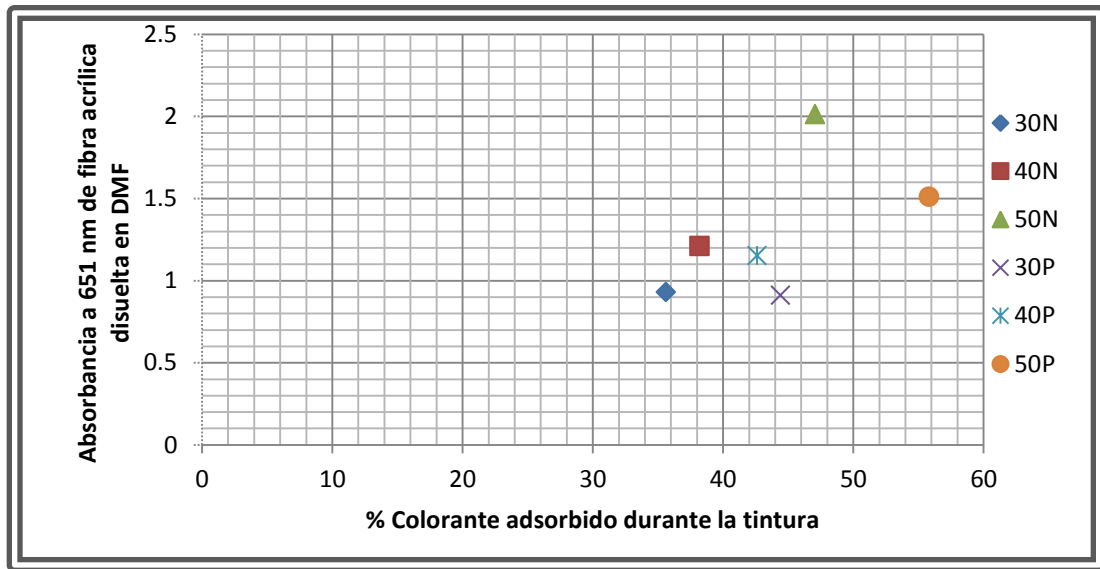


Figura 17. Gráfico de porcentaje de colorante adsorbido al final del ensayo de tintura vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.

En la figura 17 se presenta el gráfico de porcentaje de colorante adsorbido durante la tintura respecto a la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorbancia de 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.

En la tabla 14 se tabuló el porcentaje de fijación de colorante en el tejido de fibra acrílica después del lavado respecto a la absorbancia a 651 nm de fibra acrílica disuelta en DMF, lo cual se representa gráficamente en la figura 30 en donde se muestra la tendencia del porcentaje de fijación para los tejidos tratados y no tratados.

Tabla 14. Tabulación del porcentaje de fijación de colorante en tejidos de fibra acrílica lavados respecto a la absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.

| Muestra | % F   | Absorbancia a 651 nm |
|---------|-------|----------------------|
| 30N     | 62.72 | 0.931                |
| 30P     | 65.89 | 0.9106               |
| 40N     | 69.63 | 1.211                |
| 40P     | 74.49 | 1.153                |
| 50N     | 74.29 | 2.014                |
| 50P     | 76.80 | 1.511                |

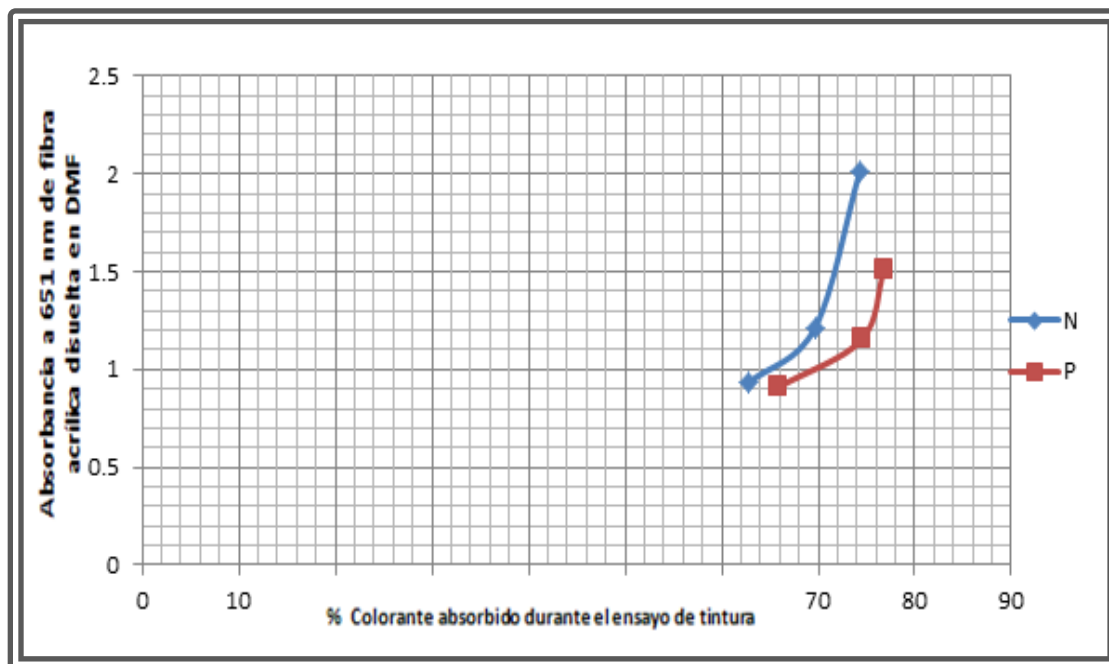


Figura 18. Gráfico de porcentaje de fijación de colorante en tejidos de fibra acrílica después de lavado vs Absorbancia a 651 nm de la disolución de fibra acrílica en DMF.

Se graficó en la figura 18 el porcentaje de colorante adsorbido al final del ensayo de tintura con respecto a la absorbancia a 651 nm de fibra acrílica en DMF, con base en este gráfico se concluye el hecho de que a mayor adsorción de colorante al final del ensayo de tintura existe una mayor fijación del colorante en los tejidos de fibra acrílica.

## 5.8 Espectroscopia de fotoelectrones generados por Rayos X (XPS)

Se estudió la composición química relativa en la superficie de los tejidos de fibra acrílica con y sin tratamiento por plasma, por medio de XPS llevado a cabo (en Universitat Politècnica de Catalunya. Departamento de Ingeniería Textil y Papelera con el apoyo técnico de Cédric LABAY. Técnico de grado superior - Personal de soporte a la recerca en la UPC y Doctorando en la UPC de Terrassa). En éste análisis representado en las tablas 15 y 16 se observó un incremento en el porcentaje de nitrógeno y principalmente de oxígeno en las muestras tratadas con plasma lo cual origina sitios de enlace en la superficie de las fibras acrílicas.

*Tabla 15. Muestras de tejidos de Fibra Acrílica no tratados*

| Compuesto   | Replicado 1 (%) | Replicado 2 (%) | Replicado 3 (%) | Promedio (%) |
|-------------|-----------------|-----------------|-----------------|--------------|
| <b>O1s</b>  | 13.9            | 11.1            | 11.9            | 12.3         |
| <b>N1s</b>  | 9.6             | 9.1             | 10.0            | 9.6          |
| <b>Si2p</b> | 1.4             | 1.9             | 0.6             | 1.3          |
| <b>C1s</b>  | 75.1            | 78.0            | 77.5            | 76.87        |

*Tabla 16. Muestras de tejido de Fibra Acrílica tratados con plasma*

| Compuesto   | Replicado 1 (%) | Replicado 2 (%) | Replicado 3 (%) | Promedio (%) |
|-------------|-----------------|-----------------|-----------------|--------------|
| <b>O1s</b>  | 23.8            | 22.3            | 23.0            | 23.03        |
| <b>N1s</b>  | 12.2            | 12.5            | 14.8            | 13.17        |
| <b>Si2p</b> | 3.0             | 3.8             | 1.5             | 2.77         |
| <b>C1s</b>  | 61.0            | 61.4            | 60.7            | 61.03        |

Tabla 17. Comparativo de muestras con y sin tratamiento plasma

| Compuesto | Muestras sin tratar | Muestras tratadas con plasma | Diferencia Porcentual (%) |
|-----------|---------------------|------------------------------|---------------------------|
| O1s       | 12.3                | 23.03                        | + 10.73                   |
| N1s       | 9.6                 | 13.17                        | +3.57                     |
| Si2p      | 1.3                 | 2.77                         | +1.47                     |
| C1s       | 76.87               | 61.03                        | - 15.84                   |

El tratamiento largo con plasma de baja temperatura (28 s) origina la formación de cráteres en la superficie del tejido; llegando a fundir algunos de los filamentos de éste, por lo cual es recomendable profundizar en el estudio de los cambios positivos o negativos que puede sufrir el material debido a la presencia de estos microcráteres. La elección de las condiciones de plasma tiene que ser un compromiso entre el rendimiento que puede aportar el tratamiento con plasma a nivel de adsorción de colorante en el proceso de tintura y la integridad física de la muestra. Es importante mencionar que si el tratamiento con plasma originara una disminución de propiedades mecánicas del material se puede realizar un tratamiento más corto logrando de igual manera la mejora de las propiedades de mojado e incrementando el agotamiento de baño en el proceso de tintura sin afectar físicamente la fibra acrílica.

El uso del plasma en los tejidos de fibra acrílica antes del proceso de tintura origina una mayor adsorción de colorante en la etapa de tintura, independientemente de la temperatura a la cual se lleve el proceso. Es evidente que, conforme se incrementa la temperatura dentro del rango de trabajo limitado por la temperatura de transición vítrea para evitar cambios en el tejido, el tejido adsorbe más colorante. Sin embargo Puesto que, esto se comprueba de acuerdo a los resultados obtenidos de la disolución de fibra acrílica en DMF existe una mayor concentración de colorante adsorbido en las muestras que no fueron tratadas con plasma.

Por otro lado, haciendo un comparativo en cuanto a los tejidos que fueron llevados al proceso de tintura a 30 y 40 °C se puede concluir que los tejidos

tratados con plasma y posteriormente teñidos a 30 °C absorben mayor cantidad de colorante que los tejidos que se llevaron al proceso de tintura a 40 °C sin tratamiento plasma, éste resultado podría ser una herramienta interesante a nivel industrial, debido a que se estaría utilizando menos energía por el hecho de trabajar a una temperatura próxima a la temperatura ambiente y obtener una mayor absorción resultados de absorción de colorante.

La aparición de los cráteres en la superficie origina la diferencia en la capacidad de adsorción de los tejidos de fibra acrílica pre-tratados con plasma con respecto a los no tratados.

En los resultados de XPS, el nitrógeno y el silicio en presencia del oxígeno están formando grupos binarios los cuales hacen más reactiva la superficie del tejido de fibra acrílica para reaccionar con el colorante. Estos resultados, llevan a lograr una importante aportación al sector industrial, debido a la disminución en el consumo de energía por el hecho de trabajar a una temperatura próxima a la temperatura ambiente, así como a la utilización de menor cantidad de colorante logrando resultados óptimos de intensidad de color en los tejidos de fibra acrílica, resultados no reportados anteriormente en literatura.

## **CAPITULO 6**

### **CONCLUSION**

Se observó que el grado de blanco de los tejidos de fibra acrílica estudiados no se ve afectado por causa del tratamiento con plasma, por tanto la intensidad de color en los tejidos tratados con plasma con respecto a los no tratados no depende de una variación en el grado de blanco.

Hemos demostrado que, la fibra acrílica tratada con plasma adsorbe más colorante durante el proceso de tintura, por lo que, durante el proceso de lavado, cede más colorante al medio receptor, que la fibra no tratada, lo que supone que el colorante tiene más tendencia a quedarse en superficie de las fibras acrílicas con tratamiento por plasma. Esto concluye el hecho de que puede ser utilizada una menor concentración de colorante en el proceso de tintura de fibras tratadas con plasma para lograr una correcta intensidad de color, siendo este un factor positivo a nivel industrial debido al ahorro de colorante en los procesos de tintura.

Al aumentar la temperatura de tintura, se reducen los porcentajes de diferencia de colorante fijado después del lavado entre las muestras tratadas y sin tratar con plasma. Para evidenciar los efectos de un tratamiento plasma deben realizarse las tinturas a temperaturas próximas a la temperatura ambiente.

Topográficamente no existen cambios en la superficie del tejido que puedan explicar por qué la adsorción de colorante en los ensayos de tintura es mayor en los tejidos tratados con plasma; en esta situación lo que se puede proponer para seguir la línea de investigación y futuros ensayos es la utilización de otras técnicas de caracterización como la Espectroscopia de fotoelectrones emitidos

por Rayos X (XPS), para demostrar que la mejora de capacidad de adsorción está ligada a la formación de grupos funcionales originados por la incidencia del plasma en el tejido como grupos oxígenos, carboxilos, etc.

El incremento de nitrógeno y silicio en presencia del oxígeno están formando grupos binarios los cuales hacen más reactiva la superficie del tejido de fibra acrílica para interactuar con el colorante, ocasionando mayor retención del mismo en la superficie.

La excelente correlación obtenida entre los valores de absorbancia y de K/S confirma el rigor de las determinaciones experimentales.

## NOMENCLATURA

|                          |   |
|--------------------------|---|
| <b>% E</b>               | porcentaje de agotamiento   |
| <b>° C</b>               | grados centígrados  |
| <b>µL</b>                | microlitros   |
| <b>30N</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 30° C sin tratamiento plasma   |
| <b>30P</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 30° C con tratamiento plasma   |
| <b>40N</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 40° C sin tratamiento plasma   |
| <b>40P</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 40° C con tratamiento plasma   |
| <b>50N</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 50° C sin tratamiento plasma   |
| <b>50P</b>               | muestra de tejido de fibra acrílico sometida al proceso de tintura a 50° C con tratamiento plasma   |
| <b>A</b>                 | Absorbancia   |
| <b>CIELAB</b>            | Commission Internationale de l'Eclairage, International Commission on Illumination, Vienna, Austria, <a href="http://www.cie.co.at">www.cie.co.at</a> ) |
| <b>cm</b>                | centímetro  |
| <b>DMF</b>               | Dimetilformamida  |
| <b>g</b>                 | gramo   |
| <b>g / dtex</b>          | gramo / decitex   |
| <b>g / L</b>             | gramo / litro   |
| <b>g / m<sup>2</sup></b> | g / metro cuadrado  |
| <b>m<sup>2</sup></b>     | metro cuadrado  |
| <b>mV</b>                | mili voltio   |
| <b>nm</b>                | Nanómetro   |
| <b>Tg</b>                | Temperatura de transición vítrea  |



## GLOSARIO

**Adsorción:** Proceso de atracción de las moléculas o iones de una sustancia en la superficie de otra, siendo el tipo más frecuente el de la adhesión de líquidos y gases en la superficie de los sólidos.

**Azina:** Cada uno de los compuestos químicos heterocíclicos hexagonales de carácter aromático, caracterizados por presentar uno o varios átomos distintos entre los cuales necesariamente se encuentra el nitrógeno. Se obtiene por condensación de la hidrazona con un compuesto que presente radicales carbonilo.

**Azo:** Cualquiera de los numerosos compuestos aromáticos orgánicos que contienen el grupo cromóforo divalente  $-N=N-$ . Se forman por reducción alcalina de compuestos nitro.

**Cromóforo:** Parte o conjunto de átomos de una molécula responsable de su color. También se puede definir como una sustancia que tiene muchos electrones capaces de absorber energía o luz visible, y excitarse para así emitir diversos colores, dependiendo de las longitudes de onda de la energía emitida por el cambio de nivel energético de los electrones, de estado excitado a estado fundamental o basal.

**Dimetilformamida:** es un compuesto orgánico de fórmula  $(CH_3)_2N-CHO$ . Comúnmente abreviado como DMF (aunque este acrónimo también se usa a veces para el dimetilfurano), este líquido incoloro es miscible en agua y la mayoría de componentes orgánicos. El DMF es utilizado como disolvente para reacciones químicas.

**Filamento:** Hilo flexible o rígido

**Grado de blanco:** Cuantificación de la blancura de un textil

**Hidrófilo:** Absorbe fácilmente la humedad o el agua

**Potencial zeta:** describe la intensidad del campo eléctrico estático de la capa doble en el límite entre el grano y el fluido (plano de corte). Es utilizado para evaluar nano partículas

**Temperatura de transición vítrea:** En esa temperatura el polímero aumenta su densidad, dureza y rigidez, además su porcentaje de elongación disminuye de forma drástica. Punto intermedio de temperatura entre el estado fundido y el estado rígido del material.

**Tenacidad:** Máxima tensión que soporta un hilo sin romperse

**Tensoactivo:** Producto químico que se agrega a los detergentes para disminuir la tensión superficial para disminuir la fuerza de adhesión de las partículas a una superficie.

## REFERENCIAS

- [1] K. MM, «Ultrasonic assisted dyeing: dyeing of acrylic fabrics C.I. Astrazon Basic Red 5BL 200%,» *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 17, p. 92–97., 2010.
- [2] A. d. c. textiles, COLOUR INDEX., Third edition ed., vol. 5 , 1982, p. 1659 .
- [3] G. A, «Sonicator dyeing of modified acrylic fabrics with indicaxanthin natural dye,» *Industrial Crops and Products*, vol. 42, p. 63– 69, 2013.
- [4] M. T, «The effect of additives and mechanical agitation in surface modification of acrylic fibres by cutinase and esterase,» *Biotechnol. J.*, Vols. %1 de %21,, p. 842–849, 2006 .
- [5] W.-V. V. G. & C. K. W. Matamá T, «Using a nitrilase for the surface modification of acrylic fibres,» *Biotechnol. J.* , vol. 2, p. 353–360, 2007.
- [6] T. T. Kim MS, «Dimensional and Surface Properties of Plasma and Silicone Treated Wool Fabric,» *Text Res J*, vol. 72, p. 113, 2002.
- [7] R. HK, *Encyclopedia of Textile Finishing*, Springer, 2002.
- [8] C. K. Y. C. M. M. Kan CW, «The effect of low-temperature plasma on the chrome dyeing of wool fibre,» *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 82, pp. 122-126, 1998.
- [9] C. K. Y. C. M. M. Kan CW, «Surface properties of low-temperature plasma treated wool fabrics.,» *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 83, pp. 180-184, 1998.
- [10] N. S. L. M. U. H. K. M. Wakida T, « Dyeing properties of wool treated with low-temperature plasma under atmospheric pressure.,» *Text. Res. J.*, vol. 63, pp. 438-442, 1993.
- [11] T. W. e. al., «Effect of low-temperature plasma treatment on color of wool and nylon-6 Fabrics Dyed with natural dyes,» *Textile research journal*, vol. 68(11), pp. 848-853, 1998.
- [12] T. Y. H. Y. T. Okuno, «Effect of crystallinity of PET and nylon-66 fibers on plasma-etching and dyeability characteristics,» *Textile Res. J.*, vol. 62, pp. 474-480, 1992.

- [13] D. V. Z. V. a. M. M. U Cvelbar, «The influence of substrate material on bacteria sterilization in an oxygen plasma glow discharge,» *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 39, p. 3487 , 2006 .
- [14] M. M. U. C. N. K. a. S. M. D. Vujošević, «Optical emission spectroscopy characterization of oxygen plasma during degradation of Escherichia coli .,» *Appl. Phys.* , n° 101, p. 103305, 2007.
- [15] C. C. S. V. J. D. A. Ricard, «Transmission of Nitrogen Atoms through Porous Membranes for Nitrogen Flowing Post-Discharge Sterilization Processes,» *Plasma Processes and Polymers*, vol. 5, n° 9, p. 867–873, 2008.
- [16] C. A. Ricard, «Transmission of N atoms through PP membranes for Nitrogen flowing post-discharge sterilisation processes.,» *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 30, pp. 373-379 , 2010.
- [17] F. G. A. V. M. G.-C. P. E. J. E. C. Canal, «Topographical and Wettability Effects of Post-Discharge Plasma Treatments on Macroporous Polystyrene-Divinylbenzene Solid Foams.,» *Plasma Processes and Polymers* , vol. 10, n° 6, pp. 686-692, 2009.
- [18] R. A. E. P. C. Canal, « Effects of low temperature plasma on wool and wool/nylon blend dyed fabrics.,» *Fibres and Polymers*, vol. 3 , n° 9, pp. 293-300 , 2008.
- [19] R. Shishoo, «1996,» de *Proc. 6th Int Conf Text Coat & Lam*, Dusseldorf, Germany..
- [20] E. O. a. F. G. M. Morra, « Contact-angle hysteresis in oxygen plasma treated poly (tetrafluorethylene).,» *Langmuir*, n° 5, pp. 872-876, 1988.
- [21] V. H. Franklin R. Anderson, «Ion-Bombardment Etching of Synthetic Fibers,» *J. Appl. Phys.*, n° 31, p. 1516, 1960.
- [22] A. FR y V. Holland, «Ion-Bombardment Etching of Synthetic Fibers. II,» *J. Applied Physics*, p. 31:1516, 1960.
- [23] G. A. B. K. C. Brown, «Modifications of Textiles by Glow-discharge Reactions,» *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, vol. 88 , n° 3, p. 113–117, 1972.

- [24] M. G. H. T. T. Yasuda, «Effects on glow discharges on fibers and fabrics,» *J. Appl. Polymer Sci.* , nº 38, pp. 201-214, 1984.
- [25] B. K. Z. J. Rakowski W., «Changes in the whiteness of wool fabrics caused by low-temperature plasma treatment.,» *Prace-Instytutu-Włokiennictwa.* , nº 33, pp. 115-131, 1983.
- [26] O. M. B. K. Z. J. Rakowski W., « Plasma Treatment of Textiles - Potential Application and Future Prospects.,» *Melliand Textilberichte - Int. Textile Reports.* , nº 11, pp. 301-308, 1982.
- [27] D. J. K. K. W. T. Ryu J.M., «The Effect of Sputter Etching on the Surface Characteristics of Black-Dyed Polyamide Fabrics.,» *J. Soc. Dyers Color*, nº 108, pp. 278-282, 1992.
- [28] T. S. a. K. Wakida, «Dyeing Properties of Wool Treated with Low-Temperature Plasma Under Atmospheric Pressure,» *Textile Res. J.*, vol. 63(8), pp. 438-442., 1993.
- [29] e. a. Koo K., «Adhesive Properties of Plastic Films Treated with Sputter Etched of Low Temperature Argon Plasma.,» *Sen-i-Gakkaishi.* , nº 49, pp. 137-142., 1993.
- [30] e. a. Kobayashi S., «The Effect of Sputter Etching on the Surface Characteristics of Dyed Aramid Fabrics.,» *Journal of the Society of Dyers and Colourists.*, nº 111, pp. 72-76, 1995.
- [31] e. a. Kobayashi S., «Change in Color of Dyed Aramid Fabrics by Sputter Etching.,» *J. Soc. Dyers Colourists* , nº 111, pp. 111-114, 1995.
- [32] L. M. S. Y. O. S. G. Y. N. S. Wakida T., «Dyeing properties of Oxygen low-temperature plasma-treated wool and nylon 6 fibres with acid and basic dyes.,» *J. Soc. Dyers Color*, nº 112, pp. 233-236, 1996.
- [33] Y. L. H. X. Y. R. Y. Q. C.X. Wang, «Influence of atmospheric pressure plasma treatment time on penetration depth of surface modification into fabric,» *Applied Surface Science*, vol. 254, nº 8, p. 2499–2505, 2008.
- [34] COLOUR INDEX., First supplement ed., vol. 6 , p. 4459.
- [35] Gacén, *Fibras Textiles, Propiedades y descripción.*, Catalunya. Terrassa (España), 1991.

- [36] Cegarra, « Físicoquímica de la tintura de las fibras acrílicas con colorantes catiónicos,» Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales de Terrassa (España)..
- [37] Cegarra., « Fundamentos científicos y aplicados de la Tintura de materiales textiles.,» Universidad Politécnica de Barcelona, ETSIT, Terrassa (España) , 1981.
- [38] A. d. c. textiles, COLOUR INDEX., First supplement ed., vol. 6 , p. 4459.
- [39] P. Kubelka y F. Munk, «Ein Beitrag zur Optik der Farbanstriche,» *Z.Tech. Phys. (Leipzig)*, vol. 12, p. 593–601, 1931.
- [40] C. C. M. J. G.-C. C. Labay, «Influence of Corona Plasma Treatment on Polypropylene and Polyamide 6.6 on the Release of a Model Drug.,» *In Plasma Chemistry and Plasma Processing* , vol. 6, nº 30 , pp. 885-896., 2010.
- [41] J. M. C. C. C. Cédric Labay, «Relevance of Surface Modification of Polyamide 6.6 Fibers by Air Plasma Treatment on the Release of Caffeine, n/a-n/a.,» *Plasma Processes and Polymers*, 2011.
- [42] B. KC y G. Byme, «Modifications of Textiles by Glow-discharge Reactions,» *Journal of the Society of Dyers and Colourists*, p. 88:113, 1972.
- [43] C. Labay , C. Canal y M. J. García Celma, «Influence of corona plasma treatment on polypropylene and polyamide 6.6 on the release of a Model Drug,» *Informacije Midem* , p. 38: 244, 2008.