



UNIVERSIDADE DA CORUÑA



Escola Politécnica Superior

Trabajo Fin de Máster
CURSO 2020/21

*ESTUDIO DE TEJIDOS CELULÓSICOS MEDIANTE
ANÁLISIS TÉRMICO*

Máster en Ingeniería Industrial

ALUMNA

Laura Vázquez Vázquez

TUTORES

Ramón Artiaga Díaz

Jorge López Beceiro

FECHA

ENERO 2021



UNIVERSIDADE DA CORUÑA



Escola Politécnica Superior

**TRABAJO FIN DE MÁSTER
CURSO 2020/21**

*ESTUDIO DE TEJIDOS CELULÓSICOS MEDIANTE
ANÁLISIS TÉRMICO*

Máster en Ingeniería Industrial

Documento

MEMORIA

ÍNDICE

1 . Resumen	11
2 . Motivación	13
3 . Introducción.....	15
3.1 . La celulosa	15
3.1.1 Descripción y composición	15
3.1.2 Fibras de celulosa	17
3.1.3 Tratamientos de la celulosa.....	18
3.1.4 Celulosa regenerada: derivación y disolución directa	20
3.2 Fibras celulósicas naturales: el algodón	21
3.2.1 Características físicas y químicas del algodón	21
3.2.2 La fibra de algodón.....	22
3.2.3 Producción del algodón	24
3.2.4 Proceso de fabricación de la fibra de algodón	25
3.2.5 Sostenibilidad del algodón – El algodón orgánico	27
3.3 Fibras celulósicas artificiales: rayón y lyocell	28
3.3.1 Rayón viscosa.....	28
3.3.2 Lyocell.....	31
3.4 Estado del arte: previo estudio de los tejidos.....	36
3.5 Objetivo del trabajo y aportaciones originales.....	37
4 Experimental	39
4.1 Caracterización de las estructuras textiles.....	39
4.2 Ensayos de comportamiento a la humedad.....	41
4.2.1 Estudio de la capilaridad	41
4.2.2 Ensayo de absorción de gota	43
4.3 Caracterización térmica	45
4.3.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	45
4.3.2 Termogravimetría (TGA)	48
4.3.3 Análisis termográfico	50
5 Resultados y discusión	55
5.1 Caracterización de tejidos	55
5.2 Ensayos de comportamiento a la humedad	59
5.2.1 Spreading test	59
5.2.2 Wicking test.....	59
5.2.3 Water drop test.....	61

5.3 Ensayos en DSC	63
5.3.1 Algodón.....	63
5.3.2 Rayón.....	64
5.3.3 Lyocell.....	65
5.4 Ensayos en TGA	66
5.4.1 Algodón.....	67
5.4.2 Rayón.....	68
5.4.3 Lyocell.....	69
5.5 Ensayos con la cámara termográfica.....	73
5.5.1 Temperatura – 70°C.....	73
5.5.2 Temperatura – 50°C.....	76
6 Conclusiones.....	80
7 Bibliografía	83

ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1 - Fórmula química de la celulosa. (1)</i>	15
<i>Figura 2 - Ensamblaje de moléculas de celulosa en el plano. (3)</i>	16
<i>Figura 3 - Vista esquemática de una red cristalina de celulosa (celulosa I). (3)</i>	16
<i>Figura 4 - Clasificación de las fibras textiles. (4)</i>	17
<i>Figura 5 - Proceso Kraft, con prehidrólisis y posterior blanqueamiento. (11)</i>	19
<i>Figura 6 - Esquema - vista general del proceso Kraft. (11)</i>	19
<i>Figura 7 - Esquema de la clasificación de los procesos de fibras celulósicas regeneradas. (7)</i>	20
<i>Figura 8 - Planta del algodón, del género Gossypium. (6)</i>	21
<i>Figura 9 - Representación de la estructura de una fibra de algodón. (3)</i>	22
<i>Figura 10 - Sección transversal de la fibra de algodón. (3)</i>	23
<i>Figura 11 - Convoluciones de una fibra de algodón. La flecha indica la inversión de la torsión de la fibra. (3)</i>	23
<i>Figura 12 - Secuencia de la máquina empleada para producir el algodón limpio y recogido a mano. (3)</i>	24
<i>Figura 13 - Secciones representativas de los tipos típicos de maquinaria de desmotado dispuestos en una secuencia utilizada para el algodón recogido en huso. (3)</i>	25
<i>Figura 14 - Ring spinning. (3)</i>	26
<i>Figura 15 - Vista longitudinal y transversal de la fibra de rayón. (6)</i>	29
<i>Figura 16 - Esquema del proceso de fabricación de la fibra de rayón viscosa. (7)</i>	29
<i>Figura 17 - Representación esquemática del proceso de mercerización. (7)</i>	30
<i>Figura 18 - Influencia de la concentración de ácido en el baño de coagulación en la fibra de viscosa (de izda. a dcha. bajo, medio y alto). (13)</i>	31
<i>Figura 19 - Nombres comerciales de las fibras de celulosa obtenidas mediante NMMO. (14)</i>	32
<i>Figura 20 - Vista longitudinal y transversal de las fibras de lyocell. (6)</i>	33
<i>Figura 21 - Molécula de óxido de N-metilmorfolina. (16)</i>	34
<i>Figura 22 - Proceso de fabricación del lyocell. (16)</i>	34
<i>Figura 23 - Proceso de fabricación de la marca comercial Tencel (de la empresa Acordis). (11)</i>	34
<i>Figura 24 - Mecanismo de disolución de la celulosa en NMMO. (7)</i>	35
<i>Figura 25 - Spreading test.</i>	42
<i>Figura 26 - Muestras ensayadas durante el wicking test</i>	43
<i>Figura 27 - Configuración del wicking test.</i>	43
<i>Figura 28 - Desarrollo del ensayo de absorción</i>	44
<i>Figura 29 - Configuración del ensayo de absorción</i>	44

<i>Figura 30 - Diagrama de flujo para el ensayo en DSC.</i>	47
<i>Figura 31 - Diagrama de flujo para el ensayo en TGA.</i>	49
<i>Figura 32 - Diagrama de flujo para el ensayo con la cámara termográfica.</i>	52
<i>Figura 33 - Configuración del ensayo de termografía (elaboración propia).</i>	54
<i>Figura 34 - Imagen de microscopio del entrecruzado de las fibras de algodón.</i>	55
<i>Figura 35 - Imagen de microscopio del entrecruzado de las fibras de rayón viscosa.</i>	55
<i>Figura 36 - Imagen de microscopio del entrecruzamiento de las fibras de lyocell.</i>	56
<i>Figura 37 - Muestras de cada tejido para el cálculo de densidad (de izda. a dcha. lyocell, rayón y algodón).</i>	56
<i>Figura 38 - Sistema empleado para el recuento de urdimbre y trama.</i>	56
<i>Figura 39 - Imagen tratada en binario para la muestra de algodón.</i>	57
<i>Figura 40 - Imagen tratada en binario para la muestra de rayón.</i>	57
<i>Figura 41 - Imagen tratada en binario para la muestra de lyocell.</i>	58
<i>Figura 42 - Gráfica resultante del cálculo de correlación entre ambos ensayos.</i>	62
<i>Figura 43 - Gráficas resultantes de los ensayos en DSC para los tres tejidos.</i>	63
<i>Figura 44 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de algodón.</i>	64
<i>Figura 45 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de rayón.</i>	64
<i>Figura 46 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de lyocell.</i>	65
<i>Figura 47 - Gráficas resultantes de los ensayos en TGA para los tres tejidos.</i>	67
<i>Figura 48 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el algodón.</i>	67
<i>Figura 48 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el algodón.</i>	68
<i>Figura 49 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el rayón.</i>	68
<i>Figura 50 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el rayón.</i>	69
<i>Figura 51 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el lyocell.</i>	69
<i>Figura 52 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el lyocell.</i>	70
<i>Figura 53 - Overlay de las tres curvas TGA para el tramo de evaporación de agua (derivada de la pérdida de masa respecto al tiempo).</i>	70
<i>Figura 54 - Overlay de las tres curvas TGA para el tramo de degradación de la muestra (derivada de la pérdida de masa respecto al tiempo).</i>	71
<i>Figura 55 - Gráfica resultante del cálculo de correlación entre ambos ensayos.</i>	73
<i>Figura 56 – Curva de temperaturas para los tres ejidos en el primer ensayo a 70°C.</i>	74
<i>Figura 57 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el primer ensayo a 70°C.</i>	75
<i>Figura 58 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el segundo ensayo a 70°C.</i>	75
<i>Figura 59 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el segundo ensayo a 70°C.</i>	76

<i>Figura 60 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el primer ensayo a 50°C.</i>	77
<i>Figura 61 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el primer ensayo a 50°C.</i>	78
<i>Figura 62 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el segundo ensayo a 50°C.</i>	78
<i>Figura 63 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el segundo ensayo a 50°C.</i>	79

Índice de tablas

<i>Tabla 1 - Medidas recogidas para urdimbre y trama de las muestras del tejido ensayadas.</i>	57
<i>Tabla 2 - Factor de cobertura calculado para los tres tejidos.</i>	58
<i>Tabla 3 - Gramaje calculado de los tejidos.</i>	58
<i>Tabla 4 - Resultados obtenidos para el spreading test.</i>	59
<i>Tabla 5 - Resultados obtenidos en el primer wicking test.</i>	60
<i>Tabla 6 - Resultados obtenidos en el segundo wicking test.</i>	60
<i>Tabla 7 - Resultados obtenidos en el water drop test.</i>	61
<i>Tabla 8 - Datos empleados para el cálculo del índice de correlación.</i>	62
<i>Tabla 9 - Masa de las muestras ensayadas en DSC.</i>	63
<i>Tabla 10 - Resumen de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas en DSC.</i>	65
<i>Tabla 11 - Masa de las muestras ensayadas en TGA.</i>	66
<i>Tabla 12 - Resumen de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas en TGA.</i>	71
<i>Tabla 13 - Datos empleados para el cálculo del índice de correlación.</i>	73

1 . RESUMEN

RESUMEN

Con el siguiente estudio se pretende adquirir una perspectiva de las propiedades térmicas de los tejidos celulósicos, mediante técnicas disponibles en la UDC, que sirva como punto de partida para futuras investigaciones. Consistirá, concretamente, en la verificación de forma que se puedan encontrar diferencias entre tejidos basados en fibras de composiciones químicas muy parecidas entre sí, situación presentada en la comparación de tejidos celulósicos. El estudio comprende la caracterización de las estructuras textiles, ensayos de absorción de agua, y ya centrándose en las propiedades térmicas, calorimetría diferencial de barrido (DSC), termogravimetría (TG o TGA) y termografía. Los resultados han sido analizados y contrastados con el estado del arte y han permitido establecer algunas diferencias importantes entre tejidos de composición parecida, lo cual resulta muy útil para establecer el alcance de las técnicas utilizadas para futuros estudios.

RESUMO

Co seguinte estudo preténdese adquirir unha perspectiva das propiedades térmicas dos tejidos celulósicos, mediante técnicas disponibles na UDC, que sirva como punto de partida para futuras investigacións. Consistirá, concretamente, na verificación ata que se poidan atopar diferencias entre tejidos baseados en fibras de composicións químicas moi parecidas entre sí, situación presentada na comparación de tejidos celulósicos. O estudo abarca á caracterización das estruturas textiles, ensaios de absorción de auga, e xa centrándose nas propiedades térmicas, calorimetría diferencial de barrido (DSC), termogravimetría (TG ou TGA), e termografía. Os resultados foron analizados e contrastados co estado da arte e permitiron establecer algunhas diferencias importantes entre tejidos de composición parecida, o cal resulta moi útil para establecer o alcance das técnicas empregadas para futuros estudos.

ABSTRACT

The following study aims to gain an insight into the thermal properties of cellulosic fabrics, using techniques available at the UDC, to serve as a starting point for future research. It will consist, in particular, in verifying the extent to which differences can be found between fabrics based on fibres with very similar chemical compositions, a situation presented in the comparison of cellulosic fabrics. The study includes the characterization of textile structures, water absorption tests, and already focuses on thermal properties, differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetry (TG or TGA) and thermography. The results have been analysed and contrasted with the state of the art and have enabled some important differences to be established between fabrics of similar composition, which is very useful for establishing the scope of the techniques used for future studies

2 . MOTIVACIÓN

Dentro de todas las líneas de investigación presentes en el grupo de Propiedades Térmicas y reológicas de los materiales (PROTERM), se incluye el estudio de propiedades térmicas de los tejidos.

El interés de este trabajo consiste en destacar el uso combinado de diferentes técnicas para su aplicación en el estudio y caracterización de materiales textiles celulósicos, comparando los resultados con su comportamiento teórico. Las técnicas empleadas serán la calorimetría diferencial de barrido y la termogravimetría. Asimismo, aunque en la bibliografía se encuentran estudios con aplicaciones diferentes de diversas técnicas, en este trabajo también se aplicará otra técnica menos empleada, la termografía, de forma que se puedan apreciar visualmente las posibles diferencias generadas entre las muestras de tejido ensayadas, y se tenga la posibilidad de combinar sus resultados.

Los tejidos estudiados serán tejido de algodón (con composición 100%), tejido de rayón viscosa (con composición 100%), y tejido de lyocell (con composición 70% lyocell, 30% poliéster). El interés de realizar este estudio con los tres tipos de tejido celulósico más comúnmente empleados es para observar las diferencias en su comportamiento, a pesar de estar obtenidos de la misma materia prima.

3 . INTRODUCCIÓN

3.1 . La celulosa

3.1.1 Descripción y composición

La celulosa es el polímero más abundante que puede encontrarse en la naturaleza. Es el material estructural de las plantas, aunque también puede estar presente en ciertas bacterias y otros organismos marinos (1).

La celulosa es un homopolímero lineal compuesto de unidades de β -D-glucosa (abreviadamente nos referiremos a ellas como glucosas) conectadas entre sí por enlaces β -(1,4)-glucosídicos. El tamaño de las moléculas de celulosa puede definirse por el grado de polimerización, también llamado DP, y su peso promedio se estima a partir del producto de este DP por la masa molecular de una sola unidad de glucosa. La química de la celulosa depende de las moléculas de glucosa ($C_6H_{12}O_6$), la cual presenta una estructura de anillo, con un átomo de oxígeno y cinco grupos CH; de estos, cuatro de ellos están unidos a un radical hidroxilo -OH, menos uno, que se presenta como -CH₂OH (1). Esto hace que la química de la celulosa abra un amplio espectro de reacciones potenciales, que generalmente se producen en los alcoholes primario y secundario (2).

La celulosa se forma por biosíntesis a través de reacciones catalizadas por enzimas en las células vivas. En las plantas, la energía lumínica del sol convierte el dióxido de carbono del aire y el agua del suelo en la anteriormente citada glucosa, que luego sufre una reacción de polimerización por condensación con la eliminación de agua, que finalmente da lugar a la celulosa (1).

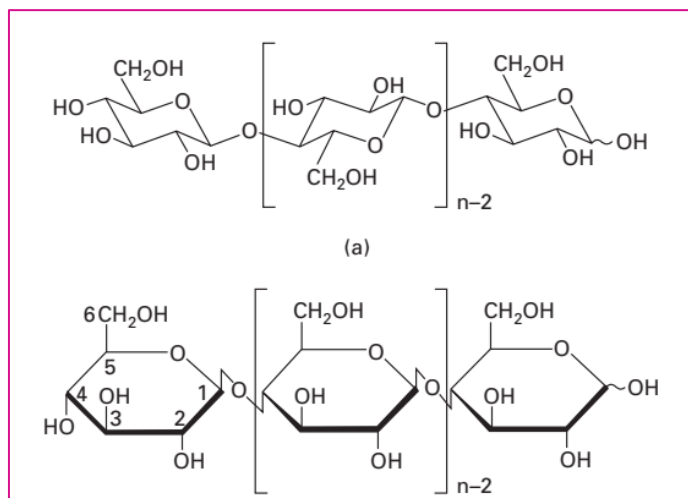


Figura 1 - Fórmula química de la celulosa. (1)

La molécula de celulosa presenta una estructura tipo lazo, con anillos de seis miembros, y los grupos hidroxilo comentados anteriormente se presentan proyectados hacia fuera del plano del lazo. Ésta es capaz de retorcerse y doblarse en el plano. La molécula funciona como una gran cadena unida por enlaces covalentes, que se ve aún más endurecida por la presencia de los enlaces internos de hidrógeno, colocados paralelamente a los puentes de oxígeno que hay entre los anillos (esos enlaces covalentes) (3). Desde la única unidad de glucosa hasta las micro y macrofibrillas que forma la cadena, la celulosa se organiza de manera bastante densa y altamente

jerárquica, gracias a esos enlaces covalentes existentes en su estructura. Los enlaces de hidrógeno constituyen la cohesión entre las moléculas de celulosa (2).

En las figuras 1 y 2 mostradas a continuación se puede observar esquemáticamente la distribución de estas moléculas.

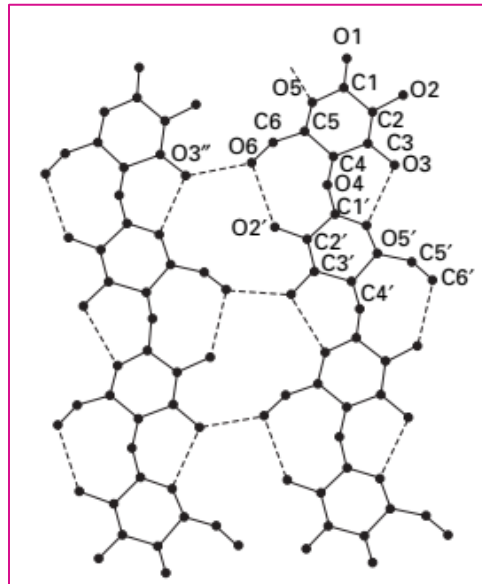


Figura 2 - Ensamblaje de moléculas de celulosa en el plano. (3)

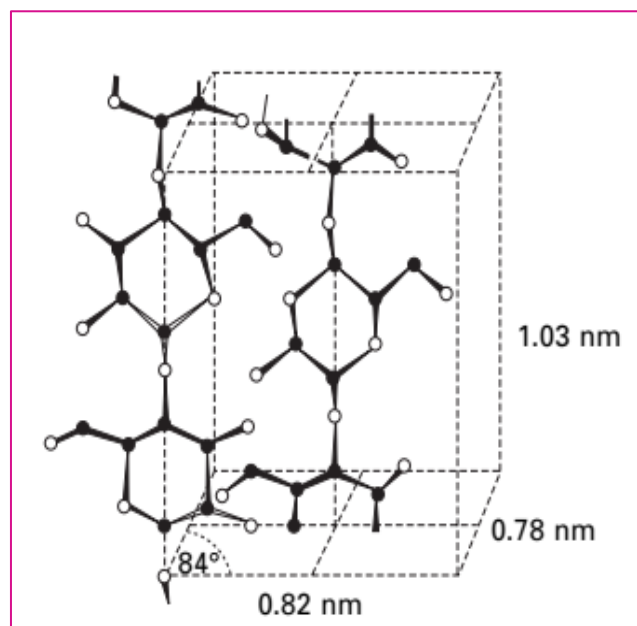


Figura 3 - Vista esquemática de una red cristalina de celulosa (celulosa I). (3)

La disposición en la que la celulosa se encuentra en la naturaleza se conoce como celulosa I, y presenta una disposición paralela (2). En las células en crecimiento, la celulosa se sintetiza mediante la condensación de las moléculas de glucosa con complejos enzimáticos, que dan lugar cada uno a 30 moléculas de celulosa. Estas se encuentran de manera natural en la misma dirección, lo que hace que cristalicen en

largas microfibras (de aproximadamente 7 nm de ancho), haciendo que se considere a la celulosa natural como un polímero virtualmente cristalino, en esa estructura de celulosa I (3). Curiosamente, esta disposición paralela que se encuentra en la naturaleza no es la más estable para un cristal de celulosa; mediante disolución y recristalización pueden alcanzarse otras configuraciones más estables, como la celulosa tipo II (2).

3.1.2 Fibras de celulosa

Según la definición aportada por la American Society for Testing and Materials (ASTM), se conoce como fibra textil al término genérico empleado para todos los materiales que forman un elemento textil básico presentando una longitud como mínimo cien veces mayor que su diámetro.

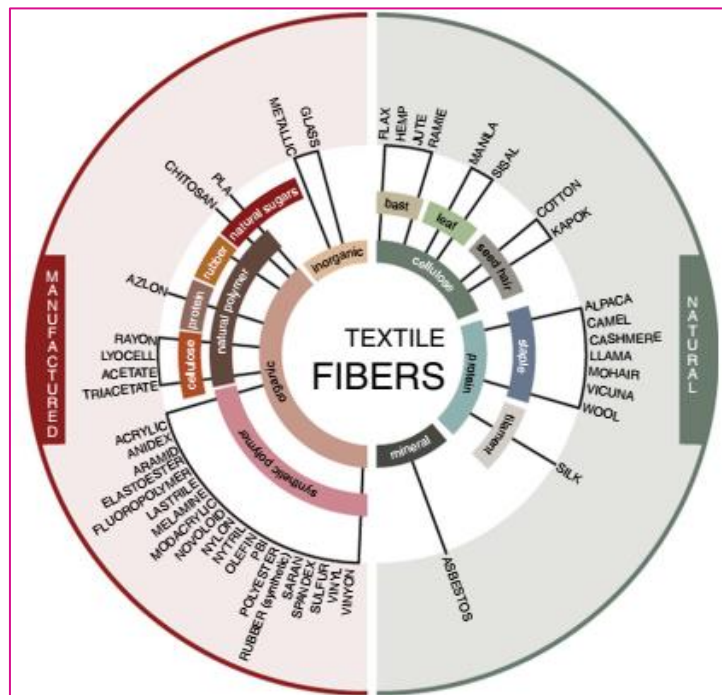


Figura 4 - Clasificación de las fibras textiles. (4)

De esta forma, se pueden distinguir dos grandes grupos de fibras. Por un lado, las fibras pueden tener origen natural, siendo estas fibras naturales; y por el otro las no naturales, que pueden ser obtenidas de polímeros naturales procesados – a las que nos referimos como artificiales – o de polímeros obtenidos por síntesis química de combustibles fósiles, llamadas fibras sintéticas (4).

La celulosa constituye el recurso polimérico renovable más abundante hoy en día, y ha sido objeto de especial atención gracias a un gran número de cualidades que ella presenta: su capacidad de renovación, su disponibilidad, su no toxicidad e inocuidad con el medio ambiente, su biocompatibilidad y biodegradabilidad, estabilidad térmica y química, y capacidad de derivación, entre otras (5).

En las fibras naturales vegetales como el lino o el algodón, la celulosa no requiere de tratamientos complejos ni de cambio de estructura (más allá de los realizados para adaptar la fibra y mejorar su capacidad natural). Las fibras naturales vegetales tienen múltiples ventajas, ya que son abundantes y respetuosas con el medio ambiente, presentan baja densidad y altas propiedades específicas, no son abrasivas y sí son biodegradables. También presentan a su favor que sus plantaciones consumen menos energía que las industrias requeridas para la manufactura de fibras sintéticas, y que proceden de recursos naturales renovables, y no de los combustibles fósiles. Sin

embargo, los cultivos y el procesado de estas fibras consumen más agua, y aunque son respetuosas con el medio ambiente, necesitan del uso de pesticidas e insecticidas, que favorecen el desarrollo de los gases de efecto invernadero (6). Otra consideración a tener en cuenta es que la generación de las fibras naturales varía de año a año, lo que causa una inflación de acuerdo con las variaciones de una demanda impredecible (7).

La creciente demanda de fibras como el algodón, y la baja tasa de producción para cumplir con las demandas a nivel mundial ha impulsado la producción de fibras a base de celulosa regenerada. Estas fibras, como la viscosa, el modal o el lyocell, combinan además las ventajas de las fibras naturales y las fibras sintéticas (obtenidas gracias al tratamiento de combustibles fósiles), y ofrecen propiedades únicas en textiles (8,9). La celulosa regenerada está caracterizada como un material sostenible, compatible con el medio ambiente. Aporta, además, propiedades físicas únicas y favorables (10).

Las fibras de celulosa artificiales, o fibras de celulosa regenerada, emplean la pulpa de celulosa de la madera para producción de fibras y textiles. Esta pulpa necesita de un tratamiento previo antes de empezar cualquier proceso, que está basado en la disolución de la celulosa; en la propia disolución es donde se basa la regeneración, constituyendo una morfología más estable y con propiedades optimizadas. Este tipo de fibras muestran un gran ancho de banda de propiedades, en función de su proceso de fabricación. Pese a eso, independientemente de su estructura, morfología, peso molecular, cristalinidad u orientación (entre otras propiedades) el sustrato químico siempre es celulosa en su modificación tipo II, más estable que la red cristalina que se encuentra naturalmente en las fibras naturales.

También el tener un origen natural provee a estas fibras de propiedades como el confort, la transpirabilidad, el lustre y la suavidad, entre otras propiedades, de las fibras naturales (7).

3.1.3 Tratamientos de la celulosa

El proceso de disolución de la celulosa involucra esencialmente un pretratamiento de esa pulpa de celulosa con un disolvente que “hincha” las cadenas; esto lleva a la relajación de las moléculas de celulosa, lo que lleva a potenciar las cinéticas de difusión del disolvente en las regiones cristalinas que están fuertemente empaquetadas, facilitando la disolución completa (7). La celulosa es difícil de disolver, debido a los grandes puentes de hidrógeno intermoleculares, que actúan como un punto restrictivo de la disolución.

La disolución de la celulosa es una parte crítica del proceso de regeneración, y rige el posterior proceso de hilado y calidad de la fibra.

En el caso de las fibras de celulosa regenerada, existe un tratamiento previo al propio proceso de fabricación. El procesado de la pulpa es una preparación de la pulpa de madera (principal materia prima empleada en la regeneración), previo paso a cualquier proceso al que vaya a ser sometida.

El más típico es el proceso Kraft, consistente en un proceso alcalino en el que se mezcla hidróxido de sodio y disulfito de sodio como químicos delignificantes, que rompen la lignina presente en la pulpa, y elimina parte de las hemicelulosas. Es importante romper la lignina, y que la que permanezca como residual quede modificada gracias a estos químicos. Esto se debe a que posteriormente, esa pulpa es sometida a un proceso de “blanqueamiento”; en este proceso se mejora el brillo y la limpieza de la pulpa, ya que elimina la lignina residual, empleando agentes blanqueantes para depolimerizarla. También hay que tener en cuenta las hemicelulosas, que son largas cadenas de heteropolisacáridos, que forman parte de las paredes de las células vegetales,

recubriendo la superficie de las fibras de celulosa. En la madera, las hemicelulosas forman parte de la matriz junto con la lignina y la celulosa, en un 27-29%.

Antes del propio proceso Kraft, se somete a la pulpa a una etapa de prehidrólisis, que consiste en vaporizar los trozos de madera, o calentarlos en agua, a 140-170°C, aunque también puede hacerse un tratamiento alternado de la madera con un ácido mineral diluido a 110-120°C. Este tratamiento tiene como objetivo reducir el pH natural de la pulpa de madera, pasando de valores entre 5,5 y 4, a 3,5 (11). Además, consigue destruir la pared primaria de la fibra de madera, y elimina parte de las hemicelulosas.

Posteriormente, se produce la extracción alcalina, realizada con sosa cáustica, que puede ser en frío o en caliente. En este paso se disuelve la hemicelulosa remanente. Tras esto, se procede al blanqueamiento, cuyo fin, como ya comentamos, es reducir el contenido en lignina residual. Y finalmente, se realiza un tratamiento ácido, para eliminar la hemicelulosa que fuera resistente a los álcalis, y otras posibles impurezas (12).

Las longitudes de la cadena molecular de la celulosa y su estrecho empaquetamiento a través de numerosas ondulaciones de hidrógeno han hecho que la disolución de la celulosa sea un proceso difícil. Por lo tanto, el desarrollo de disolventes de bajo coste y no perjudiciales con el medio ambiente es fundamental para la utilización satisfactoria del material como componente de los materiales poliméricos (5). Esta, entre otras, es la motivación de procesos de obtención de fibras de celulosa regenerada, como los de disolución directa.

En la imagen a continuación se puede observar un ejemplo de proceso Kraft.

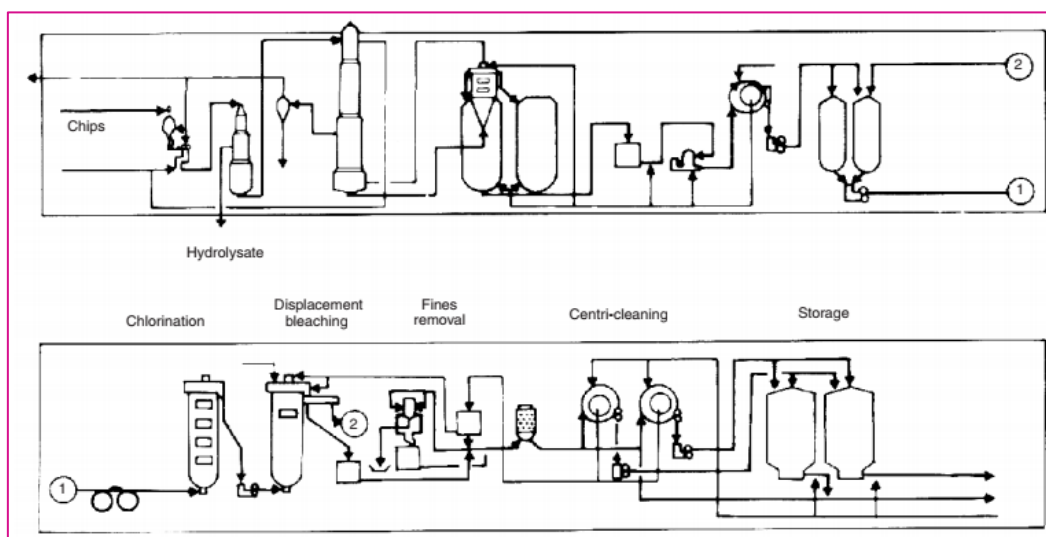


Figura 5 - Proceso Kraft, con prehidrólisis y posterior blanqueamiento. (11)

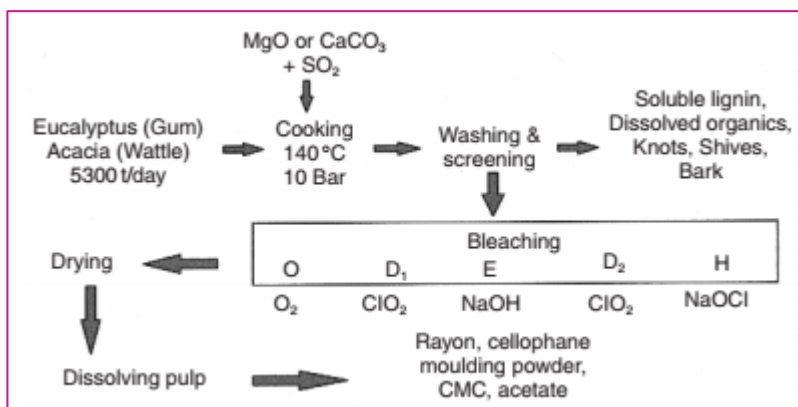


Figura 6 - Esquema - vista general del proceso Kraft. (11)

3.1.4 Celulosa regenerada: derivación y disolución directa

Las fibras de celulosa regenerada, previo tratamiento como se comentó anteriormente, se dividen en dos grupos, en función del proceso de regeneración empleado: pueden obtenerse mediante un proceso de derivación, en el que la celulosa se modifica antes de la disolución (donde comentamos anteriormente que se produce la regeneración), o mediante una disolución directa (no derivativa), donde la celulosa se disuelve directamente en el disolvente, y regenerándose, sin necesidad de modificar la celulosa (7,13).

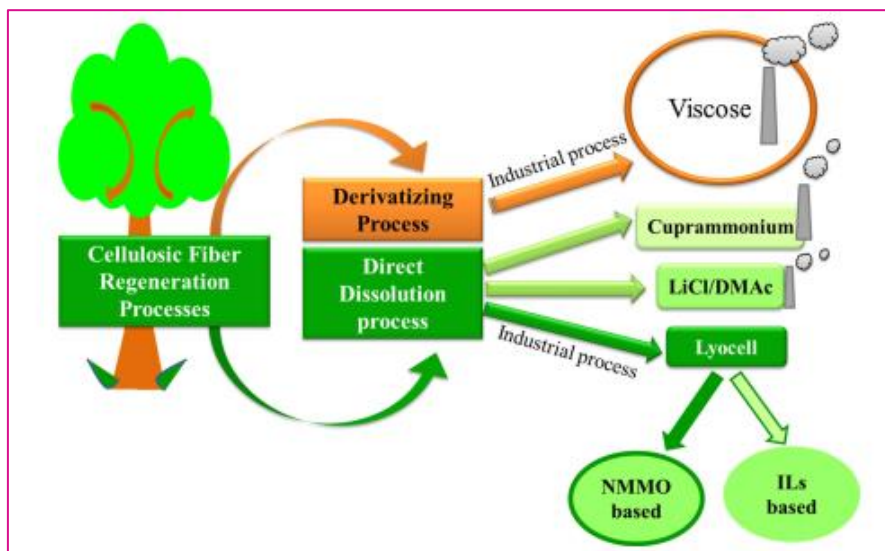


Figura 7 - Esquema de la clasificación de los procesos de fibras celulósicas regeneradas. (7)

3.1.4.1 Proceso de derivación

En los procesos de derivación, se forman derivados y complejos de celulosa, como puede ser la metilcelulosa, nitrito de celulosa, acetato de celulosa, y el más típico, el xantato de celulosa (empleado en el proceso de obtención de la viscosa).

Durante la derivación, la estructura química de la pulpa de celulosa de partida se modifica añadiendo otro reactivo, que forma un compuesto intermedio; estos derivados suelen ser del sodio o del acetato. Además, estos compuestos intermedios se procesan y disuelven, seguidos de la regeneración de la fibra (7).

Como se generan algunos subproductos peligrosos en los procesos de derivatización de la solución, el no derivado se convierte gradualmente en el punto caliente de la investigación, para poder mejorar estos procesos. Ejemplos de esto son, en los compuestos de azufre generados durante la fabricación de la viscosa, o los de cobre generados en el rayón cupramonio (12).

3.1.4.2 Proceso de disolución directa

En este proceso, la celulosa se disuelve directamente en un disolvente orgánico, sin la formación de un compuesto intermedio (7). Es decir, son sistemas capaces de disolver la celulosa solamente vía interacciones intermoleculares físicas.

De forma habitual, cuando no se involucran a modificaciones químicas, la disolución de la celulosa se puede entender como un proceso ácido-base, en el que la celulosa puede trabajar como ácido o como base.

Existen diferentes tipos de procesos de disolución directa de la celulosa, como los sistemas alcalinos y afines, que se basan en la disolución de celulosa en hidróxido de sodio bajo unas condiciones concretas (268K y 7-10% de concentración); los sistemas

no acuosos, que suelen ser disolventes orgánicos aplicados bajo condiciones homogéneas; o los líquidos iónicos, que son sales orgánicas fundidas asimétricas, formadas por un ion voluminoso con una carga deslocalizada.

De todos ellos, el más característico es el proceso del NMMO (óxido de N-metilmorfolina), que es el empleado para fabricar fibras de Lyocell.

Una vez comentada la naturaleza de la celulosa, la clasificación general de fibras y en qué consisten las fibras de celulosa regenerada, se procede a describir los tres tipos de fibras de celulosa, natural y artificial, más típicamente empleadas, y las cuales se estudiarán en este trabajo.

3.2 Fibras celulósicas naturales: el algodón

El algodón es una fibra celulósica que se obtiene de recursos naturales, ya que crece en forma de bola alrededor de las semillas de la planta de algodón, del género *Gossypium* (figura 8). Las fibras del algodón son suaves y esponjosas.

Los mayores productores de algodón a nivel mundial son Estados Unidos, la India, China, Egipto, Pakistán, Sudán, y Europa del Este.



Figura 8 - Planta del algodón, del género *Gossypium*. (6)

3.2.1 Características físicas y químicas del algodón

Las fibras de algodón son la forma más pura de celulosa, y el polímero más abundante de la naturaleza. Además, la celulosa presente en las fibras del algodón también es la que mayor peso molecular tiene de todas las fibras vegetales, y es la del orden estructural más alto, al ser altamente cristalina, orientada y fibrilar (3).

La calidad de la fibra del algodón depende de varios factores, pero sobre todo está influenciada por la longitud de la fibra, clasificándose en fibras cortas (<28mm) y fibras largas (>28mm). Son fibras moderadamente resistentes, con buena tenacidad, especialmente en estado húmedo, donde su resistencia es un 20% superior a la que presenta en estado seco. Tienen una elongación de ruptura del 5-10%, por lo que es una fibra rígida e inelástica. Aun así, los valores de dureza del algodón son bajos en comparación con los obtenidos en otras fibras textiles. Generalmente, las fibras que son más largas y finas tienen mejor tenacidad y módulo.

Por otra parte, presentan una resistencia excelente a la degradación térmica, pero no tanta a la luz ultravioleta, volviéndose amarillento cuando se expone prolongadamente al sol, quemándose y perdiendo resistencia de manera gradual. No es un material que se funda, pero se descompone por carbonización con la pérdida de agua a unos 200°C con el aumento de la quema a dióxido de carbono, sometido a temperaturas altas.

Respecto a su resistencia química, presentan gran resistencia ante las bases (por ejemplo, se hincha en contacto con sosa cáustica, como se realiza en el proceso de mercerización, pero no se daña); pero no aportan ningún tipo de resistencia frente a los ácidos, capaces de dañar y desintegrar las fibras. Pese a ello, soportan el efecto de los disolventes orgánicos, ya que suelen emplearse habitualmente para limpiar prendas confeccionadas con estas fibras.

Es débil frente a microorganismos como las bacterias, hongos y mohos, ya que atacan la fibra y se desarrollan en su interior, destruyéndola poco a poco.

Las propiedades de fricción de las fibras están determinadas por el estado en el que se encuentra la superficie de la misma. En el algodón en crudo (sin tratar ni procesar) existen ceras naturales en la superficie, que den ser eliminadas mediante lavado y blanqueado (3,6).

3.2.2 La fibra de algodón

En la fibra del algodón, las paredes primarias de las celdas de esta contienen menos de un 30% de celulosa, y esta celulosa tiene un peso molecular menor (2000-6000 de grado de polimerización, en adelante DP), por lo que tienen su distribución más amplia. En cambio, la pared secundaria, es prácticamente 100% celulosa (DP 14000), con una distribución más uniforme.

La celulosa presente en el algodón es altamente cristalina y orientada, y la alfa-celulosa que la compone (que es una fracción de la celulosa que se compone principalmente de celulosa pura, no hemicelulosas) se distingue por su estructura molecular larga y rígida. Los abundantes grupos hidroxilo y la conformación de la cadena permiten una extensa unión de hidrógeno inter e intramolecular para mejorar aún más la rigidez de la estructura de la celulosa.

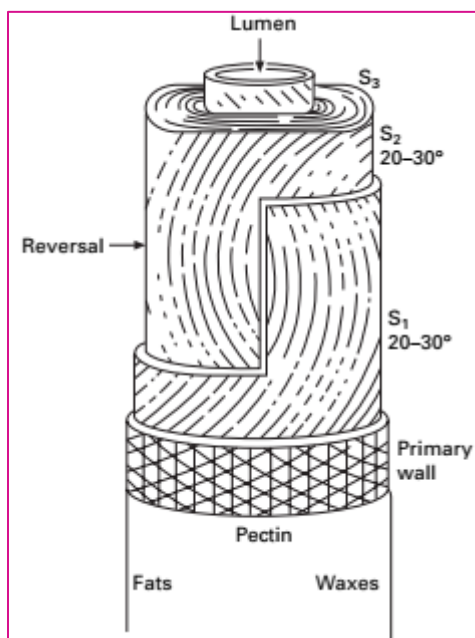


Figura 9 - Representación de la estructura de una fibra de algodón. (3)

Cada fibra es una sola célula vegetal que primero crece hasta alcanzar su máxima longitud y diámetro, formando la pared primaria, que se va entrelazando en forma de cesta; a continuación, se forma la pared secundaria, creciendo en los anillos de crecimiento, a medida que va avanzando, dejando un pequeño hueco (lumen) en el centro, cuando el algodón está maduro y la bola se abre. Una vez ya está formada, la

pared secundaria comprende el 94% de la fibra. El exterior de la fibra consiste en una cutícula cerosa, que se puede eliminar con un procesado en húmedo.

Un proceso físico necesario de aplicar en las fibras de algodón es el del secado. El secado de las fibras de celulosa involucra la eliminación de fluidos de los lúmenes (los túneles interiores de la fibra) y del agua intermolecular presente en la celulosa. Esta pérdida de fluidos implica que la fibra, que es cilíndrica, colapse hasta formar tirabuzones, también llamadas convoluciones. Además, la pérdida del agua intermolecular hace que las cadenas de celulosa se acerquen más entre ellas, y formen a su vez puentes de hidrógeno. Esto causa cambios morfológicos en la fibra, que son irreversibles, incluyendo una heterogeneidad estructural, una disminución de la porosidad y una disminución de la capacidad de absorción de las fibras; también aumentan las cepas moleculares y reduce la movilidad de la cadena (3).

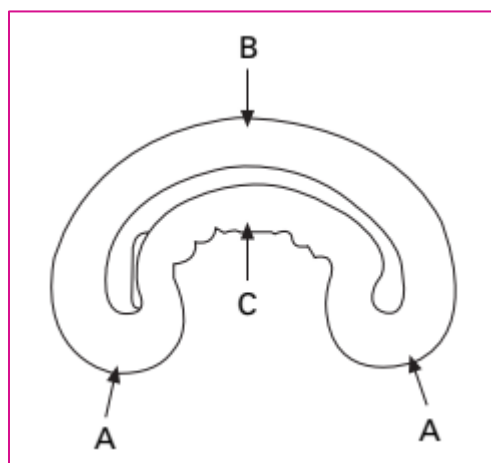


Figura 10 - Sección transversal de la fibra de algodón. (3)

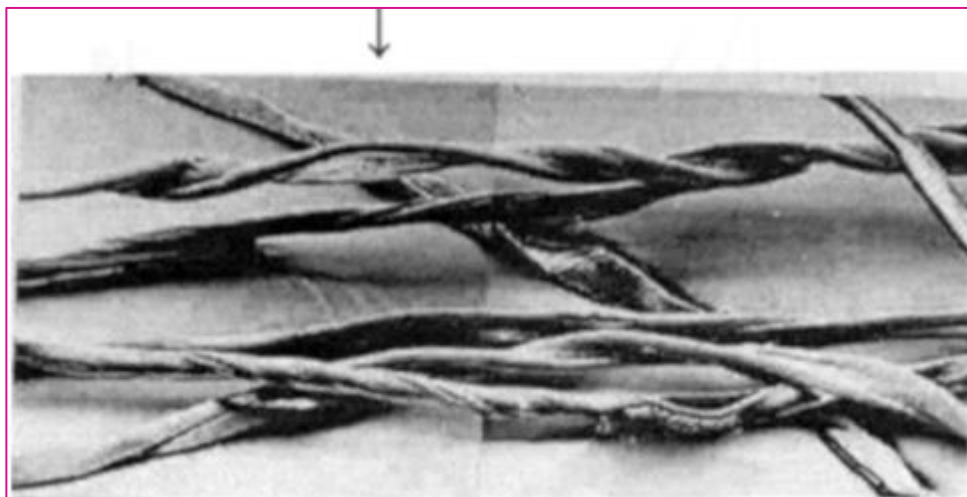


Figura 11 - Convoluciones de una fibra de algodón. La flecha indica la inversión de la torsión de la fibra. (3)

Existe otro tratamiento posible aparte del secado que se puede aplicar al algodón, y es el proceso de mercerización. Habitualmente se realizan con sosa cáustica, pero pueden emplearse otros reactivos, en disolución. En él, la fibra se hincha y se deshincha, de

forma que las fibras resultantes presentan una sección transversal redondeada y con apariencia más lustrosa. La estructura cristalina es interrumpida durante este proceso, pero sin la pérdida completa de la integridad de la fibra, de manera que la celulosa pueda cambiar su estructura a celulosa II, más estable, y con cadenas antiparalelas.

3.2.3 Producción del algodón

Los cultivos de algodón requieren de largos períodos sin heladas, sol, lluvia moderada y un sustrato pesado que contenga una cantidad suficiente de nutrientes. Habitualmente, el algodón se siembra desde febrero hasta principios de junio (6).

El algodón posee la más alta calidad de fibra y el mejor potencial para hilado cuando los bolos están maduros y recién abiertos. La calidad de la fibra en la paca (los grandes paquetes en los que se almacena el algodón recolectado) depende de factores como la variedad, las condiciones atmosféricas, prácticas culturales, control de humedad, entre otras.

Existen diferencias a lo largo del espectro mundial del cosechado y desmotado del algodón, pudiendo ser procesos manuales o realizados con maquinaria. Australia, Estados Unidos e Israel son los únicos países productores de algodón cuyo proceso está 100% mecanizado. Por otra parte, el almacenamiento del algodón varía desde apilarlo en montones en exterior, hasta módulos fabricados mecánicamente de hasta 12 toneladas.

Alrededor del 35% de los 100 millones de pacas producidas a nivel mundial se recolectan manualmente. Cuando se realiza mediante el uso de maquinaria, existen dos equipos típicos, la cosechadora de huso y la cosechadora de algodón en tiras.

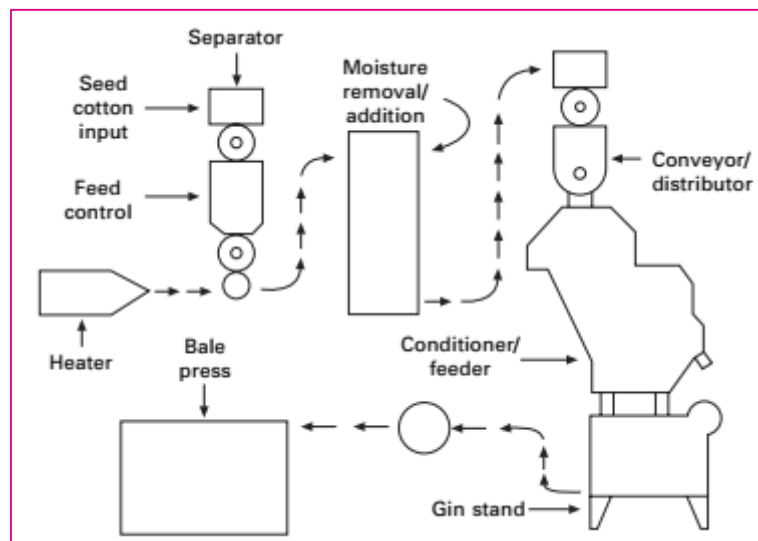


Figura 12 - Secuencia de la máquina empleada para producir el algodón limpio y recogido a mano. (3)

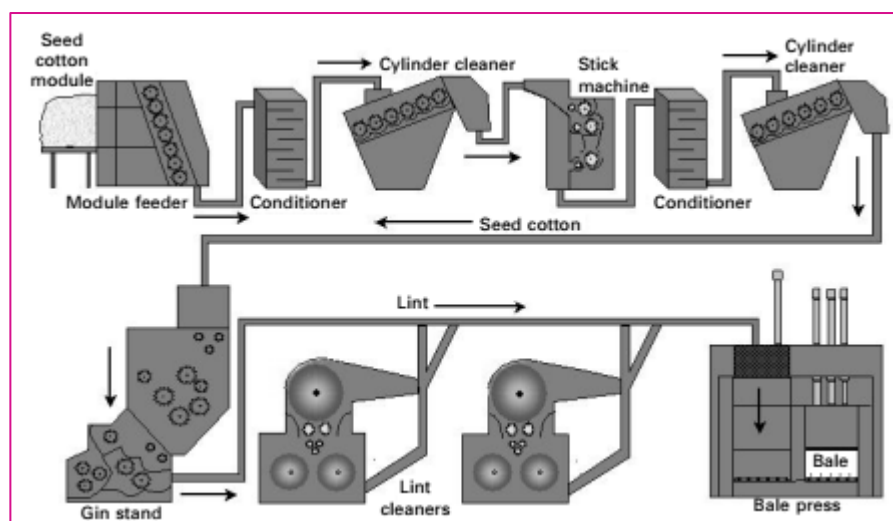


Figura 13 - Secciones representativas de los tipos típicos de maquinaria de desmotado dispuestos en una secuencia utilizada para el algodón recogido en huso. (3)

Tras la cosecha, se produce al desmotado, cuya principal función es separar el linter (la pelusa, el propio algodón) de la semilla, y producir el mayor rendimiento monetario total por el linter y las semillas resultantes. Antes de este proceso, se produce el secado y la limpieza de la semilla del algodón. Es necesario secar el linter antes de desmotarlo para evitar una mala limpieza, o que no se separe con facilidad, formando fajos que pueda dañar el equipo. A su vez, el proceso de la limpieza elimina la basura y los restos de la planta que hayan podido quedar adheridos, como trozos de hojas o pequeñas ramas. Tras todo esto, el linter pasará a los puestos de desmotado, consistentes en una serie de sierras que se proyectan a través del conjunto, agarrando y tirando la fibra de la semilla.

Después del desmotado, se pasa el linter a unos limpiadores, que eliminan las partículas que hayan podido permanecer remanentes en el algodón tras eliminar las semillas. Generalmente suele consistir en varias etapas.

Como se eliminó parte anteriormente para facilitar el procesado, es necesario restaurar el contenido de humedad de las fibras, para el mantenimiento de su longitud y reducción del número de roturas de fibra durante el desmotado. Puede ocurrir en diferentes lugares dentro del proceso, y debe hacerse con cuidado. En el caso de que la fibra se empape, ésta colapsará, y si hay presencia de agua líquida, el desmotado será irregular. El nivel recomendado, tanto de producción como de calidad, está entre el 6 y el 7%.

Posteriormente, se empaqueta el algodón, en pacas, para pasar a la propia fabricación del hilo de algodón. Deben estar completamente cubiertos, y si se almacenan al aire libre, que esta cubierta tenga protección UV, para evitar dañar el algodón (3).

3.2.4 Proceso de fabricación de la fibra de algodón

Al llegar en los fardos o pacas al proceso, suelen estar comprimidos y presentan alta densidad, por lo que no pueden hilarse sin más, deben prepararse previamente al proceso de hilado, de forma que se pueda separar la masa de algodón en fibras individuales, y ensambladas de manera adecuada. Con esto se obtendrá una tira de algodón relativamente gruesa, en la que las fibras están rectas, ordenadas y alineadas, con la mayor uniformidad posible, tanto en apariencia como en composición, con el menor número de imperfecciones, lo que optimizará el proceso.

El drawing es el primer paso, y consiste en atenuar la densidad lineal inicial hasta alcanzar aproximadamente las 100 fibras en la sección transversal. En caso de requerirse fibras finas y de gran calidad, el algodón se peina, de forma que se mejora el enderezamiento y la alineación de las fibras, eliminando las fibras cortas y los nudos, generando un hilo más fino, más suave y uniforme. Tras esto, se pasa al roving, que estira y torsiona ligeramente la fibra, de forma que se aplica la suficiente cohesión y condensación, facilitando el estiramiento uniforme y controlado durante la hilatura.

Finalmente, se pasa al proceso de hilado, que puede dividirse en tres operaciones básicas:

- Atenuación de la densidad lineal requerida (según la fibra que se quiera conseguir).
- Aplicación de la cohesión a la hebra fibrosa, generalmente mediante torsión.
- Enrollar el hilo resultante en un paquete adecuado (bobinado).

Aunque existen varias tecnologías, el conocido como “ring spinning” o hilado en anillo representa el 70% de la producción de hilos de algodón. La principal razón de su éxito es la calidad superior del hilo, en particular su resistencia y uniformidad, sobre otros hilos producidos por otros sistemas.

Su calidad superior de hilo reside en un buen control, orientación y alineación de la fibra durante el hilado. Sigue siendo, con mucho, el sistema más popular. Su principal desventaja es la tasa de producción, debida a las limitaciones de velocidad del eje (productividad), por el alto consumo de energía, desgaste del través y generación de calor y tensión en el hilo.

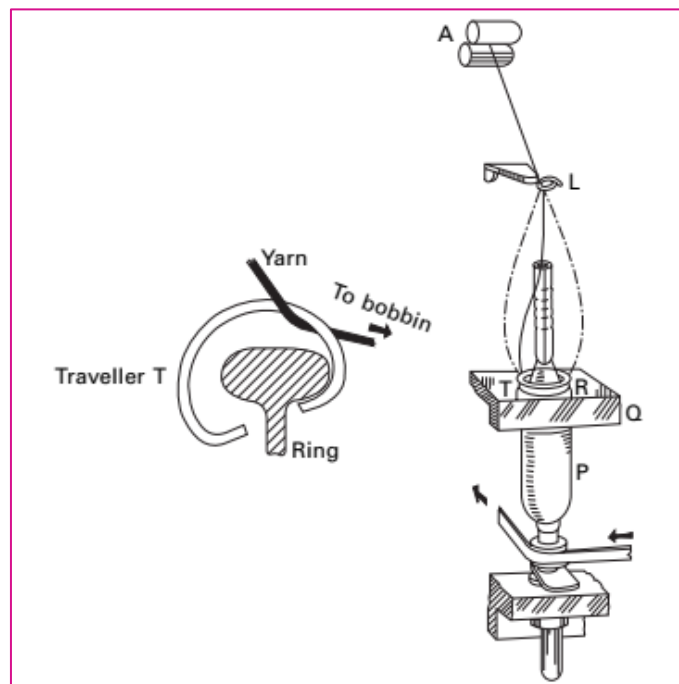


Figura 14 - Ring spinning. (3)

Con este equipo, se va generando la fibra, y enrollándose a su vez en pequeños paquetes o bobinas, de no gran longitud.

Un último proceso puede aplicarse una vez obtenido el hilo de algodón, y es el winding (o bobinado). Esta etapa tiene como objetivo transferir el hilo de los paquetes de hilado (o bobinas) a otros de mayor tamaño para obtener paquetes (también llamados conos) de una longitud considerablemente mayor, siendo más adecuadas para procesos posteriores, como tejidos o telares. Además, también permite clasificar y eliminar los

defectos no deseados del hilo, como trozos delgados o débiles), además de su lubricación, si se requiere (3).

3.2.5 Sostenibilidad del algodón – El algodón orgánico

Se considera a la fibra de algodón como una fibra sostenible, igual que al resto de las fibras naturales, por su biodegradabilidad, su renovabilidad y su respeto con el medio ambiente durante todo su ciclo de vida. Pese a ello, también presentan sus más y sus menos, y se aprecian ciertos aspectos para tener en cuenta a la hora de valorar su sostenibilidad (6,9).

- En primer lugar, los cultivos de algodón pueden afectar al sustrato durante la preparación de la tierra, lo que puede llegar a generar erosión en el suelo. Actualmente, existen tecnologías que procuran minimizar estos daños y que esa mezcla del suelo no afecte en mayor medida al propio sustrato, ni a su ecosistema.
- El uso de tierra para el cultivo exclusivo de algodón ha disminuido considerablemente con las mejoras de las tecnologías de cultivo, pudiendo producir mayor cantidad en menor terreno.
- El aire puede contaminarse durante los procesos de desmontado y el resto de la producción, tanto por la emisión de polvo del campo como por el desprendimiento de pequeñas partículas de las propias plantas de algodón, a gran escala. Los equipos empleados actualmente han conseguido reducir la emisión de polvo, pero también es necesario seguir varias medidas de control durante esas etapas del proceso de manipulación.
- Aunque la fibra de algodón es sostenible, la producción de un kg de fibra de algodón precisa de más de 20000 litros de agua.
- En los tiempos modernos, los requerimientos de energía para la producción de algodón se han equilibrado mediante la producción de biocombustible, a partir de las semillas del propio algodón, de forma que se reutilizan los “restos” generados durante la cosecha de este, para alimentar el proceso.

Debido a la aparición de movimientos a favor del medio ambiente y la preocupación por los patrones de consumo existentes, insostenibles a largo plazo, la búsqueda de alternativas más sostenibles se ha convertido en una necesidad. El algodón representa el 38% del consumo mundial textil, y el área dedicada al crecimiento de esta fibra se corresponde con el 2,4% de las tierras de cultivo mundiales, a lo que le corresponde el 16% del consumo de pesticidas.

Una alternativa existente es el algodón orgánico. A diferencia del algodón convencional, este no requiere de ningún tratamiento con pesticidas, ya que los tratamientos para plagas son procesos naturales, emplea fertilizantes naturales y no se tratan con herbicidas. Aunque, su mayor diferenciación se encuentra principalmente en el ciclo de las estaciones: la cosecha orgánica se lleva a cabo durante el tiempo de maduración, sin necesidad de inducirlo. También implica la rotación y consorcio de cultivos.

Pese a todo lo anterior, como el crecimiento del algodón orgánico es limitado para hacer frente a las necesidades de la industria, también se requieren mejores acompañamientos para mantener el ritmo de la demanda requerida, lo que no lo hace tan industrialmente viable, y encareciendo su valor (4,8).

3.3 Fibras celulósicas artificiales: rayón y lyocell

Como ya se comentó anteriormente, las fibras de celulosa regenerada presentan un gran crecimiento exponencial en el mercado mundial en competencia con otros polímeros sintéticos. Su rol aumenta en sectores como el de las fibras, material de embalaje, y productos químicos, médicos y de higiene (6).

A continuación, se pasan a describir las fibras de rayón viscosa y lyocell, dos de las fibras de celulosa regenerada más características.

3.3.1 Rayón viscosa

Las fibras de viscosa se conocen por BISFA (el Buró Internacional por la Estandarización de las Fibras Artificiales) como fibras de celulosa obtenidas por el proceso de la viscosa. Esta producción domina el 80% del total mundial de fibras celulósicas.

La primera patente del rayón viscosa data de 1893, de Cross and Bevan (Inglaterra). En 1908, la fibra hilada de viscosa ya había sido aceptada como un componente clave en la industria textil. Presenta una buena posición respecto a la versatilidad, en las fibras artificiales, resultado de diseñar la fibra química y estructuralmente, aprovechando el punto de partida de la viscosa (6,14).

3.3.1.1 Características físicas y químicas del rayón viscosa

Las fibras de viscosa poseen excelentes propiedades estéticas, como el tener aspecto sedoso, buena sensación al tacto, y diferentes características de caída del tejido (o drapeo). Son fibras transpirables, suaves, confortables y fáciles de teñir.

Tiene propiedades comunes a las fibras celulósicas naturales, al partir de la celulosa como materia prima, pero las supera en otras. Por ejemplo, tienen una capacidad de absorción de humedad mayor a la del algodón.

Es una fibra que presenta buena resistencia a la abrasión y en seco, aunque tiene poca resiliencia y tiende a arrugarse con facilidad. Su resistencia térmica es ligeramente menor a la del algodón, y soporta de manera moderada los efectos de ácidos y bases, aunque presenta buena resistencia ante lejías y disolventes orgánicos.

En forma de textil, la viscosa ofrece una sensación de frescura y suavidad. El principal atributo de estas fibras es su hidrofilia (gran capacidad de absorción de agua), y la alta retención de agua de las fibras es una ventaja durante el procesado en húmedo. Son además biodegradables, como el resto de las fibras celulósicas.

Son fibras fácilmente teñibles y no se arrugan durante el calentamiento (son planchables) (6,14).

3.3.1.2 La fibra de rayón

En la figura a continuación se puede apreciar una vista longitudinal y transversal de la fibra de rayón. Como se puede ver, la forma de la fibra de rayón es mayormente redondeada, pese a tener diferentes pliegues a lo largo de la misma, no formando una sección circular perfecta, fruto de su proceso de fabricación.

Las fibras de viscosa están constituidas por celulosa II, celulosa amorfa y una región de estructura transitoria causada por el colapso de las altas cadenas moleculares que ocurren durante el proceso de hilado. El tratamiento con sosa produce una relajación estructural de estas cadenas de celulosa colapsadas lo que facilita su reorientación

hacia la estructura cristalina de la celulosa II. Las fibras de celulosa con mayor contenido amorfo absorben mayor cantidad de agua (15).

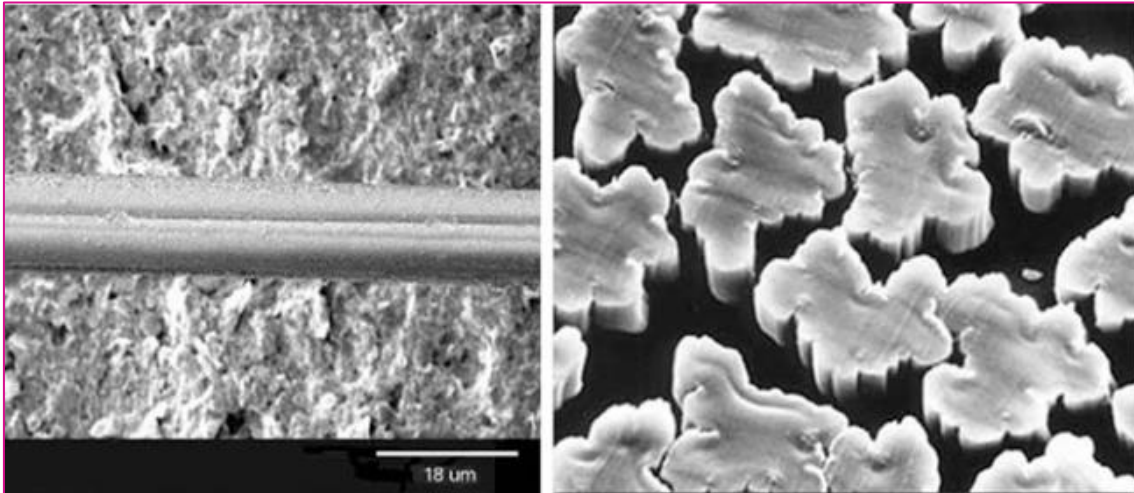


Figura 15 - Vista longitudinal y transversal de la fibra de rayón. (6)

Las propiedades de la fibra de rayón pueden variar dentro de un amplio rango, aún empleando el mismo compuesto y proceso de hilado. El nivel de estiramiento que se le aplica durante la fabricación determina los niveles de tenacidad y elongación de la fibra. Un alto grado de estiramiento da lugar a una fibra relativamente resistente al desgarro y de baja tensión.

Las propiedades obtenidas en la fibra (por ejemplo, la capacidad de trabajo, producto de la tenacidad y de la elongación) están fundamentalmente determinadas por el proceso y el disolvente empleado. El peso molecular de la celulosa debe estar en un rango óptimo, correspondiente al disolvente empleado en el proceso. La longitud de las cadenas de celulosa debe ser lo suficientemente grande para permitir la formación de las fibras, pero no demasiado largas, ya que aumenta la viscosidad de la mezcla en demasía, dificultando su extrusión (13).

3.3.1.3 Proceso de obtención del rayón viscosa

La manufactura se basa en la derivatización de la celulosa empleando disulfido de carbono. Se pasa a describir la fabricación de las fibras de rayón viscosa.

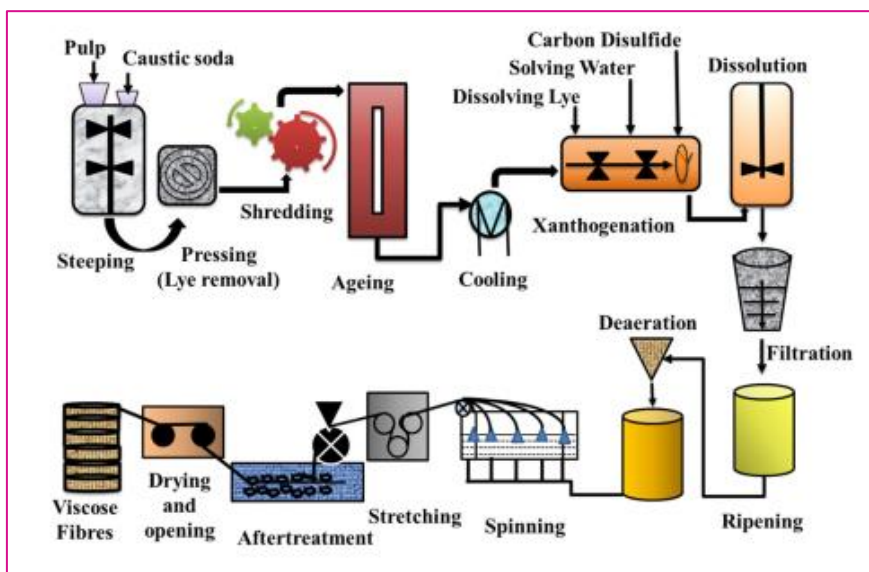


Figura 16 - Esquema del proceso de fabricación de la fibra de rayón viscosa. (7)

La materia prima empleada para la fabricación de estas fibras es la pulpa de madera. Puede extraerse de árboles como el abeto, el pino o la cicuta; lo más habitual es que proceda de maderas duras de fibra corta. Como se comentó anteriormente, antes de entrar al proceso la madera se purifica, eliminando la corteza de la madera, las impurezas y la lignina, de forma que tras esta etapa se obtengan placas de pulpa de celulosa limpias, que ya pasan al proceso de fabricación.

Tras la purificación, la pulpa de celulosa se estabiliza, hasta que esta recupera el nivel de humedad. Una vez hecho esto, se procede a mezclarla con una solución de sosa cáustica al 17,5%, para convertir la celulosa en celulosa de sosa. En este proceso se hincha y disuelve parcialmente la pulpa. Se conoce que, durante este paso, la interacción entre las soluciones álcali acuosas y la celulosa es muy crítica. Una de las opiniones principales respecto a este proceso las moléculas de hidróxido de sodio de la disolución forman hidratos con las moléculas de agua, y rompen los puentes de hidrógeno intra e intermoleculares entre las moléculas de celulosa. Estos hidratos posteriormente atacarán la celulosa, primero por las zonas más amorfas (localizadas entre las fibras, más cristalinas), generando la hinchazón. Una vez atacadas las zonas amorfas, estos hidratos se difunden más fácilmente entre las zonas cristalinas, dando lugar a la celulosa de sosa, o celulosa álcali.

Este proceso se conoce como mercerización, y no es un fenómeno de disolución, sino que consiste en un cambio en la morfología de la celulosa y en la estructura cristalina bajo este estado hinchado (7).

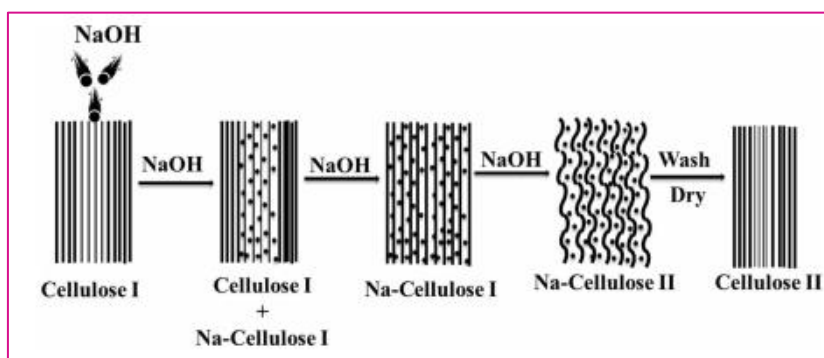


Figura 17 - Representación esquemática del proceso de mercerización. (7)

Estas planchas posteriormente se trituran, y pasan al proceso de envejecimiento. En él, se consigue reducir el DP de la celulosa de sosa de 1000 DP a 300 DP, gracias a la presencia de oxígeno, que rompe las cadenas de celulosa. Consiste en el almacenamiento de la celulosa de sosa en tambores galvanizados, durante 48 horas a 28°C. Al salir de esta etapa, las migas de celulosa presentan un color blancuzco.

Una vez la pulpa está envejecida, continua con la etapa de xantación. En este proceso, se forma el xantato de celulosa, mediante la mezcla de las migas de celulosa envejecidas con disulfuro de carbono (al 10% en peso de las migas), en unos tambores mezcladores durante unas tres horas. El color blanco de las migas pasa a rojizo.

Tras esto, se mezcla de nuevo con sosa cáustica, durante 4-5 horas, hasta adquirir un aspecto meloso y de color marrón claro. Este líquido se conoce como viscosa, y presenta un 6,5% de sosa cáustica y un 7,5% de celulosa en su composición. Esta viscosa se deja madurar durante 4 o 5 días, para reducir la viscosidad y que aumente el porcentaje de celulosa en la mezcla. Posteriormente, se filtra para eliminar posibles impurezas, y pasa a la etapa de hilado.

En el hilado, o proceso de spinning, se extruye la mezcla de viscosa (que está entre 40 y 45°C) a través de una plancha (spinneret) con unos agujeros de entre 0,05 y 1 mm de diámetro, que está sumergida en una solución de baño ácido, que consiste en un baño de coagulación compuesto de ácido sulfúrico (10%), sulfato de sodio (18%), sulfato de

zinc (1%), glucosa (2%) y agua (69%). La coagulación de los filamentos ocurre inmediatamente después de neutralizar y acidificar el xantato de celulosa. Este contacto de la viscosa con el baño ácido es lo que produce la regeneración de la celulosa.

Es interesante considerar la concentración de ácido y su influencia en el baño de coagulación, ya que un menor contenido en ácido lleva a una regeneración de la celulosa más suave. Sin embargo, un contenido elevado en ácido resulta en una pérdida masiva de DP, que no es conveniente (13).

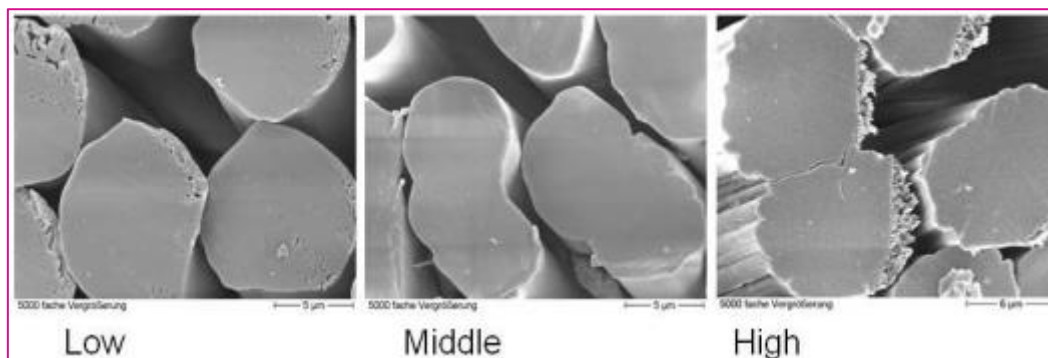


Figura 18 - Influencia de la concentración de ácido en el baño de coagulación en la fibra de viscosa (de izda. a dcha. bajo, medio y alto). (13)

Para conseguir las propiedades de tracción y tenacidad óptimas que se requieren, es necesario estirar las fibras durante la extrusión, o inmediatamente después. Estas fibras no poseen las capacidades de otras fibras, como el poliéster, capaces de estirar a posteriori del hilado, por lo que es necesario hacerlo lo antes posible, sea tras o durante el hilado. Generalmente consiste en dos etapas, una en la que se produce un estiramiento con pinzas justo después del baño de coagulación, y otra en la que se enrollan las fibras en grandes rollos, tensándolas (6,11).

3.3.1.4 Sostenibilidad del rayón viscosa

La materia prima empleada en la fabricación de este tipo de fibras es un recurso considerado renovable, y además reabastecible, ya que los árboles crecen por sí solos sin necesidad de riego, más allá de las propias precipitaciones, y es un cultivo sin demasiadas exigencias, lo cual la hace ventajosa respecto a otras fibras de manufactura sintética y cuya materia prima proviene de los combustibles fósiles.

Sin embargo, el proceso de fabricación del rayón emplea muchos químicos contaminantes, como los diferentes compuestos de azufre y la sosa cáustica. Uno de los mayores problemas ambientales con la producción de viscosa es la generación de efluentes dañinos. Actualmente, se ha conseguido que el 70% del disulfuro de carbono (otras fuentes indican que solamente el 50%) empleado en el proceso sea reciclado, y que el 30% restante pueda ser transformado en ácido sulfúrico, que puede emplearse en otros procesos, intentando reducir la generación de desechos.

Con todo, la principal preocupación de sostenibilidad es el consumo de energía del proceso y el uso de combustibles fósiles que requiere la producción (alimentación de la maquinaria) (6,7).

3.3.2 Lyocell

El lyocell es el primer material de una nueva generación de fibras celulósicas, cuyo desarrollo fue motivado, entre otros, por el deseo de un perfil coste / comportamiento mejorado respecto al rayón, además de las continuas demandas a la industria de desarrollo de procesos más responsables con el medio ambiente, con empleo de

recursos renovables como materia prima (como ocurre con todas las fibras de celulosa regenerada). Fue concebido originariamente como una fibra textil, y puede ser diseñada para producir una amplia gama de caídas, tactos y texturas, además de efectos estéticos únicos. Además, su buena capacidad de absorción también lo convierten en una buena opción de material para papel y textiles no tejidos.

Es una fibra celulósica derivada de la pulpa de madera producida de plantaciones de árboles gestionadas de manera sostenible. Esta pulpa de madera es disuelta en una solución de óxido de amina. Lo que generalmente diferencia al lyocell de otras fibras celulósicas, es que su proceso es de disolución directa, sin la formación de un compuesto intermedio (como sí ocurre en el caso del rayón).

Las primeras muestras producidas de este material aparecen en 1984, aunque la producción comercial comenzó en 1988. Pese a haber patentes sobre la disolución de la celulosa con óxidos de amina (el disolvente orgánico empleado en la obtención del lyocell) desde la década de 1930, no fue hasta 1980 que la empresa británica Courtaulds comienza a investigar para desarrollar estas fibras, que ellos denominan como Tencel (marca registrada). Hizo falta superar grandes desafíos tecnológicos, como el proceso de hilado, la disolución y la recuperación de solvente. Es en 1989 cuando BISFA bautiza estas fibras con su nombre genérico, lyocell.

Su mayor diferenciación a favor del medio ambiente, respecto a otras fibras de celulosa regenerada, es lo respetuoso de su proceso de fabricación, ya que es posible recuperar más del 99% del disolvente empleado en el proceso, siendo reciclado al mismo, no generando desechos y reduciendo costes (6,11,16).

En la figura a continuación, se pueden observar los nombres comerciales de esta fibra.

Company	Company location	Trade name of fibres	Form of fibres
Lenzing AG	Mobile, USA Grimsby, UK	Tencel	Staple fibres for clothing textiles
	Mobile, USA Grimsby, UK	Lyocell Courtaulds	Staple fibres for technical textiles
	Heiligenkreuz, Austria	Lyocell Lenzing	Staple fibres

Figura 19 - Nombres comerciales de las fibras de celulosa obtenidas mediante NMMO. (14)

3.3.2.1 Características físicas y químicas del lyocell

Las fibras de lyocell tienen todos los beneficios de una fibra de celulosa, en el sentido de que son biodegradables y absorbentes. Son, además, térmicamente estables.

Presentan una baja elongación y una alta resistencia tanto en mojado como el seco, de igual forma que le pasa al algodón, lo que le permite la producción de hilos más finos y telas más ligeras. Esa alta resistencia también facilita su uso en varios tratamientos de acabado químico y mecánico, tanto en condiciones convencionales como extremas. Su tenacidad en seco también es significativamente más alta que la de otras fibras, cercana incluso a la del poliéster.

En estado húmedo, retiene el 85% de su resistencia en estado seco, y es la única fibra de celulosa regenerada que es más resistente que el algodón en estado mojado (fibra la cual presenta excelentes propiedades en ese estado, como se comentó anteriormente).

Se puede resumir en que las fibras de lyocell combinan las propiedades deseadas de las fibras de viscosa (confort en el uso, inhibición ante el agua o biodegradabilidad) con las capacidades de las fibras de poliéster (alta resistencia).

Estas fibras se emplean fundamentalmente para prendas de vestir, especialmente para “outwear”, pero, además, en los sectores técnicos, debido a la alta fibrilación que presentan, se puede aplicar a la manufactura de textiles no tejidos, filtros o papeles especiales (11,14,16,17).

3.3.2.2 La fibra de lyocell

En la figura 19 puede verse una vista transversal y longitudinal de las fibras de lyocell.

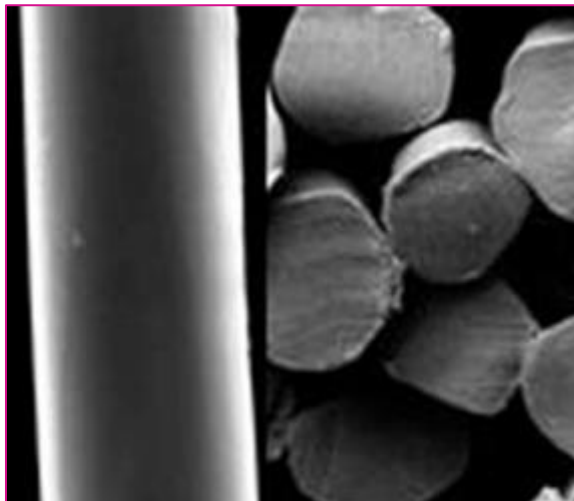


Figura 20 - Vista longitudinal y transversal de las fibras de lyocell. (6)

Estas fibras tienen una estructura altamente cristalina, en la que los dominios cristalinos se dispersan continuamente a lo largo del eje de la fibra. Esto es lo que favorece la buena resistencia en húmedo. Su superficie es lisa, con una sección transversal circular y apariencia homogénea. Los valores medios de DP y cristalinidad son mayores que los de la viscosa, lo que implica mejores propiedades mecánicas.

El empleo de la coagulación con aire en la fabricación de estas fibras consigue que las fibras se orienten primero y posteriormente cristalicen, lo que hace que tengan esa alta cristalinidad, que las zonas amorfas estén orientadas, la poca rugosidad superficial y el arreglo longitudinal. Las fibrillas producidas naturalmente están más paralelas que en cualquier otra fibra celulósica gracias a esa coagulación.

Pese a presentar muchas ventajas respecto a la otra fibra celulósica regenerada por excelencia (el rayón), el lyocell no ha sido capaz de reemplazarlo por completo. Esto es debido a la fibrilación de las fibras.

La fibrilación es un fenómeno que ocurre cuando la fibra se somete a estrés en estado húmedo, generando limitaciones en su uso. Sucede en otras fibras celulósicas altamente orientadas, y genera que las fibrillas de la superficie (pequeñas estructuras con forma de fibra) se pelan del cuerpo principal, pero permanecen unidas a él. Esta fibrilación favorece la eficiencia de la filtración, la permeabilidad del aire, la resistencia a rotura y la opacidad del tejido. Aunque la fibrilación puede ser empleada para crear efectos atractivos en los tejidos, sigue siendo un desafío eliminar este fenómeno. Dentro del trabajo realizado, se sugieren modificaciones como tratamientos enzimáticos, tratamientos alcalinos, o entrecruzamiento, entre otras (10,14,16).

3.3.2.3 Proceso de obtención del lyocell

Como se comentó anteriormente, el lyocell se obtiene mediante la disolución directa de la celulosa de la que parte, sin necesidad de generar un producto intermedio que dé lugar a la fibra posteriormente regenerada, como ocurre en el proceso de la viscosa.

La fabricación del lyocell emplea un disolvente orgánico de óxido de amina, que es el óxido de N-metilmorfolina (en adelante NMMO). Con este disolvente se prepara una solución de celulosa que posteriormente se hila para dar lugar a las fibras.

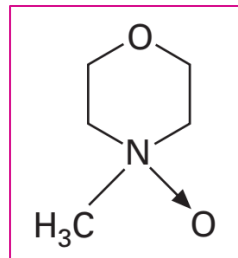


Figura 21 - Molécula de óxido de N-metilmorfolina. (16)

El proceso de obtención consta fundamentalmente de tres etapas: la formación de la solución de celulosa, agua y NMMO, el drenaje del agua, y el hilado.

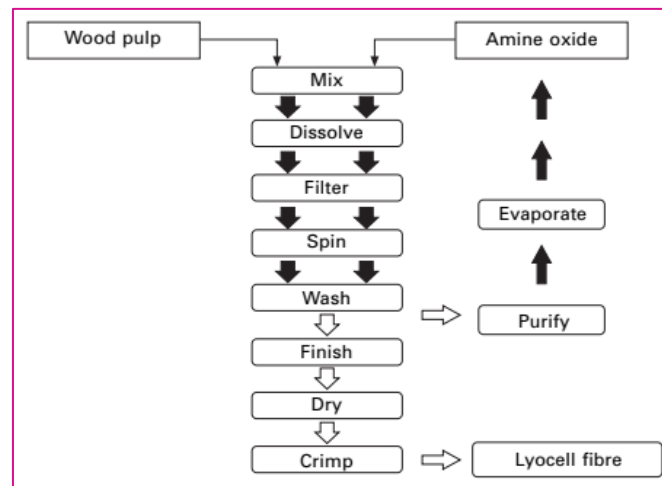


Figura 22 - Proceso de fabricación del lyocell. (16)

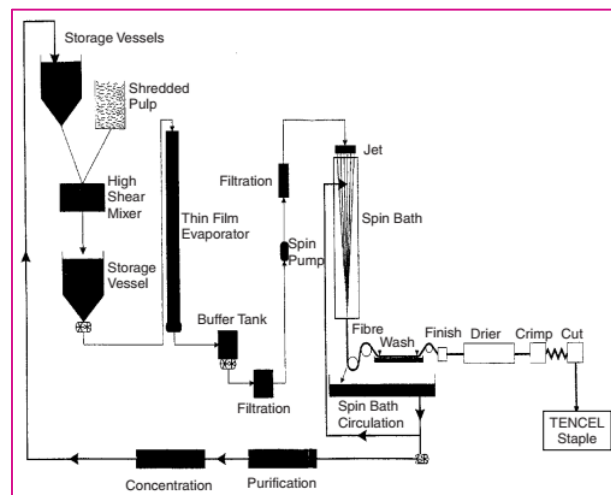


Figura 23 - Proceso de fabricación de la marca comercial Tencel (de la empresa Acordis). (11)

En primer lugar, de manera similar al comienzo de la fabricación del rayón, la pulpa de celulosa se empapa con la solución de óxido de amina, para que penetre completamente en las fibras de la pulpa. Esa solución de óxido es acuosa, con una concentración del 76-78%, y que además puede incluir otros aditivos, como inhibidores de degradación, o dióxido de titanio, si se quiere fibras sin brillo o mates. Esta mezcla consigue las fibras de pulpa hinchadas, con una consistencia pastosa.

Durante este hinchado, las moléculas de solvente penetran en las regiones intra e intercristalinas de la estructura de la celulosa e hinchan las fibras hasta una longitud determinada. En este proceso se espera destruir concienzudamente la estructura cristalina de la celulosa para formar una solución homogénea.

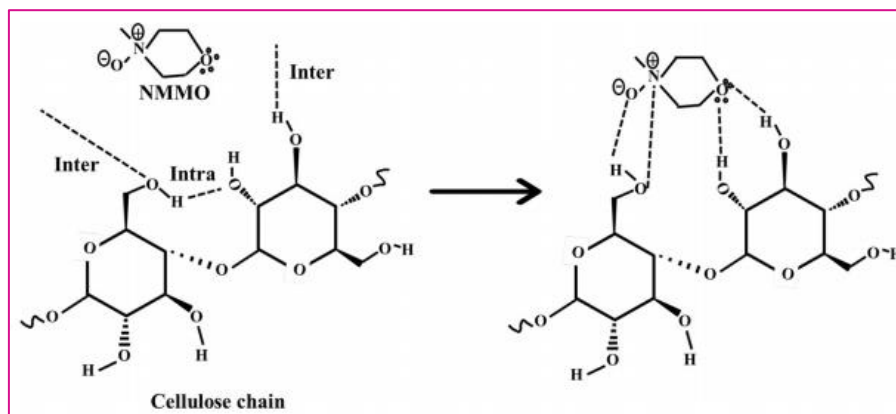


Figura 24 - Mecanismo de disolución de la celulosa en NMMO. (7)

La excelente capacidad disolvente del MMO es debido a sus fuertes dipolos N-O y su basicidad, haciendo que sea un excelente aceptador de puentes de hidrógeno. El enlace N-O tiene más basicidad que el grupo hidroxilo de la celulosa, por lo que interactúa con su átomo de hidrógeno y genera nuevos puentes entre el NMMO y la celulosa, recuperando los enlaces inter e intramoleculares, como se puede ver en la figura 24.

Tras esto, la solución de celulosa se calienta en vacío, para eliminar la suficiente cantidad de agua y generar una solución viscosa y clara, de forma que el porcentaje de celulosa se mantenga entre un 10 y un 18%. Esta etapa del proceso se realiza en un evaporador de agua de película delgada, y se hace en vacío porque permite reducir la temperatura de evaporación del agua, y evitar así que el óxido sufra un proceso de degradación exotérmica por sobrecalentamiento, pudiendo perjudicar la mezcla.

Una vez la mezcla está caliente, es necesario filtrarla antes de pasar a la etapa de hilado. La mayoría de las impurezas presentes en la mezcla son introducidas con la pulpa de alimentación, como fibras de la pulpa que no son capaces de disolverse, o compuestos inorgánicos, como arena o ceniza.

Tras esto, la mezcla se hila. En esta etapa la mezcla se divide en una serie de subcorrientes, que alimentan a diferentes chorros de hilado. Mediante una bomba, la mezcla se extruye a través de cada chorro (que consta de su spinneret correspondiente), y se hace girar a través de una brecha de aire, hasta acabar en contacto con un baño giratorio, que también contiene NMMO diluido.

El hilar la mezcla directamente dentro de un baño acuoso implicaría que la mezcla de celulosa fuera muy diluida, lo que aumentaría el coste por su dificultad de manejo, y que además generaría que las fibras obtenidas presentasen unas propiedades generalmente inferiores a las de la viscosa, lo que no es de interés. Por ello, el extruir la solución sobre un chorro de aire permite tener mezclas con mayor contenido en celulosa, siendo más económicas, y que además favorece la orientación de las fibras, lo que desemboca en buenas propiedades de resistencia y elongación.

Una vez hiladas, las fibras son sometidas a un proceso de lavado, para eliminar los posibles restos del solvente adherido a las fibras, con agua caliente desmineralizada. Ya limpias, las fibras reciben secado y los tratamientos pertinentes según el acabado requerido en ellas (10,14,16).

3.3.2.4 Sostenibilidad del lyocell

Además de la baza positiva que supone su propio proceso de obtención, el lyocell presenta buenas razones para ser considerado un material sostenible. De igual forma que el resto de las fibras celulósicas, la materia prima empleada es renovable, por ser pulpa de madera, lo que también hace que sean fibras biodegradables.

No obstante, este proceso también tiene algunas desventajas, como la aparición de reacciones oxidativas colaterales, inestabilidad térmica (o más bien las altas temperaturas requeridas para el proceso de disolución), y, como ya se comentó, la fibrilación incontrolada. Como resultado de esto, varias reacciones secundarias, y compuestos derivados se forman en la mezcla de agua, NMMO y celulosa. Genera efectos perjudiciales, como la degradación de la celulosa, decoloración temporal o permanente de las fibras, disminución de las propiedades de comportamiento del producto, descomposición del óxido y aumento del consumo de estabilizantes térmicos (6,7).

3.4 Estado del arte: previo estudio de los tejidos

El análisis térmico puede emplearse para el estudio y caracterización de distintos materiales textiles, independientemente de cuál sea su naturaleza. Es habitual, por ejemplo, el uso de la termogravimetría y el DSC, conjuntamente combinados con otras técnicas como la espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) o la espectrometría de masa. La elección de la técnica a tratar en el estudio térmico de los tejidos depende de los fenómenos que quieran ser observados.

Para el caso de los tejidos de celulosa, es interesante conocer su comportamiento cuando es sometido a condiciones térmicas variadas. Cuando el material de celulosa se calienta, sufre una serie de cambios físicos y químicos, que afectan a sus propiedades físicas; independientemente que todos los tejidos celulósicos tengan la misma estructura de base, los tratamientos térmicos y fabricaciones particulares de cada tipo de tejido influyen en el comportamiento térmico de esa misma celulosa.

Por ejemplo, en el estudio para tejidos de lyocell y fibras tipo viscosa realizado por Carrillo et al. (18), con el objetivo de analizar la influencia del proceso de fabricación en la estructura de estos polímeros, se realiza un análisis FTIR, donde se muestra que el lyocell, de entre las dos, es la fibra más cristalina, compuesta principalmente por celulosa tipo II (la más estable), además de mostrar una mayor estabilidad térmica. También utilizan en este estudio la calorimetría diferencial de barrido (DSC), con la que se pueden apreciar las temperaturas de inicio del proceso de descomposición térmica, siendo el lyocell el tejido que alcanza las temperaturas mayores.

Otro uso de técnicas es aquel empleado por Wu et al. (19) en su trabajo, quienes plantean el uso de la termogravimetría combinada con la espectrometría, como herramienta para estudiar el cambio de masa durante el proceso de pirólisis y la carbonización en fibras de lyocell, e identificar los productos y mecanismos de la descomposición térmica. El empleo de la termogravimetría combinada con la espectrometría para estudiar la degradación térmica y cómo y cuándo se forman los residuos formados por la misma presenta bastantes ejemplos en estudios comparativos de tejidos celulósicos (20,21).

Otras características físicas de los tejidos pueden ser estudiadas para aportar información acerca de su caracterización, como pueden ser los estudios de humedad. Especialmente por su uso como material para prendas, factores como la transmisión de sudor y la capacidad de secado son importantes a tener en cuenta. Öner et al. (22) en su estudio realizan una evaluación del control de la humedad en diferentes tejidos, entre los que se encuentran tejidos de lyocell, algodón y viscosa, mediante los cálculos del índice acumulativo de transporte en un solo sentido (que es la diferencia entre el contenido de humedad acumulada entre las dos superficies de la tela) y la capacidad general de control de la humedad (que es un índice que indica la capacidad del tejido para gestionar el transporte de la humedad); según el estudio, las telas de algodón son aquellas que más tiempo emplean en humedecerse, lo que resulta interesante en su aplicación en prendas de ropa interior o de deporte.

También es posible encontrar estudios en los que se comprueba la capacidad de hinchazón de la celulosa, para diferentes fibras, de forma que se estudien también las propias estructuras de la celulosa, sin el empleo de las técnicas nombradas anteriormente. Otro estudio llevado a cabo por Carrillo et al. (15) concluye que las fibras de celulosa que contienen mayor contenido amorfo son capaces de absorber mayor cantidad de agua, ya que es más fácil para esta difundirse a través de estas partes; con ello que fibras como la viscosa y el modal absorban más agua que fibras como el lyocell o el algodón, cuyo contenido cristalino en fibras es mayor.

3.5 Objetivo del trabajo y aportaciones originales

De acuerdo con la literatura consultada, pueden ser presupuestos posibles comportamientos de los tejidos en base a diferentes aspectos de su naturaleza, como el tipo de material, el entrelazado de los hilos, la densidad lineal de trama, el gramaje del tejido... etc. Además, la literatura y los estudios observados en el estado del arte confirman la utilidad de diferentes análisis aplicados a un mismo tejido para completar su caracterización.

En este trabajo se pretende destacar el uso combinado de diferentes técnicas para su aplicación en el estudio y caracterización de materiales textiles celulósicos, y obtener una información sobre su comportamiento, comparando con el comportamiento teórico que deberían tener. Para ello, se realizarán diferentes ensayos empleando calorimetría diferencial de barrido, y termogravimetría, para observar y caracterizar el comportamiento térmico de los tejidos celulósicos estudiados.

Los tejidos estudiados serán tejido de algodón (con composición 100%), tejido de rayón viscosa (con composición 100%), y tejido de lyocell (con composición 70% lyocell, 30% poliéster). El interés de realizar este estudio con los tres tipos de tejido celulósico más comúnmente empleados es para observar las diferencias en su comportamiento, a pesar de estar obtenidos de la misma materia prima.

Aunque en la bibliografía es posible encontrar distintos estudios en los que se aplican diferentes técnicas de análisis térmico, en este trabajo tratamos de combinar distintas técnicas clásicas de análisis térmico, como el DSC o el TGA, con otras técnicas no tan empleadas, como la termografía. Por ello, se considera interesante complementar el análisis térmico antes propuesto con esta técnica, y apreciar las posibles diferencias generadas entre los tejidos a estudiar.

4 EXPERIMENTAL

4.1 Caracterización de las estructuras textiles

Previo paso al análisis térmico de los tejidos que nos atañe es importante plantear ciertas definiciones respecto a qué es un tejido o tela, y qué elementos la constituyen.

Conocemos como **tela o textil** a láminas planas y generalmente elásticas, más o menos anchas, gruesas, flexibles o consistentes. Están generadas por la unión de fibras, y su aspecto varía en función del material, constitución y acabados que presenten.

En el campo textil, podemos hacer una clasificación básica en dos grandes grupos:

- **Telas tejidas, o tejidos**, resultantes del entrecruzamiento o enlazado de diferentes fibras entre sí.
- **Telas no tejidas, o textiles no tejidos**, constituidos por el enmarañamiento de fibras, obtenido y consolidado por diferentes métodos (laminado o conglomerado).

Las telas tejidas, a su vez, se dividen también en dos grandes grupos:

- Se conoce como tejidos de calada a aquellos formados por dos o más series de hilos que se anudan y enlazan entre sí, según una disposición establecida. Es la constitución de tejido más sencillo, constando de dos series de hilos que se entrecruzan perpendicularmente. Esos hilos se diferencian en dos grupos:
 - o La **urdimbre** es el conjunto de hilos situados en el sentido longitudinal del tejido. Suelen ser más torcidos y resistentes.
 - o La **trama** es el conjunto de hilos en el sentido transversal del tejido. A cada hilo de trama se le conoce usualmente como pasada.
Lo propiamente conocido como **calada** es el ángulo que forman los hilos de urdimbre en el telar, u otra técnica empleada, siguiendo un orden dado.
- El otro grupo de las telas tejidas se conoce como tejidos de punto, los cuales se diferencian en:
 - o Los **tejidos de punto por trama** son aquellos en los que el hilo se enlaza consigo mismo. Son los típicos que podemos encontrar en prendas de calceta o ganchillo.
 - o Los **tejidos de punto por urdimbre** están formados por una serie de hilos que constituyen una urdimbre (como en los tejidos comunes) y que se enlazan unos con otros según una trayectoria establecida).

Por otra parte, los textiles no tejidos se clasifican en dos tipos:

- Las telas laminadas son aquellas formadas por fibras entrelazadas entre sí, formando una especie de manta. A estas se les da consistencia por medio de apresto, que es la preparación a la que se somete a los tejidos para favorecer su consistencia, lustre, pulimento y firmeza.
- Las telas conglomeradas son aquellas formadas por la agrupación de fragmentos de materia (igual o distinta) con tal coherencia que resulta una lámina compacta, con celdas y agujeros.

Para identificar completamente la estructura física de los tejidos que vamos a estudiar, es necesario observar además el tipo de ligamento que los constituye.

El **ligamento de un tejido** es la relación o manera en la que los hilos y las pasadas se entrecruzan y enlazan entre sí para formar el propio tejido, según un dibujo

predeterminado. Existen diferentes formas de constitución del ligamento, pero los ejemplos más característicos son los siguientes:

- **Tafetán:** ligamento simple formado por dos hilos y dos pasadas en el que cada punto de ligadura es un tomo (hilo por encima de la pasada) rodeado por un deajo (pasada por encima del hilo). Su enunciado es 1 e 1 (porque los hilos van 1 a 1).
- **Sarga:** es un ligamento simple de bordones inclinados en diagonal (hacia la derecha o hacia la izquierda). Si las necesidades de urdimbre y trama son las mismas, el ángulo de la diagonal es de 45 grados. Su enunciado es n e 1 (del derecho, del revés es 1 e n).
- **Raso:** es un ligamento simple que produce una superficie más deslizante, y cuyos puntos de ligadura quedan separados y equidistantes entre sí. Su enunciado general es m e n, donde m y n deben ser primos entre sí y mayores que 1.

Para determinar el tipo de tejido y el ligamento que lo constituye para una pieza textil, puede realizarse un examen visual con ayuda de una lente de aumento. En casos en los que el tejido sea muy tupido y esto dificulte la observación de la trama, puede realizarse la identificación cortando un trozo de tejido de forma que la urdimbre sea perpendicular a la trama, y con ayuda de un punzón se vaya destejiendo poco a poco, y anotando cómo evoluciona (tomo y deajo). Se hace hilo a hilo hasta apreciar repetición en el curso del ligamento (23,24).

En nuestro caso, emplearemos la ayuda de un microscopio USB, que nos proporcionará imágenes de aumento para tratar de distinguir de forma visual la constitución de los tejidos que vamos a estudiar.

Además de todo ello, es necesario realizar el cálculo de la densidad. La **densidad de un tejido (hilos por cm y pasadas por cm)** se determina con el número de hilos y pasadas por unidad de longitud, siendo esta un centímetro. La densidad por urdimbre es el número de hilos por centímetro, y la densidad por trama es el número de pasadas por centímetro. A mayor cantidad de hilos por centímetro, mayor densidad presenta el tejido.

El método para determinar la densidad se describe en la norma UNE EN 1049-2. Habitualmente, para realizar este cálculo se emplea un cuentahilos, que consiste en una lupa montada sobre un cuadrado de escala, de forma que pueda realizarse la cuenta visualmente; se efectúan varias pruebas para asegurar las mediciones. En el caso de tejidos muy tupidos o con ligamento muy difícil, puede realizarse esta cuenta mediante el marcado de un centímetro en el tejido a medir y se va destejiendo poco a poco (con ayuda de un punzón o una aguja) contando el número de hilos y pasadas (23,24).

En nuestro caso, además de contar con un cuentahilos, hemos realizado las cuentas destejiendo una muestra para cada uno de los tejidos, y contando la cantidad de hilos para trama y urdimbre.

Pueden complementarse estos valores de densidad, con el factor de cobertura y el gramaje de los tejidos estudiados; el primero será calculado mediante software de tratamiento de imágenes para contar los píxeles correspondientes a los huecos libres entre el entramado del tejido, y el segundo lo obtendremos midiendo un pedazo de muestra de dimensiones definidas, y trasladando las unidades a g/m². Estos valores resultan interesantes, ya que determinan el porcentaje de la cantidad de huecos libres de hilo (es decir, de aire) en el entramado del tejido (factor de cobertura), que afecta a su comportamiento térmico a efectos de disipación, asimismo como la masa correspondiente de cada tejido por unidad de área (el gramaje).

4.2 Ensayos de comportamiento a la humedad

La **absorbencia** de un material textil es su capacidad de absorber y retener líquidos dentro de su estructura.

Se conoce como **recuperación de humedad** a la capacidad de una fibra seca de absorber humedad. Algunas fibras absorben la humedad de forma que el agua se mantiene en la superficie de la fibra, en lugar de ser absorbida hasta el interior de esta. Se conoce como **capilaridad** cuando la humedad viaja a lo largo de la longitud de la fibra, pero no es absorbida.

La absorbencia tiene en cuenta dos aspectos fundamentales:

- La **captura**, que es la capacidad de atrapar la humedad rápidamente a la velocidad que se entrega sin escurrimiento.
- La **capacidad de retención**, que es el mantenimiento de la cantidad de humedad que un material puede contener cuando se satura (se humedece) y se utiliza en condiciones normales de funcionamiento.

Una buena absorbencia requiere una captura rápida y una capacidad de retención elevada.

La velocidad de difusión del agua en un tejido tiene un gran interés, tanto para valorar la cinética de los procesos de teñido como para deducir la capacidad que tiene de captar el sudor de la piel con mayor o menor velocidad.

El estudio de la capacidad de absorción de los tejidos nos permitirá comprobar la existencia o no de diferencias entre los tres tejidos analizados, además de complementar el estudio térmico realizado para cada uno de ellos. (25–28)

Se realizarán dos pruebas con cada uno; en primer lugar, realizaremos un estudio de capilaridad, mediante la realización de dos tipos de ensayo diferentes y, en segundo lugar, un ensayo de absorción.

4.2.1 Estudio de la capilaridad

Para comprobar la capilaridad de los tejidos sometidos a este estudio, procederemos a ensayarlos de dos formas diferentes.

Spreading test

Este ensayo está basado en la norma ASTM D-7024. El concepto es sencillo: verteremos un mililitro de agua sobre el tejido tensado, y pasado un minuto comprobaremos cuánto se ha transferido en él, midiendo el diámetro máximo.

1. Preparación de la muestra

Cortaremos muestras de cada tejido lo suficientemente grandes para tensarlas con un bastidor de bordado. Esto nos permitirá que el tejido esté perfectamente estirado, y sin apoyarse en ninguna superficie, más allá de los bordes del bastidor. En nuestro caso, el bastidor empleado tiene un diámetro de 15 cm, por lo que las muestras necesitan tener un ancho y un largo un poco superior a esa medida para asegurar su sujeción. Antes de montar la muestra en el bastidor, planchamos las muestras para asegurarnos que no haya presencia de humedad en el tejido, y todas las muestras partan del mismo punto.



Figura 25 - Spreading test.

2. Desarrollo del ensayo

Una vez tenemos la muestra de tejido preparada, con ayuda de una jeringuilla vertemos 1 ml de agua sobre el tejido, sin aplicar mucha fuerza con el émbolo de esta, y a una distancia de 2 cm sobre la superficie, y cronometramos un minuto. Pasado ese tiempo, mediremos el diámetro máximo de propagación del agua en el tejido.

Wicking test

Este segundo método tiene como referencia la norma AATCC TM-197 (correspondiente a la American Association of Textile Chemists and Colorists), y consiste en dejar una muestra de tejido en contacto con agua, pudiendo hacer la medición final respecto al tiempo o respecto a la distancia:

- Medir el tiempo que tarda en llegar el agua a una distancia de la muestra dada, desde el punto de contacto con el fluido.
- Medir la distancia recorrida por el agua a través del tejido, para un período de tiempo definido.

En nuestro caso, realizaremos la medición respecto a la distancia recorrida. Cuanto mayor sea la longitud alcanzada por el agua, mayor será la capacidad del tejido para transportar agua a través suyo. En ciertos casos, cuando la altura del agua no puede determinarse debido a la dificultad de observarlo a simple vista, pueden emplearse técnicas termográficas (en este caso de estudio no es necesario).

1. Preparación de la muestra

Cortaremos una tira de muestra para cada tejido, de 20 cm de largo por 3,5 cm de ancho. Prepararemos los tejidos manteniéndolos 20 minutos en horno, a 100°C, de forma que eliminemos la humedad residual presente en las muestras, y para que todas partan con el mismo punto de humedad. Esperaremos a que enfrién y las mantendremos en una bolsa de vacío durante dos horas antes del ensayo. Una vez pasado este tiempo, cogeremos una de las muestras, tomando uno de sus extremos y lo aseguraremos alrededor de una varilla con un alfiler. Esto nos servirá para que la muestra de tejido quede suspendida sobre el líquido y en contacto con él.



Figura 26 - Muestras ensayadas durante el wicking test.

2. Desarrollo del ensayo

Colocaremos la varilla junto con la muestra apoyándola en los bordes de un recipiente con agua. El extremo libre de la muestra debe quedar sumergido 2 cm en el agua. A partir del momento en el que la muestra entra en contacto con el líquido, contaremos 15 minutos. Pasado ese tiempo, sacaremos rápidamente la muestra y haremos una primera medición de la distancia. Repetimos la medición pasados otros 15 minutos; con esto tendremos una medición a los 15 minutos y a los 30 minutos de poner la muestra en contacto con el agua, para ver la evolución de la distancia recorrida por el líquido a lo largo de la muestra.



Figura 27 - Configuración del wicking test.

4.2.2 Ensayo de absorción de gota

Este ensayo, también llamado Water droplet test, se corresponde con la norma ASTM TS-018. Su proceso es sencillo, y presenta similitud con el spreading test realizado

anteriormente, solo que en este caso se mide el tiempo que tarda el tejido en absorber completamente una gota de agua, colocada en su superficie.

Para la realización de este ensayo se emplean las mismas muestras y el mismo bastidor utilizados en el ensayo anterior, y se colocará la gota de agua sobre cada una con ayuda de un cuentagotas, de forma que la cantidad de agua empleada sea lo más exacta posible para cada uno de los tejidos. Registraremos el tiempo desde que la gota se apoya en el tejido hasta que éste la absorbe completamente, hasta un máximo de un minuto.

Un tejido con alta capacidad de absorción debería absorber inmediatamente la gota de agua, que debe extenderse de manera uniforme en todas direcciones. En el caso de una baja absorbencia, puede tardar unos segundos.



Figura 28 - Desarrollo del ensayo de absorción.



Figura 29 - Configuración del ensayo de absorción.

4.3 Caracterización térmica

El análisis térmico consiste en diferentes técnicas muy versátiles y con capacidad de aplicación a diferentes campos, como la tecnología de polímeros, la petroquímica, la industria farmacéutica, o como en nuestro caso de estudio, los materiales textiles.

Puede emplearse para la determinación de datos térmicos de un material (como el calor específico, la conductividad térmica o los puntos de fusión y ebullición), para observar los cambios estructurales debidos a la temperatura, para caracterizar el material mediante la determinación de temperaturas características (como la temperatura de transición vítrea), o controles de calidad y ensayos de pureza de composición (información aportada por los picos de fusión), entre otras aplicaciones (23).

Dentro de las técnicas existentes de análisis térmico, en este estudio se emplearán dos: la termogravimetría (TGA), y la calorimetría diferencial de barrido (DSC).

4.3.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La **calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés, Differential Scanning Calorimetry)** mide la absorción o emisión de calor producido durante el calentamiento o enfriamiento de una muestra, detectando las entalpías asociadas a las transiciones físicas o reacciones químicas que se produzcan durante el calentamiento o enfriamiento.

El DSC mide, en resumen, la energía que es necesario suministrar a una muestra para mantenerla a la misma temperatura que una muestra de referencia.

Cuando un material experimenta un cambio de estado o una reacción química, absorbe (proceso endotérmico, como la fusión) o desprende calor (proceso exotérmico, como la solidificación). Las transiciones cristalinas pueden ser también exotérmicas o endotérmicas, e igualmente ocurre con las reacciones de descomposición, como sucede con las fibras naturales. Los efectos térmicos pueden ser originados tanto por transformaciones físicas, como por reacciones químicas.

El método DSC detecta los cambios de entalpía que se producen en una muestra cuando es sometida a un calentamiento o enfriamiento controlado, bajo unas determinadas condiciones. Se mantienen las temperaturas de la muestra y de la cápsula de referencia iguales, de forma que la cantidad de calor que haya que suministrar a cualquiera de las dos para mantener idénticas sus temperaturas se mide continuamente en todo el intervalo de temperaturas, y durante el tiempo que dure el experimento. Este registro de flujo de calor suministra una medida de la cantidad de energía absorbida o desprendida en una determinada transición, y por lo que aporta una medida calorimétrica directa.

Es de aplicación más completa que la termogravimetría, ya que esta última técnica solo se puede aplicar cuando hay reacciones con variación de peso.

Entre otras aplicaciones, el DSC puede emplearse para el estudio de transiciones de primer orden, identificación de polímeros, estudios de polímeros, estudios de oxidaciones, estudios cinéticos, por nombrar algunos (23).

4.3.1.1 Instrumentación

En un equipo de DSC, la muestra y el material de referencia tienen sistemas de calentamiento y sensores de temperatura independientes, manteniendo a la muestra y a la cápsula de referencia a idéntica temperatura, controlando eléctricamente la velocidad a la cual se les transfiere el calor.

Está constituido por: un bloque portamuestras (que incluye los soportes para la muestra y la referencia, los termopares, etc.), un horno, un programador de temperatura, un dispositivo de registro (con amplificador de señal), y control de atmósfera y enfriamiento.

Como comentamos antes, cada portamuestra tiene su propio sistema de calentamiento individual, lo que le permite emplear un sistema operativo de balance nulo. Podemos definir esto con dos circuitos, de forma que uno de los circuitos asegura que las temperaturas de la muestra y la referencia se puedan aumentar a velocidad controlada, mientras que el otro controla que la entrada de potencia en el sistema sea la necesaria para compensar los efectos exotérmico o endotérmico que se produzcan en la muestra. Con eso, las dos temperaturas implicadas se mantienen iguales durante todo el intervalo.

4.3.1.2 Conceptos

Los efectos endotérmicos y exotérmicos son señal de cambios de energía térmica producidos en la muestra, en relación con la muestra de referencia. Para que una muestra se funda, hace falta suministrar energía en forma de calor para “romper” el estado sólido. Al ser un aporte de energía, se le considera un proceso endotérmico; la vaporización, por el contrario, es un proceso exotérmico.

También las reacciones de oxidación que conducen a la descomposición de un material son reacciones exotérmicas. Por ejemplo, controlando el **tiempo de inducción a la oxidación** de una muestra en atmósfera de oxígeno puro a una temperatura, se puede determinar relativamente la capacidad de protección de agentes antioxidantes presentes en grasas, aceites, etc.

La **entalpía** de una muestra se refiere a su contenido de calor, y los cambios exotérmicos o endotérmicos que sufran generan cambios en su entalpía. Ya que habitualmente se emplean condiciones de presión constante en análisis térmico, se interpretan los cambios de entalpía como un calor de reacción.

4.3.1.3 Curvas

En una curva DSC, se representa el flujo de calor (en mJ/s) respecto a la temperatura o el tiempo (en el eje de abscisas). En ellas se observan los tres fenómenos básicos: procesos exotérmicos, endotérmicos y cambios de capacidad calorífica (por desplazamiento de la línea base).

El proceso de cristalización y las descomposiciones son procesos exotérmicos, mientras que la vaporización y la fusión son procesos endotérmicos típicos.

Los cambios en la línea base permiten detectar transiciones vítreas de las muestras.

Las áreas de los picos son proporcionales a los efectos térmicos que experimenta la muestra, y permite efectuar determinaciones calorimétricas cuantitativas.

El tamaño de las muestras influye en los resultados obtenidos: con muestras pequeñas se consigue máxima resolución de los picos, picos de forma más regular, mejor contacto con la base, mayor facilidad de eliminación de volátiles (porque no se producen muchos), minimización del gradiente térmico en la muestra y mejores condiciones para utilizar velocidades de calentamiento mayores; por otra parte, con muestras más grandes se detectan fácilmente los efectos térmicos pequeños, con mayor precisión, y se producen mayor capacidad de volátiles (*que se pueden reutilizar para otro tipo de ensayos*).

4.3.1.4 Ensayo

Podemos resumir todo el proceso del ensayo realizado en DSC mediante el siguiente diagrama de flujo:

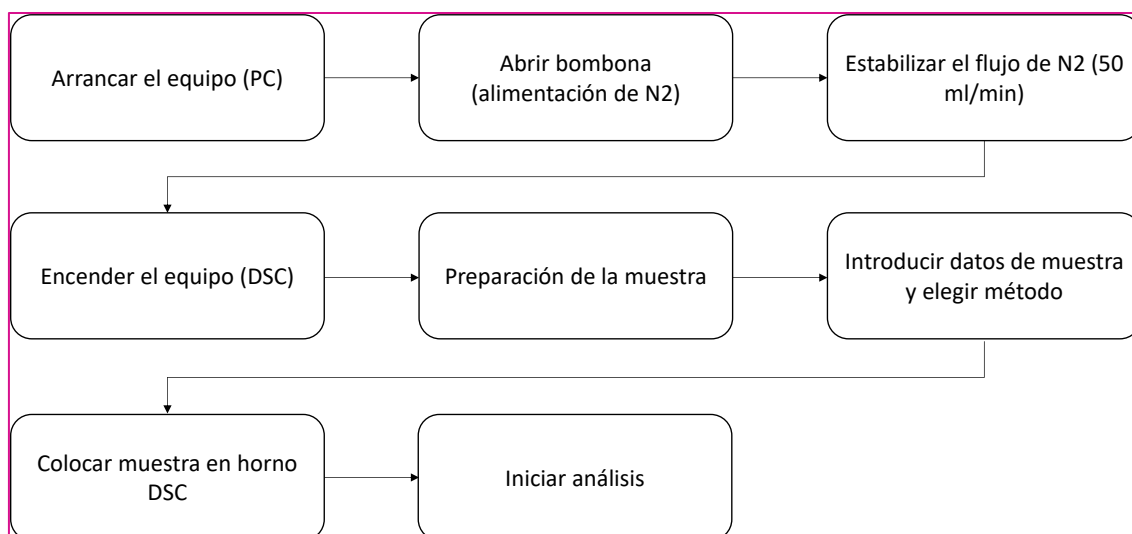


Figura 30 - Diagrama de flujo para el ensayo en DSC.

1. Preparación del equipo

En primer lugar, arrancamos el pc conectado al equipo DSC, y el software en el que introduciremos el programa al que someteremos a la muestra. Por otra parte, alimentamos al equipo DSC con el gas que constituirá la atmósfera de ensayo, que en este caso es nitrógeno; esperaremos unos instantes hasta que se estabiliza el caudal de fluido en 50ml/min.

Una vez hecho esto, arrancamos el equipo DSC. Mientras se calienta antes de arrancar el programa, preparamos la muestra que vamos a ensayar.

2. Preparación de la muestra

Primero pesamos la cápsula vacía (de aluminio) en la que introduciremos posteriormente la muestra, y anotamos su masa. Posteriormente, pesamos la muestra de tejido a ensayar y anotamos también su masa. De igual forma que se hará para el ensayo en TGA, para cada tejido se han realizado pequeños recortes circulares con una troqueladora. Procuramos que la masa de la muestra se encuentre entre los 4 y los 5 mg. Una vez introducida la muestra en la cápsula, esta se cierra a presión.

Tal como hicimos en el ensayo anterior, tomaremos nota en una hoja de cálculo del nombre de la muestra, su masa, la masa de la cápsula vacía y el número de discos troquelados empleados.

3. Colocación de la muestra e inicio del ensayo

Una vez tenemos la muestra preparada en su cápsula, abrimos el horno del DSC y con ayuda de unas pinzas, colocamos la cápsula con cuidado encima de su portamuestras. La cápsula vacía que funcionará como referencia se mantiene en el interior del horno. Una vez dentro ambas, cerramos la compuerta del horno.

Programamos el ensayo al que someteremos a la muestra. En el caso de este equipo, para todos los tejidos emplearemos el mismo programa, que consiste en los siguientes pasos:

- Cargamos la muestra e iniciamos a 20°C.
- Rampa de temperatura de 10°C/min hasta los -60°C.
- Mark end of cycle 0 → esto sirve para poder separar los tramos posteriormente en el programa de análisis gráfico.
- Rampa de temperatura de 10°C/min hasta los 200°C.
- Mark end of cycle 0.
- Rampa de temperatura de 10°C/min hasta los -60°C.
- Mark end of cycle 0.
- Rampa de temperatura de 10°C/min hasta los 200°C.
- Mark end of cycle 0.

De forma aproximada, la duración de estos análisis es de una hora y media, cada uno de ellos.

4. Extracción de la cápsula – fin del ensayo

Terminado el análisis, es necesario esperar al enfriamiento del equipo DSC antes de abrir la puerta del horno y extraer la cápsula de muestra; esperar hasta alcanzar la temperatura de descarga, normalmente entre 25-40°C. Este proceso de enfriamiento lo hace el equipo de forma automática, una vez se alcanza el fin del ensayo.

Durante el período de enfriamiento, puede ir preparándose otra muestra para realizar el ensayo siguiente.

4.3.2 *Termogravimetría (TGA)*

La **termogravimetría** es una técnica de análisis térmico en la que se mide la variación del peso de una muestra de forma continuada, en función de la temperatura, siendo esta temperatura regulada mediante un programa de calentamiento o enfriamiento, en función de lo que se quiera estudiar. La termogravimetría se emplea para diferentes estudios, fundamentalmente de descomposición y estabilidad térmica, aunque también se emplea para determinación de contenidos en humedad o materias volátiles, o estudios cinéticos.

4.3.2.1 **Instrumentación**

La instrumentación empleada en termogravimetría recibe el nombre de termobalanza. Esta termobalanza está constituida por una balanza de precisión, un horno (cuya temperatura es regulada mediante un software), y un registro.

Las balanzas empleadas habitualmente en termogravimetría son las balanzas de punto nulo. En estas, se asegura que la muestra ensayada permanezca siempre en la misma zona del horno, independientemente de los cambios que se produzcan en su masa. Estas balanzas presentan dos brazos: uno en el que se coloca la muestra, dentro de una cápsula, y otro en el que se coloca una cápsula vacía, que funciona como referencia.

Entonces, a medida que el peso de la muestra vaya variando debido al programa aplicado, el brazo de la balanza que carga la muestra se desvía de su posición de equilibrio. Esto es detectado por un sensor que percibe esa desviación y le aplica una fuerza que lo devuelve a esa posición nula o de equilibrio. Esa fuerza aplicada es directamente proporcional al cambio de peso que se produce en la muestra.

Estas balanzas están en el interior del horno del equipo durante todo el transcurso del ensayo. Podemos considerar a este horno como el corazón de la termobalanza. Debe acomodar los portamuestras correctamente, trabajar en régimen isotermo (estar bien aislado) y asegurar velocidades de calentamiento lineal en un amplio intervalo de temperaturas. Este horno conecta directamente con el programador.

Para poder medir correctamente la temperatura a la que está sometida la muestra en el interior del horno, pueden emplearse diferentes dispositivos, aunque lo más habitual es el uso de termopares. Esos termopares deben ser químicamente inertes a las temperaturas elevadas que pueden llegar a alcanzarse en el interior del horno, y su colocación respecto a las muestras dentro de este es crítica.

El programador es otro elemento del sistema, conectado directamente con el horno, y el que lo controla a lo largo de todo el proceso del ensayo. Además, es necesaria la presencia de un sensor de temperatura en contacto directo con el horno, que envíe información al programador y controlar la potencia eléctrica que es necesaria enviarle al horno.

Finalmente, tenemos el registro, en el que se toman datos del estado y del peso de la muestra a lo largo de todo el ensayo, en función de la temperatura. En la mayoría de los equipos modernos de análisis térmico, ya existe integrado un sistema informatizado de adquisición de datos, además de software para procesarlos.

4.3.2.2 Ensayo

Podemos resumir todo el proceso del ensayo realizado en TGA mediante el siguiente diagrama de flujo:

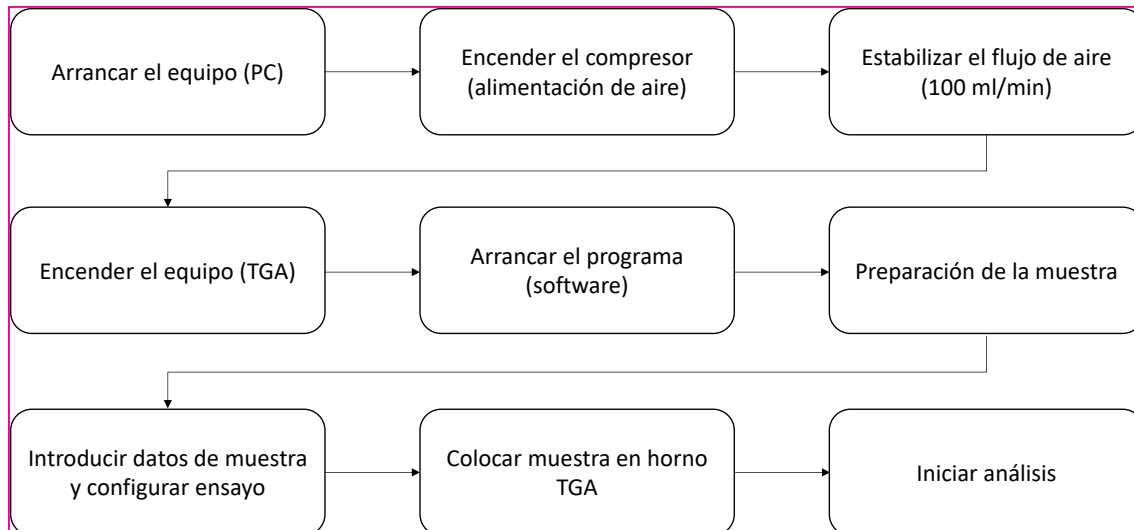


Figura 31 - Diagrama de flujo para el ensayo en TGA.

1. Preparación del equipo

Lo primero de lo que nos debemos ocupar antes de arrancar el propio TGA es de asegurarnos que el flujo del gas (normalmente aire o N₂) que constituirá la atmósfera el interior del horno esté estabilizado. En nuestro caso, realizaremos los ensayos en atmósfera de aire, por lo que necesitamos encender el compresor que alimenta a la línea de aire conectada al equipo, y regular la alimentación hasta alcanzar un flujo de aire de 100 ml/min (aproximadamente).

Mientras se alcanza ese nivel de flujo, vamos encendiendo el equipo (pc) conectado al propio TGA y arrancamos el software que regulará el programa de ensayo. En él, especificamos el nombre de la muestra, el tipo de cápsula, el ensayo que queramos realizar y la atmósfera. Para nuestro caso particular, la cápsula empleada como contenedor de las muestras es de alúmina, y el ensayo que realizaremos es una rampa de temperaturas, hasta 600°C. Esta rampa será para 5, 10 y 20°C/min. Como ya comentamos anteriormente, la atmósfera de los ensayos será aire (oxígeno).

Una vez que el flujo de aire está estabilizado, encendemos el TGA y abrimos el horno para introducir la muestra a ensayar.

2. Preparación de la muestra

Una vez el equipo ya está preparado para arrancar, preparamos las muestras de los tejidos que queremos ensayar.

Para cada tejido, hemos hecho pequeños recortes circulares con una troqueladora de aproximadamente 4 mm de diámetro. Para cada ensayo apilaremos en la capsula entre 6 a 7 discos, de forma que la masa de la muestra esté entre 14 y 15 mg.

Pesaremos esa masa de muestras en una balanza de precisión, hasta alcanzar un valor de masa entre los márgenes establecidos, e introduciremos los discos con cuidado dentro de la cápsula con ayuda de unas pinzas. Tomaremos nota en una hoja de cálculo del nombre de la muestra, su masa y el número de discos troquelados que la componen.

3. Colocación de la muestra e inicio del ensayo

Una vez tenemos la muestra preparada, de nuevo con ayuda de unas pinzas la colocamos en el horno del equipo, apoyándola con cuidado (es importante dejarla con cuidado debido a la sensibilidad de los brazos de la balanza) en uno de los brazos de la termobalanza; en el otro, como especificamos antes, estará otra cápsula de alúmina vacía, empleada como referencia. Ya colocada, esperamos a que se estabilice la temperatura en el equipo a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) y arrancamos el experimento, teniendo la compuerta del horno cerrada.

Como comentamos anteriormente, tendremos tres rampas de temperaturas según el ensayo (5, 10 y 20°C/min), pero todas finalizan a los 600°C.

La duración del análisis depende de la rampa aplicada en el ensayo, puede variar entre una hora y una hora y media.

4. Extracción de la cápsula – fin del ensayo

Terminado el análisis, es necesario esperar a que el TGA marque una temperatura inferior a 100°C para poder abrir el horno y extraer la cápsula. Este proceso de enfriamiento lo hace el equipo de forma automática, una vez se alcanza la temperatura final.

Durante el período de enfriamiento, puede ir preparándose otra muestra.

4.3.3 Análisis termográfico

Todos los cuerpos, por encima del cero absoluto, son capaces de emitir radiación infrarroja, es decir, calor. La mayoría de la radiación térmica emitida por los objetos a temperatura ambiente es infrarroja. De forma general, se puede afirmar que cuanto mayor es la radiación emitida por un cuerpo, mayor es su temperatura.

La radiación infrarroja es una radiación electromagnética con longitudes de onda más largas que la luz visible, por lo que el ojo humano no es capaz de percibirla. Su longitud de onda se encuentra entre las 0,7 y 1000 micras, correspondiéndole la región roja dentro del espectro electromagnético.

La termografía es un procedimiento de imágenes que muestran la radiación de calor, o luz infrarroja, emitida por un objeto o cuerpo, y que de forma natural es invisible al ojo humano. Es una medición que se realiza sin contacto, y que permite registrar y esquematizar temperaturas sobre áreas. Gracias a ella se describe la percepción de la emisión de calor de objetos, de forma que se consigue una idea exacta sobre posibles pérdidas térmicas, o determinar fuentes de calor.

El instrumento empleado en esta técnica consiste en una cámara termográfica o cámara térmica. Estos aparatos son capaces de crear imágenes empleando la radiación infrarroja, de manera similar a una cámara común forma una imagen empleando la luz visible. Esas imágenes se conocen como termogramas, y son una representación de la paleta de colores de las diferencias de radiación emitidas por un objeto. Son habitualmente monocromáticas, pero existen dispositivos que emplean “falsos colores”, aplicando colores de manera arbitraria a las diferentes longitudes de onda, que facilitan la interpretación con la vista. En este tipo de imágenes, los objetos calientes destacan muy bien contra fondos fríos, ya que a los primeros se les atribuye colores blancos y claros, mientras que a los otros se les asignan tonos más oscuros.

Los usos de este tipo de equipos son muy variados, yendo del mantenimiento industrial a la localización de seres vivos, o diseño y mantenimiento de circuitos, fugas de calor en edificios, entre otros. De los últimos usos destacados de estos equipos es la detección de personas infectadas con SARS Covid, distinguiendo a pacientes con fiebre o temperatura corporal elevada (29–31).

4.3.3.1 Instrumentación

La clasificación general de las cámaras termográficas suele dividir las en dos grupos.

Por un lado, están las cámaras cuyos detectores están criogenizados, estando estos contenidos en un recipiente sellado al vacío y mantenido a temperaturas muy bajas, lo que hace que la temperatura ambiental del detector no interfiera en sus lecturas. Estas cámaras presentan una alta sensibilidad, ya que la diferencia de temperatura respecto al cuerpo emisor detectado es mayor. Pese a ello, su empleo está reducido a las fuerzas militares, por sus desventajosas condiciones de operación y el alto coste de su fabricación.

En el otro grupo se encuentran las cámaras con detectores que opera a la temperatura ambiental, sin estar sometidos a bajas temperaturas. Los sensores que emplean pueden estabilizarse a una temperatura de operación, por encima de los cero grados Celsius, para reducir las interferencias de percepción de imagen, y por eso no requiere equipos de enfriamiento. Son más baratas y pequeñas que las anteriormente comentadas, lo que les permite ser empleadas en un gran número de funciones, pero también tienen mucha menor sensibilidad de resolución y su uso se limita a objetos cercanos, pues necesitan de ópticas con gran apertura.

En el caso que nos ocupa, que es observar cómo los tejidos estudiados disipan el calor acumulado a temperatura ambiente, nos basta con una cámara termográfica sencilla, capaz de registrar variaciones de temperatura entre los 20 y los 70 grados.

El equipo empleado consta de un módulo Máster Brick, con un microcontrolador y un módulo Thermal Imaging Bricklet, ambos de la marca comercial Tinkerforge. Este módulo presenta una cámara térmica de 80x60 píxeles, capaz de medir un rango de temperatura de -10°C hasta 450°C, y puede configurar un medidor de puntos para medir

la temperatura en una región definida por el usuario. Presenta dos modos de imagen: imagen de alto contraste e imagen de temperatura. En el primero, la imagen se muestra en escala de grises, permitiendo obtener datos de una región definida. En el segundo, cada píxel de la imagen representa un valor de temperatura, llegando a resoluciones de 0,01°C hasta 140°C. Este modo es por ello empleado para cálculos científicos y para analizar cambios absolutos de temperatura.

Para nuestro caso queríamos poder visualizar el proceso de calentamiento y enfriamiento de la muestra, y conocer la temperatura en el centro del punto. Supusimos que iba a ser un proceso rápido, por lo que tener precisión en la medición de un punto pareció importante para realizar una idea sobre cómo iba a comportarse la muestra. Es por esto por lo que, el modo empleado en los ensayos realizados con el equipo sea el de imagen de temperatura.

La otra parte del equipo es módulo Máster Brick que, con el uso de su microcontrolador y conectado a un ordenador (además de a la cámara) podemos ejecutar un programa que recoja los datos de temperatura en el tiempo en el centro de la imagen, y los guarde para poder representar gráficamente la evolución de la temperatura respecto al tiempo, a lo largo del ensayo (32).

4.3.3.2 Ensayo

El objetivo del ensayo es la observación del comportamiento de las muestras de tejido tras ser puestas en contacto con una superficie plana caliente, de forma que se pueda graficar hasta qué temperatura es capaz de alcanzar, y cómo se produce el enfriamiento del tejido.

Someteremos las muestras de tejido a dos temperaturas: a 70°C, por ser una cifra de temperatura elevada, pero de carácter intermedio, y otra un poco inferior, 50°C. El que sean temperaturas superiores a la temperatura corporal (que ronda sobre los 35°C) nos ayuda a visualizar mejor el salto de temperatura que se produce, que suponemos que será rápido, y apartamos los fenómenos físicos que pudieran producirse con temperaturas más cercanas a los 100°C, ya que en este ensayo se pretende observar la disipación de calor.

Podemos resumir todo el proceso del ensayo realizado con la cámara termográfica mediante el siguiente diagrama de flujo:

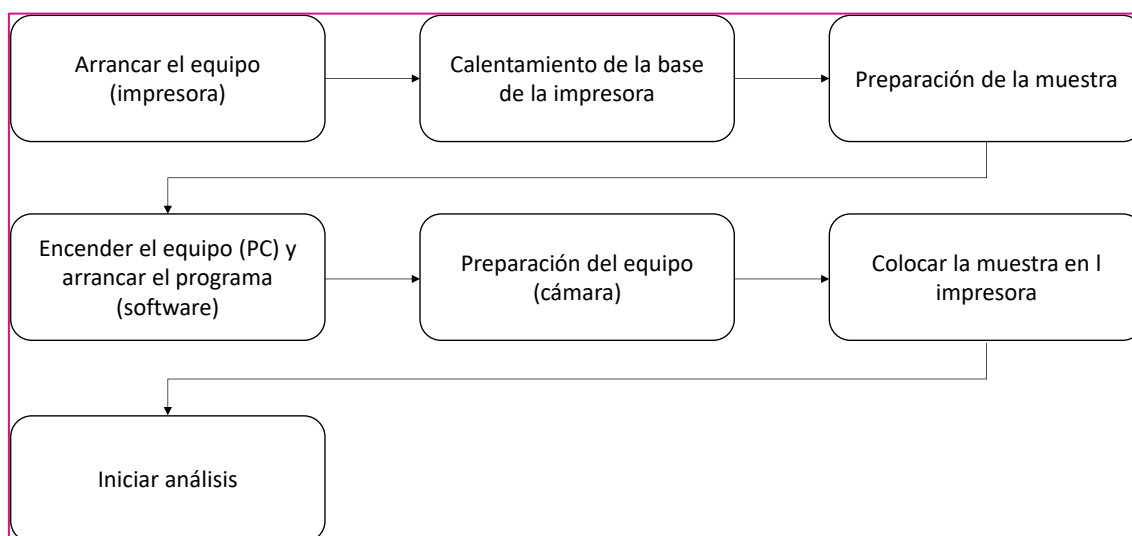


Figura 32 - Diagrama de flujo para el ensayo con la cámara termográfica.

1. Preparación del equipo

Además del módulo cámara ya explicado anteriormente, necesitamos de una fuente de calor regulable para poner en contacto con las muestras, y que además podamos desplazar de manera sencilla hacia la muestra. Para ello, emplearemos la cama de una impresora 3D, modelo Ultimaker 3. La cama de la impresora es una placa de temperatura y altura regulables, de forma que podemos marcar la temperatura del ensayo de manera exacta, y retirar del contacto con la muestra con facilidad.

El objetivo es que esta placa se alce, y entre en contacto con la muestra, transmitiendo a este calor durante un tiempo controlado, y posterior retirada, de forma que la muestra queda suspendida en el aire enfriándose a temperatura ambiente.

Debemos plantear una configuración segura y eficiente para la cámara y la impresora. Finalmente, mediante un trípode, colocamos la cámara encima de la impresora 3D apoyada sobre una de las esquinas superiores, de forma que la cámara enfoque al centro de la placa, que será donde estará colocada la muestra de tejido. Posteriormente conectamos la cámara al ordenador, ya encendido y con el programa de recogida de datos ya cargado, y una vez hecho esto, encendemos la impresora 3D.

Ese programa de recogida de datos consiste en un código realizado en lenguaje Python, con el programa Visual Studio, que guarda en dos archivos de texto la temperatura y su tiempo asociado, del punto central objetivo, que enfocaremos lo más exactamente posible con el centro de la muestra. Está configurado de forma tal que los instantes de contacto y retiro de la cama con la muestra coinciden para cada prueba realizada, haciendo que la isoterma generada durante el contacto con la placa dure el mismo tiempo para todas, asegurando la reproducibilidad del ensayo.

2. Preparación de la muestra

Para realizar el ensayo, emplearemos muestras de tejido de forma cuadrada, con medidas de 10x10 cm. Necesitamos que la muestra, como ya explicamos, quede suspendida en el aire tras retirar la placa de la impresora, por lo que hilvanamos unos hilos en dos laterales de la muestra, lo más cerca del borde posible, de forma que queden cuatro cabos de hilo en cada uno de los vértices de la muestra. Estos cabos serán prendidos a cada uno de los extremos de la impresora 3D, de forma que quede suspendida de la forma más uniforme posible.

3. Colocación de la muestra e inicio del ensayo

Tomamos los cuatro cabos de hilo de la muestra y los adherimos con un poco de adhesivo como indicamos a las esquinas de la impresora. Tras ello, estabilizamos, con la cama de la impresora en la posición más baja, la temperatura a la que realizaremos el ensayo (70°C o 50°C).

Una vez el sistema de ensayo está montado al completo, arrancamos el programa desde el ordenador, instante desde que el ordenador recoge las mediciones de tiempo (en segundos) y temperatura (en grados centígrados). Pasados 20 segundos, salta un aviso por pantalla que indica subir de posición la cama y ponerla en contacto con la muestra. Se quedará en esa posición hasta la siguiente etapa.

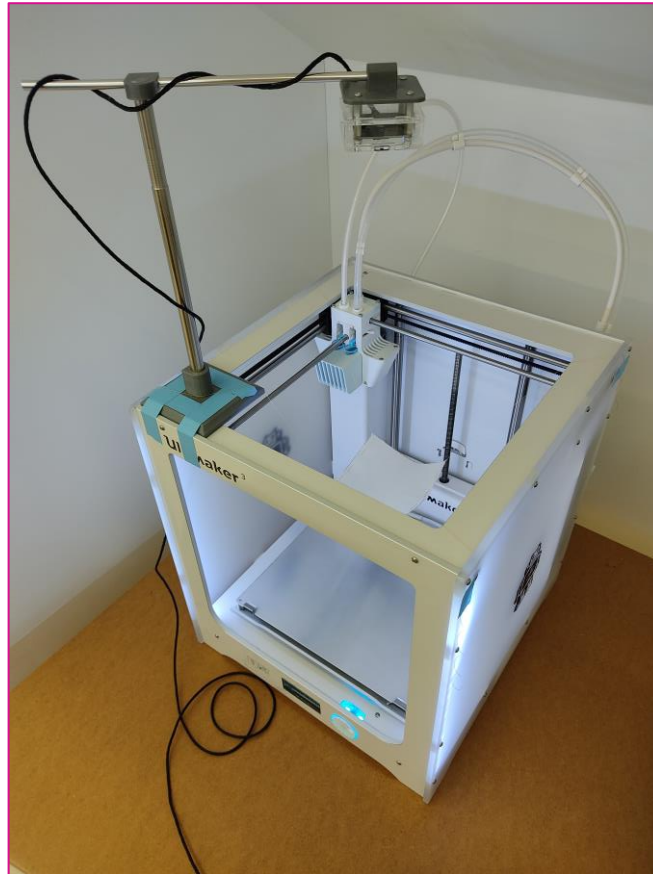


Figura 33 - Configuración del ensayo de termografía (elaboración propia).

4. Recogida de datos y fin del ensayo

Una vez pasados 200 segundos desde el cambio de posición de la cama de la impresora, salta un segundo aviso por pantalla que advierte de la bajada de la cama a su posición original. Desde ese momento la muestra queda en total contacto con el aire, y se enfría.

Ya transcurridos 450 segundos del ensayo, se para el programa, y se dejan de recoger mediciones de tiempo y temperatura para la muestra. Cuando el programa se detiene, se generan dos archivos de texto, uno con los datos de temperatura y otro con los datos de tiempo, pudiendo ser exportados a un Excel u otro programa de hoja de cálculo y graficarlos, de forma que podamos visualizar una curva de los procesos de calentamiento y enfriamiento del tejido a lo largo del ensayo.

Tras el fin del ensayo, retiraremos la muestra ensayada con cuidado y la cambiaremos con la siguiente, siguiendo el mismo método.

5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una vez realizadas todas las pruebas descritas anteriormente, pasamos a recoger y analizar todos los resultados obtenidos.

5.1 Caracterización de tejidos

Tal como indicamos en el apartado anterior, mediante el empleo de un microscopio USB determinaremos el tipo de entrelazado que presentan urdimbre y trama en las muestras de tejido ensayadas. Estas imágenes se muestran a continuación:

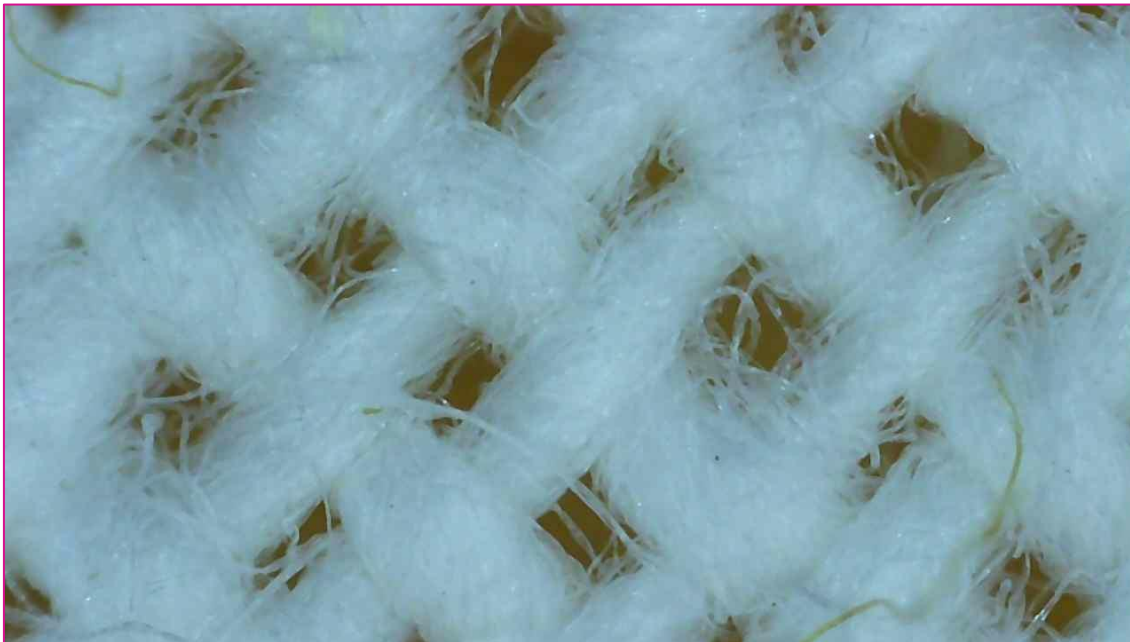


Figura 34 - Imagen de microscopio del entrecruzado de las fibras de algodón.

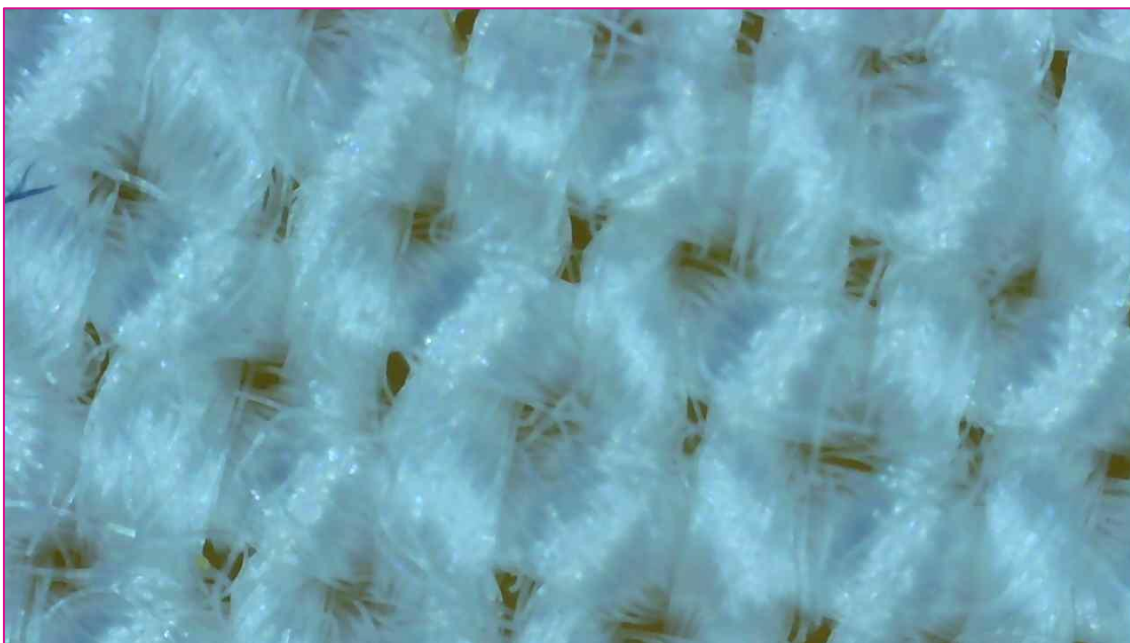


Figura 35 - Imagen de microscopio del entrecruzado de las fibras de rayón viscosa.

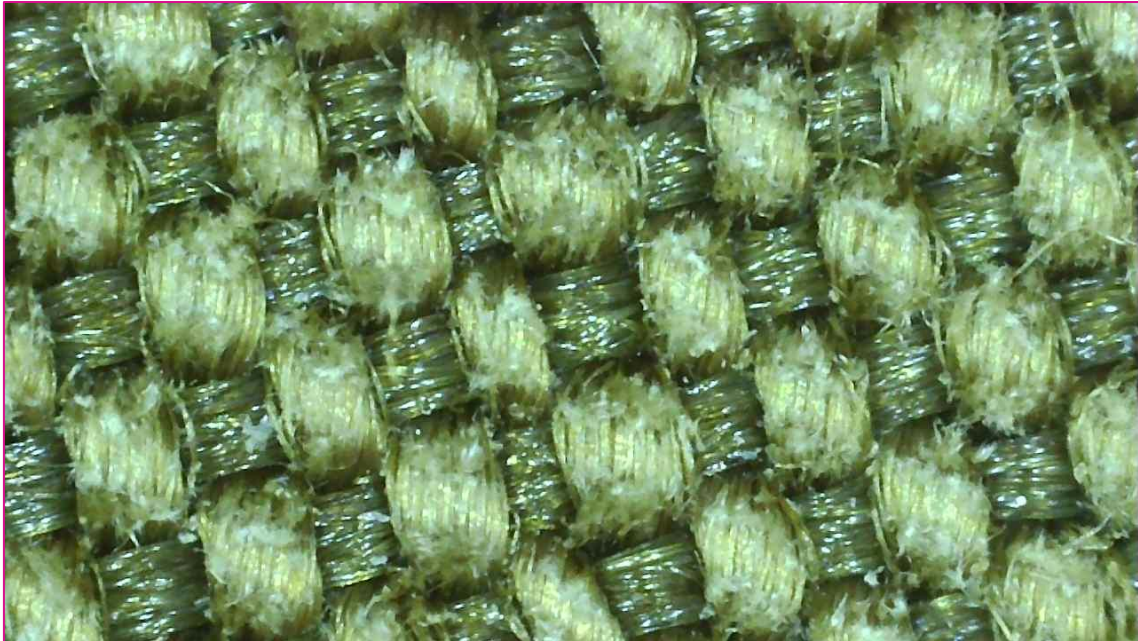


Figura 36 - Imagen de microscopio del entrecruzamiento de las fibras de lyocell.

Como podemos observar, los tres tejidos son de tipo calada, y con ligamento tafetán. Con estas imágenes, también podemos apreciar diferencias entre ellas, estando la trama menos prieta en el caso del algodón, en contraste con el lyocell, donde podemos ver que los hilos están más pegados entre sí. Para poder afirmarlo con mayor seguridad, debemos estudiar también la densidad del tejido.

Respecto al cálculo de la densidad de tejidos, los resultados obtenidos se muestran en la tabla a continuación.



Figura 37 - Muestras de cada tejido para el cálculo de densidad (de izda. a dcha. lyocell, rayón y algodón).

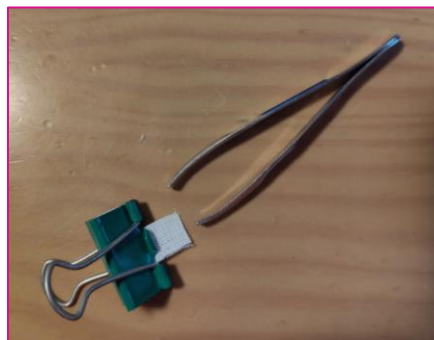


Figura 38 - Sistema empleado para el recuento de urdimbre y trama.

Tabla 1 - Medidas recogidas para urdimbre y trama de las muestras del tejido ensayadas.

Tejido	Urdimbre (hilos / cm)	Trama (pasadas / cm)
Algodón	22	17
Rayón	30	24
Lyocell	44	33

En vista de los resultados obtenidos, podemos afirmar que el tejido menos tupido de los tres es el algodón, y que el más tupido es el de lyocell. Esto podría afirmarse también en función de las imágenes macro obtenidas de los tejidos anteriormente, pero tras la cuenta de urdimbre y trama quedan completamente definidos. Esta caracterización es importante para tener en cuenta en la discusión de los resultados generados para los ensayos de análisis térmico, realizados a continuación.

De forma complementaria a estos resultados de densidad, también se presentan los obtenidos para el factor de cobertura. Como se comentó anteriormente, estos valores han sido obtenidos empleando las imágenes de los tejidos sacadas con el microscopio usb, y tratadas para delimitar el porcentaje que representan los huecos de los hilos en el entramado del tejido, para cada muestra. A continuación, pueden observarse las imágenes tratadas para poder realizar esa cuenta por ordenador.



Figura 39 - Imagen tratada en binario para la muestra de algodón.

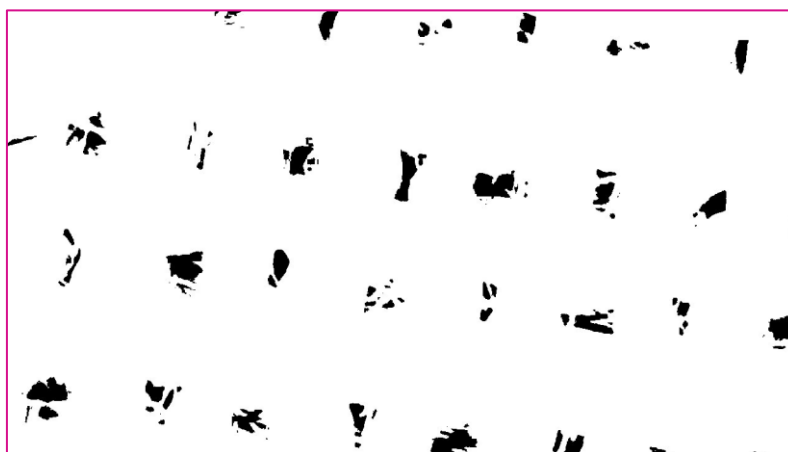


Figura 40 - Imagen tratada en binario para la muestra de rayón.



Figura 41 - Imagen tratada en binario para la muestra de Lyocell.

Los resultados obtenidos para el factor de cobertura se recogen en la siguiente tabla.

Tabla 2 - Factor de cobertura calculado para los tres tejidos.

Tejido	Pixel de tejido	Pixel de hueco	Factor de cobertura
Algodón	795930	125670	86,36%
Rayón	888912	32688	96,45%
Lyocell	912840	8760	99,05%

Con estos resultados, se puede apreciar que se reafirma la hipótesis planteada anteriormente con los valores de densidad de trama para cada una de las muestras; el lyocell es el tejido que mayor factor de cobertura tiene, que a su vez se corresponde con el alto valor de densidad de trama que presenta respecto al resto de los tejidos. El algodón es el que presenta menor factor de cobertura; sin embargo, los tres son notablemente altos, no son tejidos de calada que presenten grandes huecos entre sus hilos.

El que el lyocell presente el mayor valor de factor de cobertura puede implicar que se dificulte la disipación de calor en el tejido por convección, al estar los hilos muy cerca entre sí y apenas quedar huecos de aire entre ellos.

El último aspecto característico de estos tres tejidos que queda por definir es su gramaje. Tras haber pesado un pedazo de dimensión definida con una balanza de precisión para cada tejido, los valores obtenidos para el gramaje de las tres muestras se presentan a continuación.

Tabla 3 - Gramaje calculado de los tejidos.

Tejido	g/m ²
Algodón	133,3
Rayón	111,1
Lyocell	140,7

Se puede observar que, pese a haber diferencias entre ellos respecto al factor de cobertura y la densidad de trama, no se presentan excesivas diferencias en peso entre los tres tejidos presentados, por lo que puede ser más delimitante en su comportamiento térmico la densidad o la cobertura del tejido, que su propio peso, para ser comparados entre ellos mismos.

5.2 Ensayos de comportamiento a la humedad

Analizaremos los resultados obtenidos para cada una de las pruebas relativas a la absorción realizadas a los tejidos.

5.2.1 Spreading test

En la tabla a continuación se presentan los resultados obtenidos.

Tabla 4 - Resultados obtenidos para el spreading test.

Tejido	Diámetro máximo de absorción (mm)
Algodón	27
Rayón	65
Lyocell	No absorbe

Los resultados obtenidos para esta primera prueba son diferentes a lo esperado, por las propiedades de los tejidos estudiadas en la literatura. Por una parte, el rayón presenta una absorción bastante alta, generando un diámetro máximo de 65 mm, y que se esperaba ser igualado por la muestra de algodón. Pero para este caso, el diámetro conseguido por la dispersión del líquido en el tejido no fue tan grande como la conseguida en el rayón, también debido a la filtración del agua a través del tejido, quedando en la superficie sobre la que estaba apoyada el bastidor. Esa cantidad de líquido perdida fue medida, y correspondía a 0.6 ml, por lo que más de la mitad del agua empleada en el ensayo fue filtrada por el tejido. Pese a que el algodón debería presentar una muy buena absorción, ya que es una de sus propiedades, el tejido empleado en estos ensayos presenta una densidad pequeña, y con un entramado abierto y poroso, lo que puede facilitar que el líquido lo atraviese y no tenga el comportamiento esperado.

Por otra parte, tenemos el comportamiento del lyocell, que no fue capaz de absorber en absoluto el agua, a diferencia de las otras muestras. Tras la comprobación del movimiento del fluido sobre el tejido, puede suponerse que el tejido presente un tratamiento hidrófobo, que, para contactos de fluido como este, impida que el tejido absorba el agua o líquidos similares a esta de manera normal. No es algo extraño, ya que muchos tejidos celulósicos presentan tratamientos impermeabilizantes, pero que siguen permitiendo la transpirabilidad. Es posible que, para el tiempo marcado en este ensayo, esa barrera hidrófoba presente en el tejido sea suficiente para que no lo moje, pero si lo dejamos en contacto con él más tiempo, sí sea capaz de absorberlo.

5.2.2 Wicking test

Se presentan los resultados de este ensayo en la tabla a continuación.

Tabla 5 - Resultados obtenidos en el primer wicking test.

Tejido	Distancia (mm) pasados 15 min	Distancia (mm) pasados 30 min
Algodón	39	56
Rayón	90	120
Lyocell	21	35

De igual forma que en el caso anterior, los resultados no cumplen las expectativas esperadas por las propiedades teóricas de los tejidos estudiados, a excepción del rayón, que de los tres textiles tratados es el que mejores propiedades de capilaridad presenta, llegando a alcanzar 12 cm pasados 30 minutos desde el instante en contacto con el agua.

Sigue sorprendiendo la poca absorción que presenta la tela de algodón estudiada en este trabajo, ya que, pese al tiempo prolongado que implica este estudio, la absorción de humedad pasados 30 minutos es mucho menor a la conseguida por la muestra de rayón, la cual teóricamente tiene buenas propiedades de absorción, pero menores a las del algodón. Puede deberse a la constitución de la trama de este tejido en concreto, tal como comentamos anteriormente, y que la falta de densidad de este tejido también dificulte la absorción de agua en este caso.

Por otro lado, como supusimos antes, el lyocell, al mantener contacto durante un período de tiempo mayor a un minuto, parece presentar mejores resultados de capilaridad, como es de suponer por sus propiedades teóricas. Pese a ello, tampoco son grandes distancias las que recorre el fluido a lo largo del tejido, por lo que la posibilidad de un tratamiento hidrófobo en este textil tratado sigue presente (la presencia de estos tratamientos es habitual para aportar un pequeño factor impermeable a los tejidos sin restar en transpirabilidad) (33). Igualmente, pese a la presencia de ese posible tratamiento superficial, ofrece mejores resultados de capilaridad que la muestra de algodón.

Debido a los resultados de esta primera prueba, especialmente por las cifras obtenidas para el algodón, repetimos el ensayo, pero esta vez sin realizar el tratamiento en horno a las muestras previamente. Lo que queremos observar con esta segunda prueba es si el someter a las muestras a ese período en horno, y la eliminación total de cualquier vestigio de humedad en el tejido, afecta a la absorbencia.

Para ello, la preparación de la muestra simplemente consistirá en humedecerlas y dejarlas secar a temperatura ambiente, antes de acometer el ensayo. Los resultados obtenidos para esta segunda vuelta son los siguientes:

Tabla 6 - Resultados obtenidos en el segundo wicking test.

Tejido	Distancia (mm) pasados 15 min	Distancia (mm) pasados 30 min
Algodón	60	75
Rayón	89	116
Lyocell	29	41

Se puede ver un gran cambio en los resultados, especialmente en el algodón, que era el tejido que más sorprendía con sus resultados en el ensayo anterior. La distancia recorrida por el agua en el tejido no es tan alta como la obtenida para el rayón en ambos

casos (este tejido es en el que mayores distancias recorre el agua), pero se aprecia una notable mejoría respecto al ensayo anterior. También el lyocell mejora en sus cifras para este ensayo.

En base a los resultados, podría decirse que un tratamiento de calor (como puede ser en la vida real de una prenda someterla a un planchado) influye en las propiedades de absorción de agua en estos tejidos, dejando la trama de fibras sin presencia de humedad, y que dificulte el recorrido del agua a lo largo de la trama. Es importante tener esto en cuenta a la hora de aplicar estos tejidos a prendas que vayan a estar sometidas a condiciones de humedad importantes, como prendas de deporte o ropa interior.

5.2.3 Water drop test

Se representan los resultados del ensayo en la tabla a continuación.

Tabla 7 - Resultados obtenidos en el water drop test.

Tejido	Tiempo de absorción (s)
Algodón	10
Rayón	3
Lyocell	No absorbe

Las conclusiones arrojadas por los resultados de este ensayo no difieren demasiado de las que podemos extraer de los resultados obtenidos para el ensayo del diámetro máximo de absorción.

El rayón absorbe rápidamente la gota nada más entrar en contacto con la muestra de tejido, bastándole 3 segundos para ser integrada por completo en este; no resulta extraño, ya que el tejido de rayón es altamente hidrófilo. Al algodón, por otra parte, le cuesta más tiempo, pero llega a absorberla; el resultado es curioso, ya que en los otros ensayos este tejido tratado no muestra mucha absorbencia, pero puede deberse a que la gota es poca cantidad de agua y el tejido es capaz de integrarla con más facilidad que en los dos casos anteriores.

El lyocell, por último, presenta el mismo resultado que en el ensayo del spreading test, dejando a la gota apoyada sobre la superficie sin ser capaz de absorberla para el período de tiempo dado en esta prueba. Funciona como reafirmación a la posibilidad de un tratamiento superficial hidrófobo en el tejido.

Índice de correlación del Wicking test

Una vez realizados los ensayos para evaluar el comportamiento a la humedad de los tejidos, se considera interesante calcular el índice de correlación entre ellos, para las dos condiciones del ensayo del wicking test; desechamos los valores de los otros dos ensayos, por tener valores nulos dentro del conjunto de datos (los resultados obtenidos para el lyocell).

Compararemos los datos mediante un gráfico de dispersión, que nos facilitará la visualización, y mediante el cálculo de un índice de correlación.

El **índice de correlación** es un concepto estadístico que mide el grado de relación entre dos conjuntos de datos, y en qué medida se relacionan. Este índice, en su medición lineal, puede ser un valor cualquiera entre -1 y 1.

- El **índice -1** indica que existe **correlación negativa**. Es decir, cuando sube el valor de una de las variables, la otra baja, y viceversa.

- El **índice 1** indica que existe la **máxima correlación positiva**, lo que implica que las dos variables se mueven en el mismo sentido; cuando una aumenta, la otra también, y viceversa.

- Si el resultado es **0** significa que no hay ninguna relación entre las variables.

A efectos prácticos, realmente existe correlación cuando el resultado es **menor a -0,6 o mayor a 0,6**. Valores más cercanos a cero se considera que no reportan suficiente correlación entre las variables.

Es posible obtener fácilmente este resultado con Excel, ya que tiene una función particular para el cálculo del índice de correlación lineal, la cual solamente necesita los dos conjuntos de datos de los cuales quiere observarse el índice de relación. Esta función es =COEF.DE.CORREL().

Tabla 8 - Datos empleados para el cálculo del índice de correlación

Tejido	Wicking (s/ horno) (mm)	Wicking (c/ horno) (mm)
algodón	56	75
rayón	120	116
lyocell	35	41

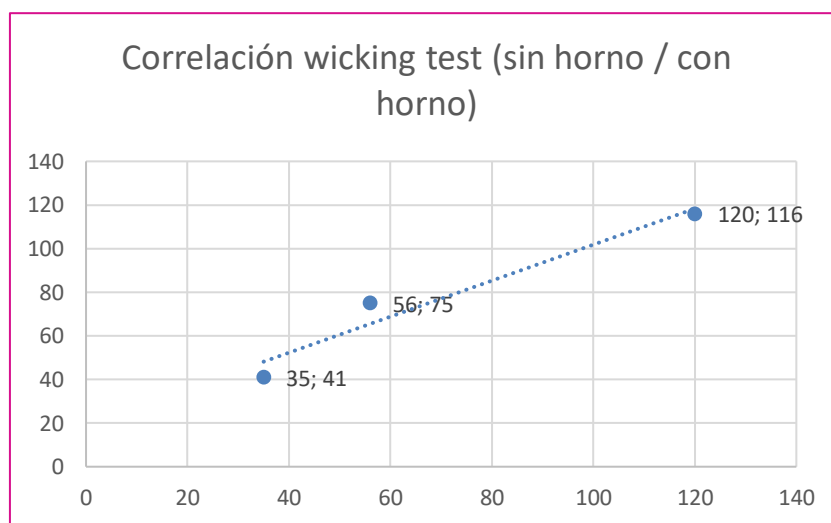


Figura 42 - Gráfica resultante del cálculo de correlación entre ambos ensayos.

El índice de correlación calculado para estas dos variantes del ensayo es de **0,97351**, el cual se aprecia que es muy cercano a 1. Podemos suponer este resultado como que lo obtenido para ambas pruebas está más relacionado con la propia naturaleza del tejido que por los efectos que haya podido tener el horno sobre las muestras ensayadas, con la intención de retirar la humedad residual. El algodón, como comentamos anteriormente, es el tejido cuya medida más varía en estas dos pruebas, pero a efectos generales y respecto al índice de correlación, vemos que la condición de horno no influye en la correlación.

5.3 Ensayos en DSC

En la siguiente tabla se presentan los datos de las muestras ensayadas mediante calorimetría diferencial de barrido. En ella se indican el peso de la cápsula empleada, el peso de la muestra, y el número de discos empleados para cada una.

Tabla 9 - Masa de las muestras ensayadas en DSC.

Tejido	Peso cápsula (mg)	Peso muestra (mg)
Algodón	52,22	4,95
Rayón	49,89	4,12
Lyocell	50,19	4,84

En la gráfica a continuación se puede ver una comparación de los resultados obtenidos para las tres muestras, del primer tramo del ensayo.

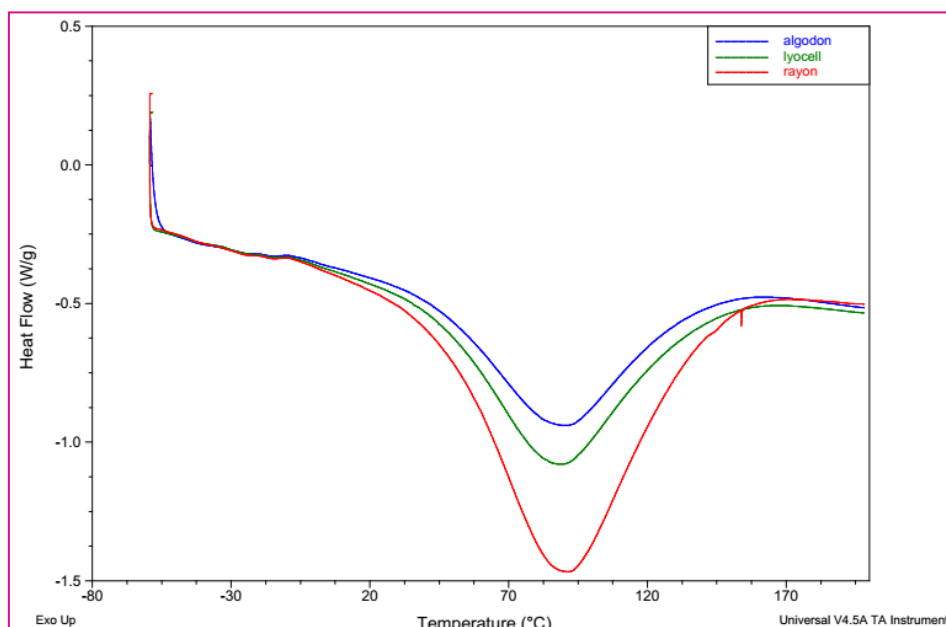


Figura 43 - Gráficas resultantes de los ensayos en DSC para los tres tejidos.

La parte relevante dentro de estos tres ensayos es el pico endotérmico presente en cada uno de ellos, que se corresponde con la pérdida de agua dentro del tejido a causa del calentamiento al que es sometido durante la prueba. A continuación, se muestra el tramo del primer calentamiento (que contiene a dicho pico), que comprende desde los -60°C hasta los 200°C, para cada uno de los tejidos ensayados.

5.3.1 Algodón

En la figura 44 se muestra la gráfica de la muestra ensayada de algodón, para el primer ciclo de calentamiento. Podemos ver el pico de evaporación del agua para esta muestra, que comienza a la temperatura de 38,51°C, y termina aproximadamente en 150°C. La temperatura máxima de ese pico endotérmico es de 89.82°C. El área de flujo de calor correspondiente a este proceso de evaporación es de 182,9 J/g.

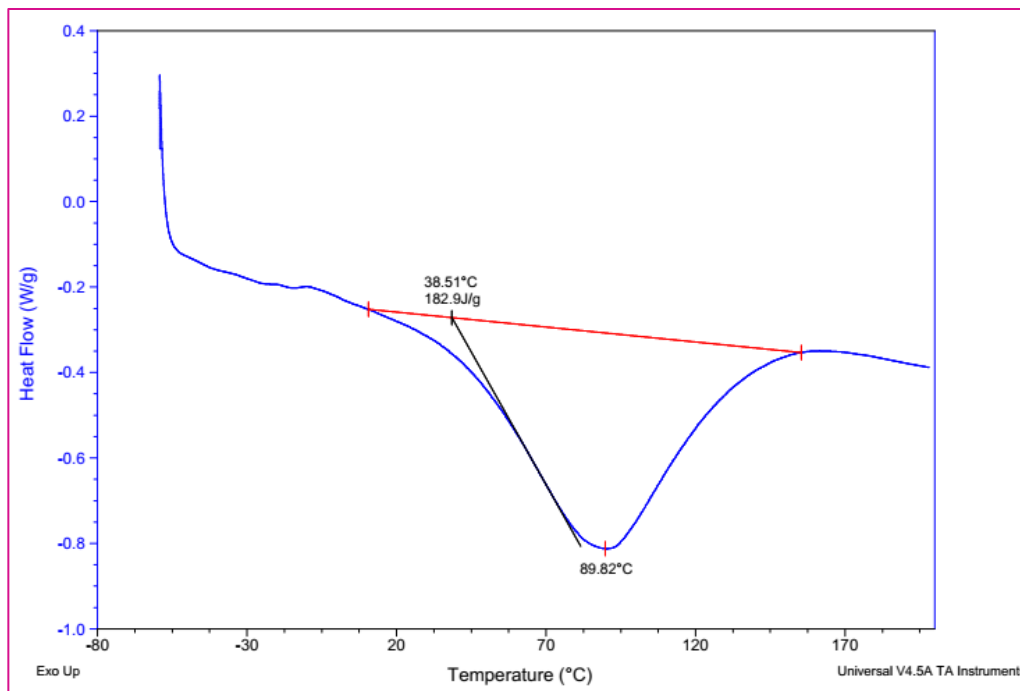


Figura 44 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de algodón.

5.3.2 Rayón

En la figura 45 se muestra la gráfica de la muestra ensayada de rayón, para el primer ciclo de calentamiento. Podemos ver que el pico de evaporación del agua para esta muestra, que comienza a la temperatura de 42,07°C, y termina aproximadamente en 160°C, es más pronunciado que en el caso anterior. La temperatura máxima de ese pico endotérmico es de 91,01°C. El área de flujo de calor correspondiente a este proceso de evaporación es de 379,3 J/g, lo que explica el tamaño del pico endotérmico, ya que se absorbe más calor que en el caso anterior.

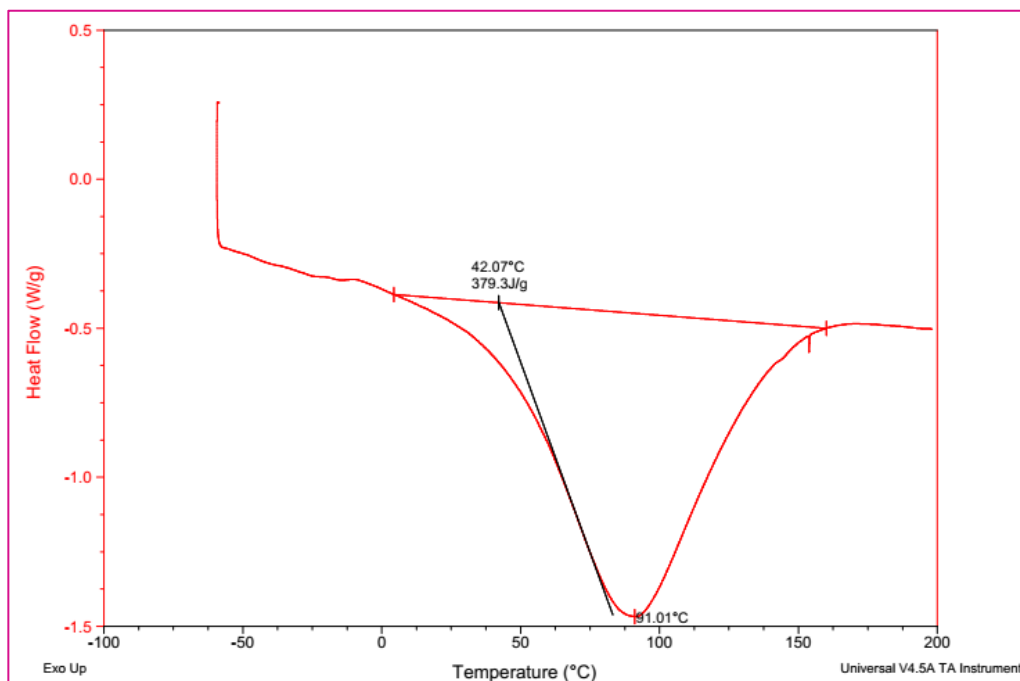


Figura 45 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de rayón.

5.3.3 Lyocell

Por último, en la figura 46 se muestra la gráfica de la muestra ensayada de lyocell, para el primer ciclo de calentamiento. La forma de este pico endotérmico es más similar a la obtenida en el algodón; comienza a la temperatura de 39,77°C, y termina sobre los 160°C, de forma parecida a la muestra de rayón. La temperatura máxima del pico es de 88°C. El flujo de calor absorbido es de 227,1 J/g, quedando en el punto intermedio entre el absorbido por el algodón y el rayón.

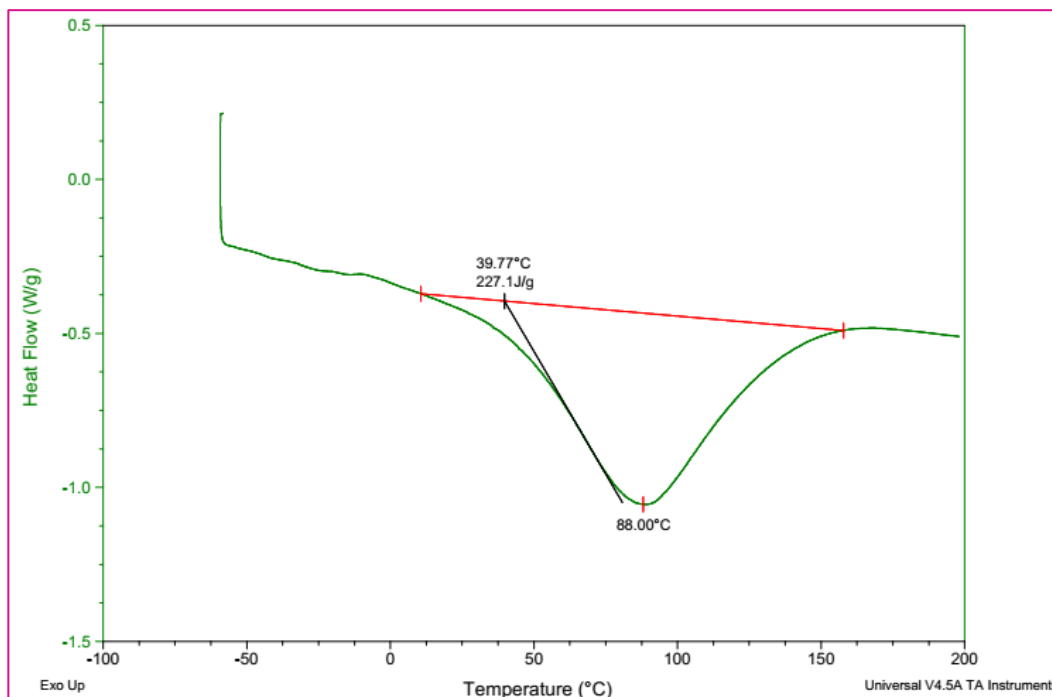


Figura 46 - Detalle del segundo ciclo del ensayo, muestra de lyocell.

En la siguiente tabla se muestra un resumen de los resultados para los ensayos realizados:

Tabla 10 - Resumen de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas en DSC.

Tejido	Temperatura onset (°C)	Temperatura de pico (°C)	Entalpía (J/g)
Algodón	38,51	89,82	182,9
Rayón	42,04	91,01	379,3
Lyocell	39,77	88	227,1

Teniendo en cuenta los valores obtenidos para la temperatura máxima del pico de vaporación del agua, cuanto mayor sea, más fuertemente está el agua adherida a la fibra (está presente en la fibra, pero no se involucra químicamente con ella) (23,24). Según esta afirmación, podemos ver que en este caso ese valor se le atribuye al rayón, con una temperatura de pico de 91°C, aunque también podemos apreciar que las diferencias entre las temperaturas máximas de los picos endotérmicos para los tres tejidos no presentan muchas diferencias. Esto es así debido a la naturaleza celulósica de las tres fibras, independientemente de su proceso de fabricación.

Los valores de entalpía de evaporación son proporcionales a la cantidad de agua absorbida por la fibra, por lo que el rayón es el tejido de los tres ensayados que más agua acumulada presenta y la fuerza de ligazón del agua a la fibra, ya que la entalpía de esta muestra es la de mayor valor (379,3 J/g), con diferencia respecto a la de las otras muestras. Los tres tejidos, por su naturaleza, presentan buenas propiedades de absorción de agua, pero para estas pruebas, quien mayor valor alcanza es el rayón. Podremos reafirmar estos resultados tras observar los generados en el equipo TGA. Correlación o al menos comentar diferencias/similitudes con los ensayos de absorción. Estos resultados sería la humedad absorbidas por las telas a la temperatura y %humedad en la que estuvieron almacenadas.

5.4 Ensayos en TGA

Como se explicó anteriormente, se plantean tres rampas de temperatura diferentes para estudiar el comportamiento de los tejidos tratados mediante termogravimetría, siendo estas de 5, 10 y 20°C/min; realizaremos dos réplicas para cada una de estas rampas, correspondientes a cada muestra. Pese a haber realizado ensayos para esos tres tipos de rampas, nos centraremos en comentar los resultados para la pendiente de 10°C/min, ya que es la misma rampa reproducida para los ensayos en DSC. De esta manera se podrán comparar más adecuadamente los resultados obtenidos en ambos ensayos. Las otras pruebas servirán para aportar visibilidad a puntos que pueden no llegar a apreciarse del todo por la velocidad intermedia del ensayo (a menor velocidad, mayor precisión, pero también menor sensibilidad).

En la siguiente tabla se plantean las masas de las muestras cuyas gráficas comentaremos a continuación:

Tabla 11 - Masa de las muestras ensayadas en TGA.

Tejido	Masa de la muestra (mg)
Algodón	14,3710
Rayón	14,2369
Lyocell	14,5867

En la gráfica a continuación se puede ver una comparación de los resultados obtenidos para las 3 muestras, del ensayo completo.

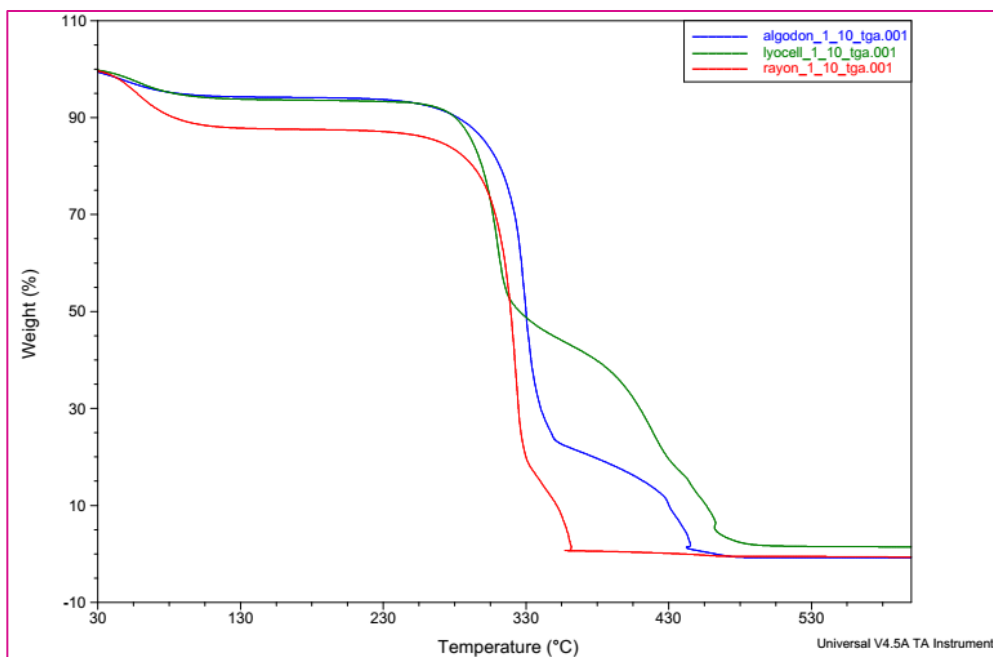


Figura 47 - Gráficas resultantes de los ensayos en TGA para los tres tejidos.

El tramo de interés a estudiar en estos ensayos termogravimétricos es la primera pérdida de masa, consecuencia de la evaporación del agua, en correlación con los picos endotérmicos del DSC y ensayos de absorción de humedad.

Para cada una de las muestras, como ya se ha comentado anteriormente, se han realizado dos réplicas de ensayo. Mostraremos los resultados, pero nos limitaremos a comentar la primera de las pruebas, ya que no presentan muchas diferencias entre ellas, como se podrá comprobar en el overlay de la figura 47, y para las siguientes.

5.4.1 Algodón

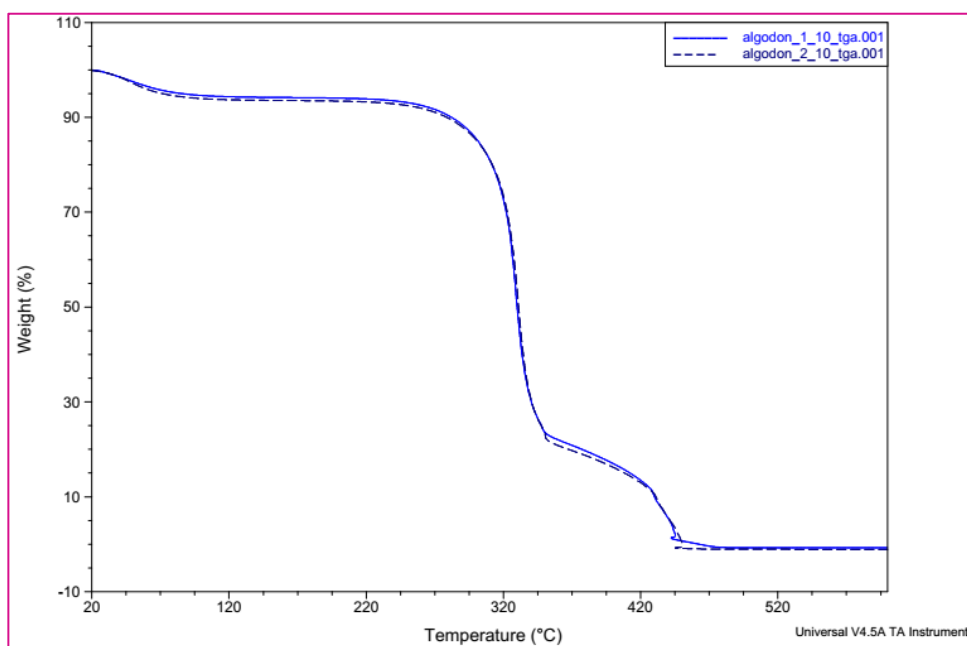


Figura 48 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el algodón.

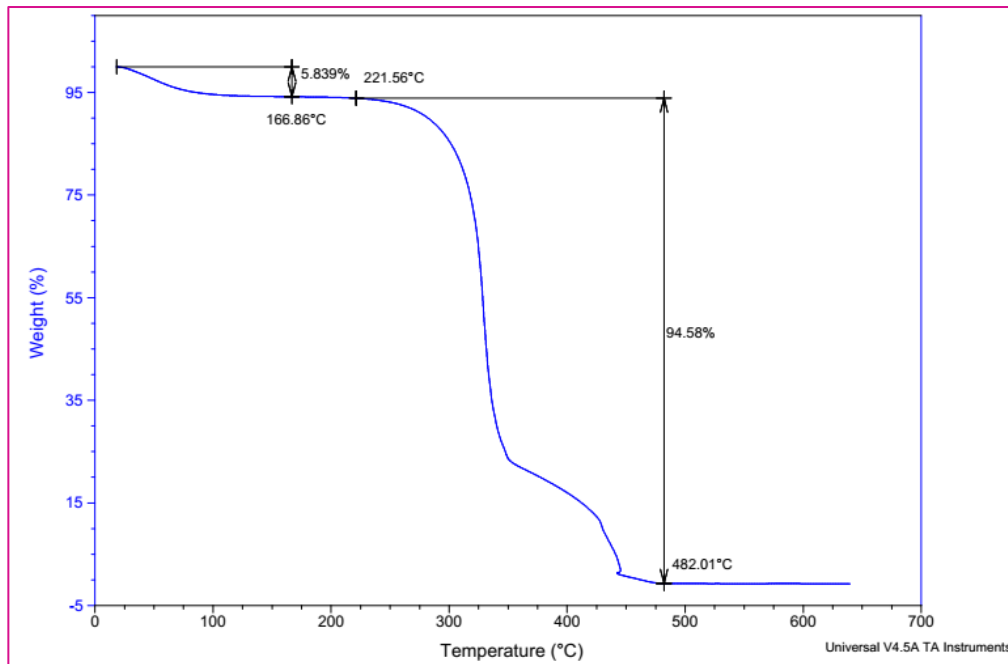


Figura 49 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el algodón.

En la primera imagen, se observan los gráficos correspondientes a las dos réplicas realizadas para el tejido de algodón; como comentamos anteriormente, se observa que ambas siguen prácticamente el mismo camino.

En la segunda imagen, se puede apreciar la primera pérdida de peso, que se debe a la evaporación del agua en la fibra. Se marca a la temperatura de 166,86°C, siendo la pérdida del 5,839% de la masa de la muestra. También se puede ver el siguiente salto, que corresponde a la pérdida de masa por la propia degradación de la muestra, generada por el aumento de la temperatura en el ensayo; esta pérdida se registra a partir de los 221,56°C.

5.4.2 Rayón

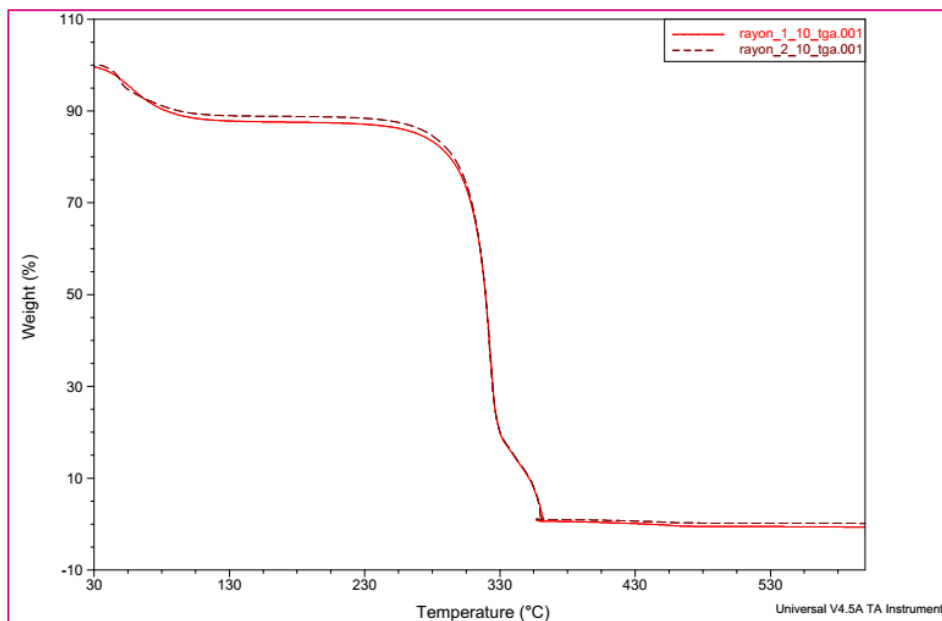


Figura 50 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el rayón.

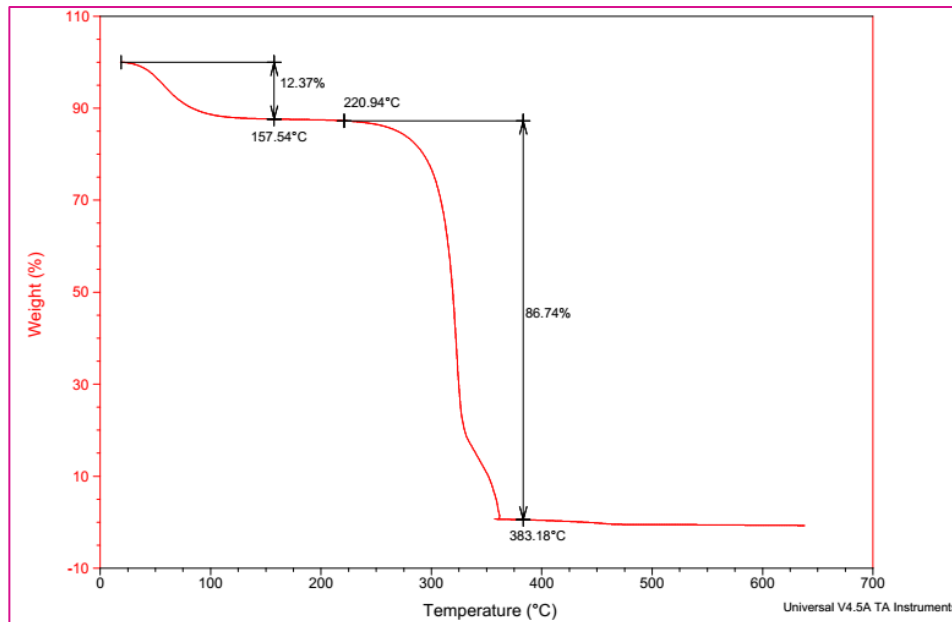


Figura 51 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el rayón.

De igual forma al ensayo anterior, en la primera imagen tenemos las gráficas de las dos réplicas realizadas para el tejido de rayón, cuya forma es prácticamente igual en ambos casos, asegurando la reproducibilidad del ensayo.

En la segunda imagen también podemos ver la pérdida de masa referida a la evaporación de agua en la fibra. El rayón presenta una pérdida de masa mayor que la que presenta el algodón, siendo esta de un 12,37% (presentando entre ellas una diferencia de un 7%), para una temperatura muy similar a la anterior, que se corresponde con 157,54°C. El siguiente salto, referido a la degradación de la muestra, se realiza de forma más rápida y con una pendiente más pronunciada que en el caso anterior, comenzando además esa degradación a temperaturas muy similares (en este caso 220,94°C).

5.4.3 Lyocell

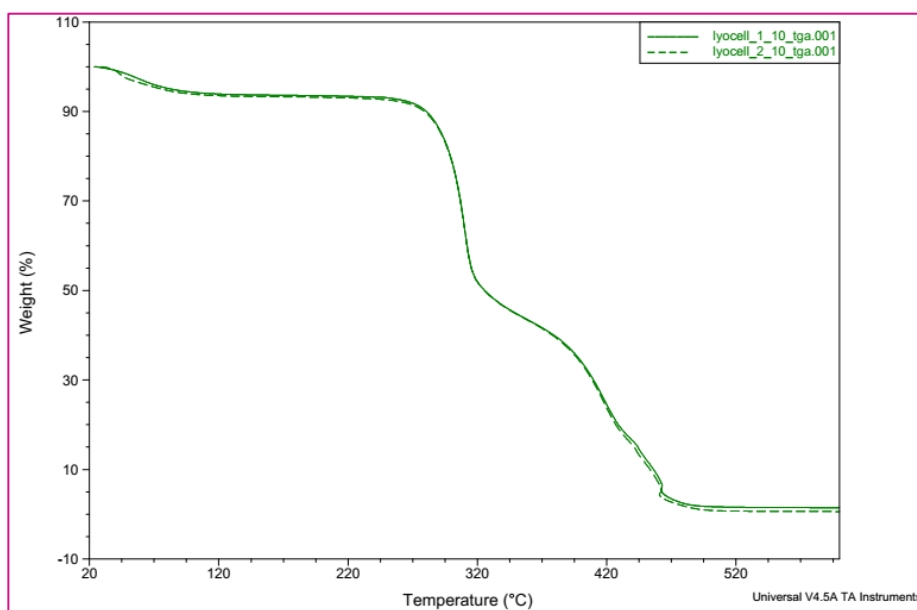


Figura 52 - Overlay de los dos ensayos realizados en TGA para el Lyocell.

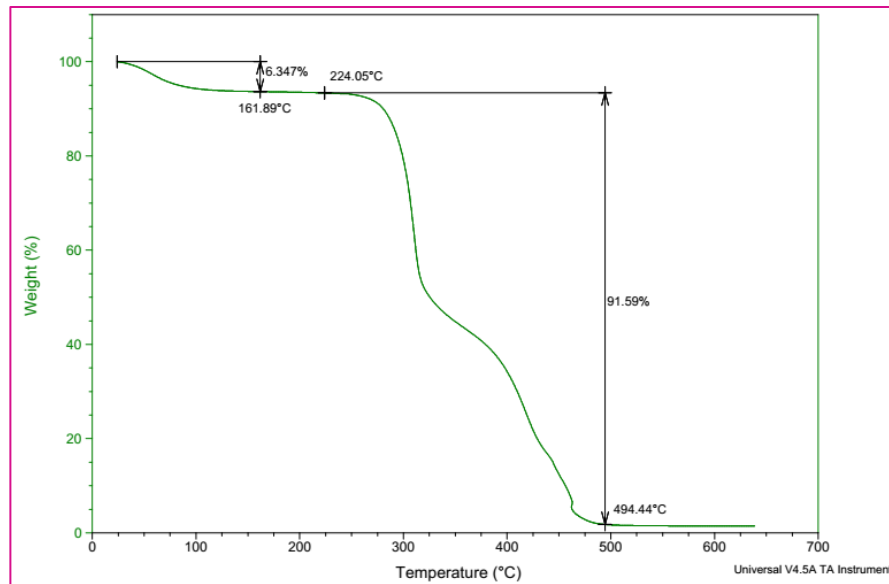


Figura 53 - Vista del ensayo 1 realizado en TGA para el lyocell.

Finalmente, tenemos las gráficas correspondientes a las dos réplicas de los ensayos realizados al tejido de lyocell. La primera pérdida de masa (la referida a la evaporación de agua) presenta un valor similar al obtenido para el algodón, ya que es una pérdida de masa pequeña también comparada con la generada en el rayón; para el caso de este tejido, es de 6,347% de la masa de la muestra. Por otra parte, vemos también la pérdida de masa referida a la degradación, igual que en los dos casos anteriores, y en la que podemos observar que tiene una forma también similar a la obtenida en el algodón. Esta degradación comienza también rondando los 220°C (224,05°C), y se desarrolla durante un tramo de temperatura de aproximadamente 200°C hasta completarse finalmente.

Además de observar la cantidad de masa involucrada en cada proceso, es interesante conocer también la temperatura para la cual la pérdida de masa es más importante para cada uno de los procesos. Nos centramos en los dos tramos de la curva estudiados, correspondientes a la pérdida de masa por la evaporación del agua al principio del calentamiento, y a la consecuente de la gran degradación de la muestra.

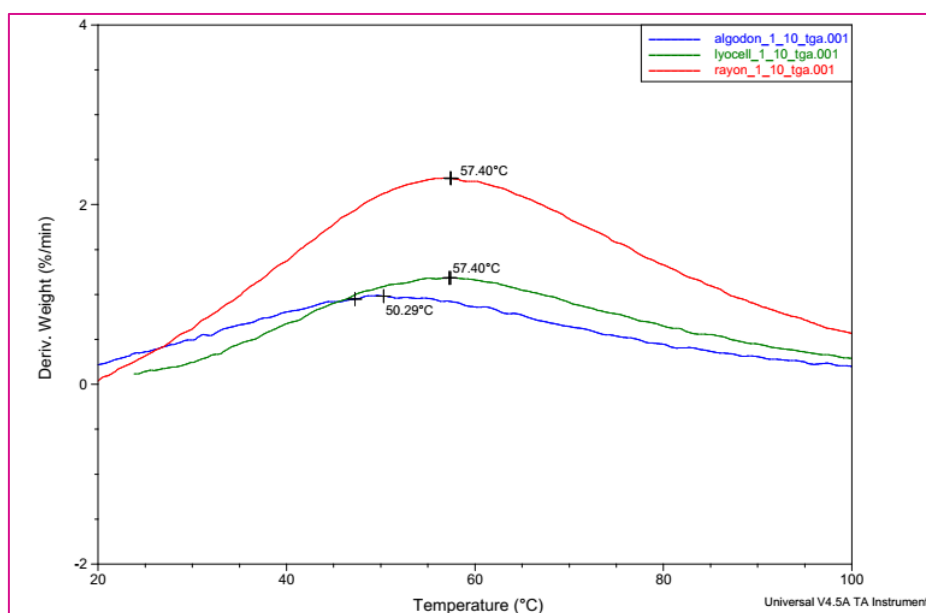


Figura 54 - Overlay de las tres curvas TGA para el tramo de evaporación de agua (derivada de la pérdida de masa respecto al tiempo).

Con esta curva, obtenida como la derivada respecto al tiempo de la pérdida de peso para cada una de las muestras, delimitamos la temperatura a la que la velocidad de degradación, o en este caso la velocidad de evaporación de agua es máxima. Se puede observar que la curva que indica mayor evaporación es la correspondiente al rayón, y cuya temperatura máxima es de 57,4°C, que casualmente también coincide con la temperatura máxima para el lyocell. Se puede apreciar mejor que la mayor pérdida de masa se corresponde al rayón, respecto a las gráficas anteriores, lo que en base a lo obtenido en los ensayos de humedad es razonable, pues de los tres es el tejido que mayor cantidad de humedad es capaz de retener. El algodón, por el contrario, es el que menos pérdida de masa presenta, como corresponde a las anteriores gráficas.

A continuación, se presenta el segundo tramo, correspondiente a la propia degradación de las muestras.

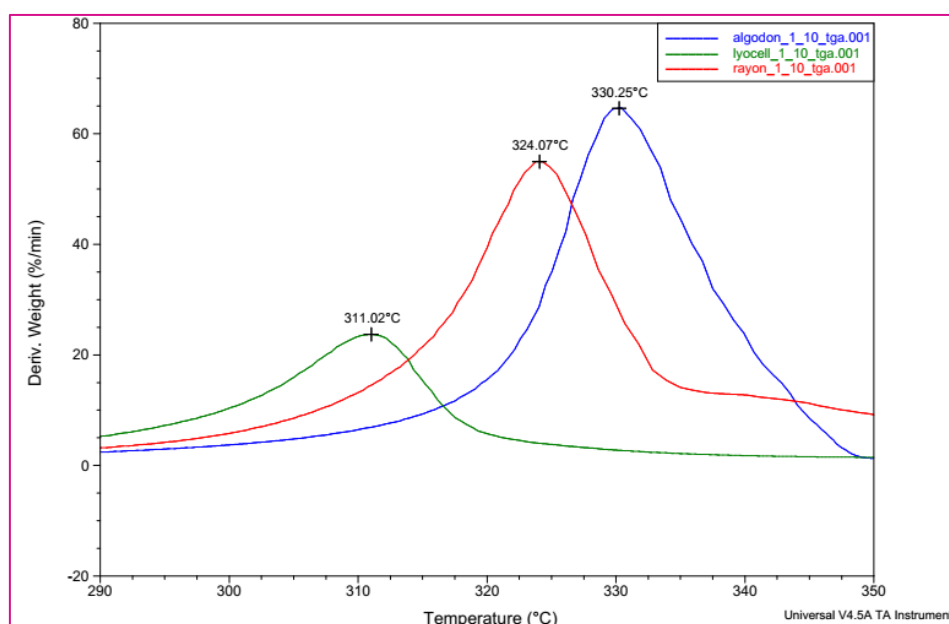


Figura 55 - Overlay de las tres curvas TGA para el tramo de degradación de la muestra (derivada de la pérdida de masa respecto al tiempo).

Se puede observar que el tejido que más tiempo tarda en degradarse es el algodón, llegando el pico con una temperatura correspondiente a 330,25°C, la más alta entre las tres muestras. Le sigue el rayón, con una temperatura un poco inferior, de 324°C, mientras que el que alcanza la temperatura máxima de degradación más baja es el lyocell, resultando diferente a lo consultado en la literatura, y lo que puede deberse a la presencia de las fibras sintéticas de PET que presenta en su composición.

Podemos ver en la siguiente tabla un resumen de los resultados obtenidos para los ensayos realizados:

Tabla 12 - Resumen de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas en TGA.

Tejido	Pérdida de masa (%)	Temperatura máxima de evaporación (°C)	Temperatura máxima de degradación (°C)
Algodón	5,839	50,29	330,25
Rayón	12,37	57,40	324,07
Lyocell	6,347	57,40	311,02

Se puede apreciar que no hay diferencias significativas entre las temperaturas máximas para los tres tejidos, en las referidas a la evaporación del agua. Sin embargo, en las referidas al pico máximo de degradación sí se aprecia un salto entre el valor máximo y el mínimo de aproximadamente 20°C, entre el algodón, y el lyocell. Llama la atención por ser éstos tejidos aquellos con propiedades muy similares respecto a la degradación térmica, por lo que puede deberse que el valor de temperatura tan bajo para el lyocell en este caso se deba a la fibra sintética (poliéster) que presenta en su composición.

En general, teniendo en cuenta los ensayos TGA, podemos concluir lo siguiente:

El rayón es el tejido, dentro de los tres estudiados, que más pérdida de masa presenta respecto a la evaporación de agua adherida a las fibras. Como se puede comprobar con los resultados de los ensayos realizados en DSC, este el tejido con mayor pico endotérmico y cuya entalpía sea la mayor de todas, de forma que se reafirman estos resultados con lo obtenido mediante TGA. Cabe añadir también que, si nos basamos en los resultados obtenidos para las pruebas de humedad, el rayón es el que más humedad es capaz de recoger bajo las condiciones del ensayo, lo que lleva a pensar que, a mayor contenido de humedad, mayor evaporación de esa agua retenida en las fibras.

Pese a ser un tejido térmicamente resistente, al igual que el algodón, el lyocell es, de los tres tejidos, en el que se aprecia su degradación máxima a menor temperatura, lo que puede ser debido a la composición de la muestra estudiada.

Además, podemos comprobar también por las gráficas que el rayón es, de los tres tejidos, el que más rápido se degrada. El algodón y el lyocell presentan comportamientos similares, a pesar del factor de poliéster dentro de la composición del lyocell, que reduciría teóricamente su resistencia térmica. Esto concuerda con la literatura estudiada, ya que ambos tejidos tienen una resistencia térmica elevada, dentro de los tejidos celulósicos.

Índice de correlación DSC y TGA

Una vez tenemos hechos todos los ensayos tanto para DSC como para TGA, tomamos nota de los datos resultantes y comparamos ambas técnicas.

En el caso de **TGA**, tenemos dos mediciones para cada tejido, por lo que calculamos el valor medio para cada tejido de la primera pérdida de peso (correspondiente a la pérdida de humedad por el calentamiento). Ese dato es el que compararemos contra el obtenido para DSC.

Por otra parte, para los ensayos de **DSC** tenemos en cuenta el ciclo 2, correspondiente al pico endotérmico de calor absorbido (la evaporación del agua). Para cada tejido, de ese pico obtenemos el calor absorbido (en J/g), la temperatura de inicio de la oxidación (Tonset) y la Temperatura máxima del pico endotérmico. Toda esa información es importante, pero el valor que compararemos con los datos recogidos en TGA es el calor absorbido en el pico para cada tejido.

Esos datos los compararemos gráficamente (con un gráfico de dispersión), y además calcularemos el índice de correlación entre ellos. El gráfico de dispersión nos servirá para visualizar mejor los puntos correspondientes a los pares ordenados de los valores de las variables, que en este caso son los porcentajes de pérdida de masa producidos en el primer escalón del ensayo en TGA con el calor absorbido en el primer calentamiento del ensayo en DSC.

Seguiremos el mismo concepto empleado con el cálculo del índice de correlación de los ensayos del wicking test.

Tabla 13 - Datos empleados para el cálculo del índice de correlación.

Tejido	% pérdida TGA	Calor abs (J/g)
Algodón	6,152	182,9
Rayón	11,720	379,3
Lyocell	6,519	227,1

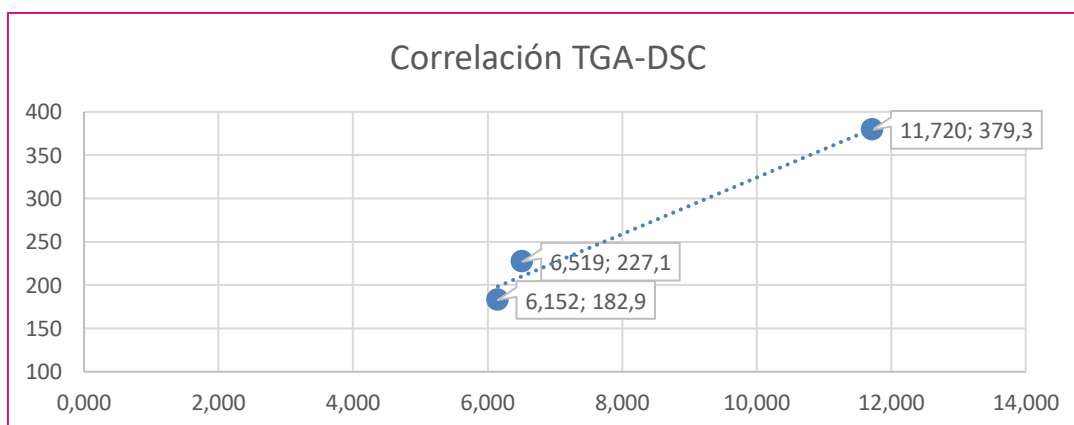


Figura 56 - Gráfica resultante del cálculo de correlación entre ambos ensayos.

Calculado para nuestros dos conjuntos de datos, vemos que el resultado es **0,98499**. Es un resultado muy cercano a 1, por lo que podemos decir que existe una alta correlación entre ambas mediciones. Con ello se corrobora además que las mediciones son válidas y adecuadas para cada ensayo, ya que en ambos casos estamos midiendo el mismo proceso, solo que dos formas distintas: uno (en el DSC) midiendo el calor absorbido, y otro (en el TGA) midiendo la pérdida de masa.

5.5 Ensayos con la cámara termográfica

5.5.1 Temperatura – 70°C

5.5.1.1 Ensayo 1

En las siguientes gráficas se recogen los resultados para las tres muestras de tejido ensayadas, con la cama a una temperatura de 70°C.

A primera vista, se puede observar que el rayón es el tejido que mayor temperatura alcanza durante el período de calentamiento, llegando incluso a alcanzar los 70°C a los que se mantiene la cama de la impresora, a diferencia de los otros dos tejidos. Por otra parte, podemos observar que el algodón es el tejido que menos se calienta de los tres, teniendo las menores temperaturas para la isoterma.

El lyocell, a diferencia de los dos tejidos anteriores, presenta un valor intermedio. Lo esperado, según las propiedades del tejido estudiadas en la literatura, es que mostrara

un comportamiento similar al algodón, ya que ambos tejidos se caracterizan por su gran transpirabilidad, y que ambas curvas fueran más coincidentes que lo obtenido. Las diferencias entre ambos tejidos son de entre 3 y 4 grados. Es posible que este resultado fuera influenciado por la composición de la muestra, ya que a diferencia del algodón y el rayón (cuya composición es pura, siendo 100% algodón y 100% rayón, respectivamente), el tejido de lyocell ensayado presenta un 30% de poliéster en su composición, y que pueda influir en la capacidad del tejido de disipar el calor.

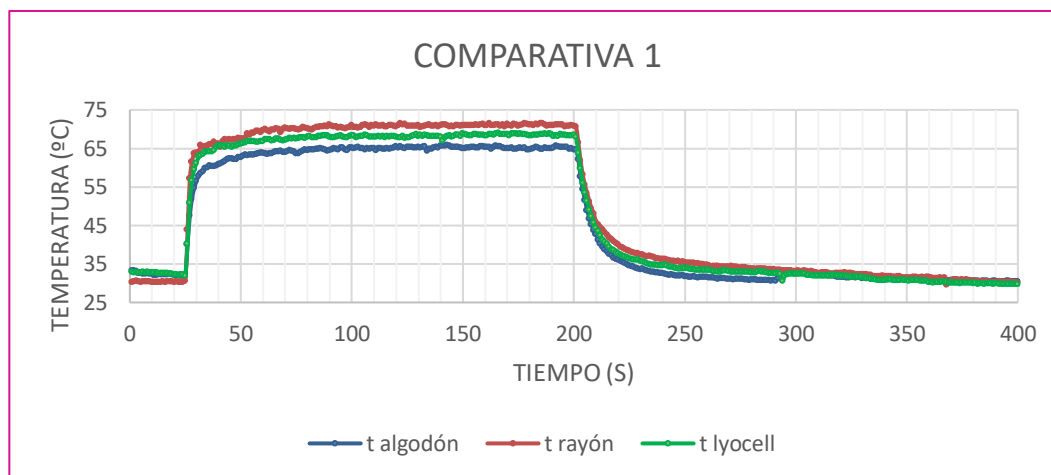


Figura 57 – Curva de temperaturas para los tres ejidos en el primer ensayo a 70°C.

Centrando ahora la atención en el tramo de pérdida de temperatura, que se corresponde con el momento en el que retiramos el contacto de la cama de la impresora con la muestra de tejido, podemos observar que los tres tejidos presentan una forma de curva de enfriamiento similar. Cada uno para su temperatura máxima alcanzada (71°C para el rayón, 68°C para el lyocell y 65°C para el algodón) se enfrían prácticamente al tiempo, aunque con ello se puede observar cuál de los tres tejidos, ante una fuente de calor, retienen más temperatura.

Si continuamos fijándonos en la continuación de la curva total para los tres ensayos, vemos que al final, tras aproximadamente 3 minutos (que es el tiempo que la muestra deja de estar en contacto con la placa para enfriarse al aire), los tres tejidos alcanzan la misma temperatura, que es aproximadamente 30°C, aunque el que la alcanza de último se puede ver que es el rayón. El que primero se enfría es el algodón, lo cual es razonable por sus propiedades, ya comentadas anteriormente en este trabajo.

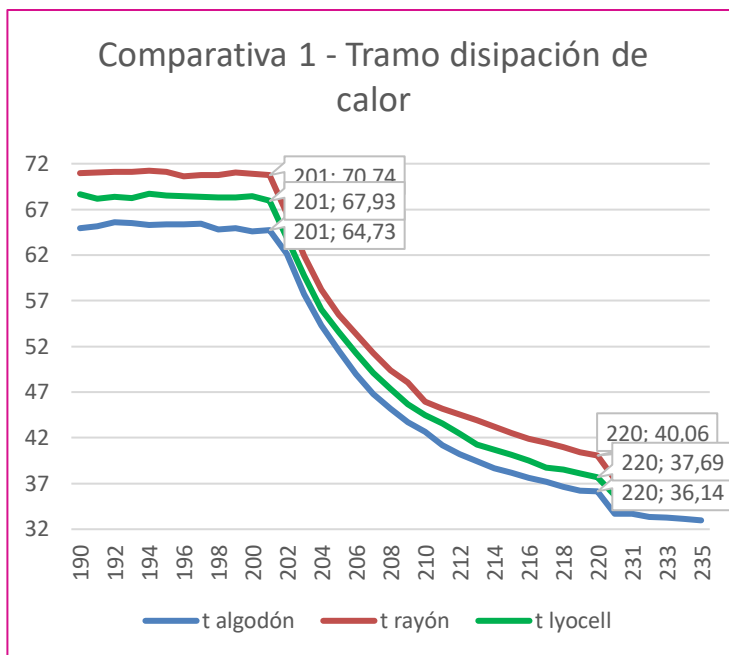


Figura 58 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el primer ensayo a 70°C.

5.5.1.2 Ensayo 2

Repetimos el ensayo para cada tejido, manteniendo la temperatura de la placa de nuevo a 70°C.

Los resultados obtenidos, pese a presentar una forma similar a los del ensayo anterior, muestran algunas pequeñas variaciones. Podemos apreciar que el algodón presenta un comportamiento parecido al del primer ensayo, ya que la isoterma se mantiene en el mismo rango de temperaturas que vimos para el ensayo anterior (entre los 60 y 65°C), de donde podemos deducir que sigue siendo el tejido que menos se alienta de los tres (o el que menos temperatura retiene). El rayón también reproduce aproximadamente la misma curva que la obtenida para el primer ensayo, solo que en este caso no es el único tejido que se calienta por encima de los 65°C, llegando incluso a los 70°C, ya que el lyocell alcanza valores parecidos. Este tejido sigue calentándose más de lo esperado, lo que nuevamente achacamos a la no pureza de su composición (y a lo prieto de la trama).

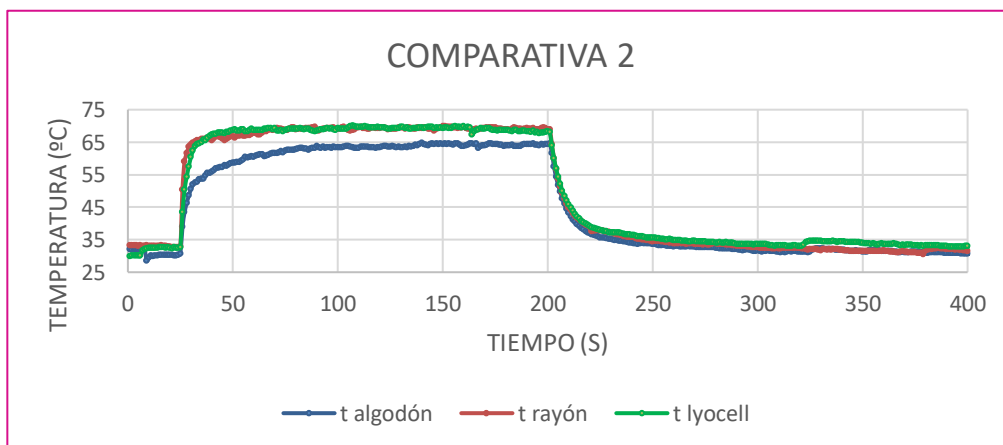


Figura 59 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el segundo ensayo a 70°C.

Si llevamos la atención al tramo de enfriamiento en la gráfica, podemos observar que las curvas se presentan mucho más cercanas que en el caso anterior. Para el mismo instante de tiempo que en el ensayo anterior, la temperatura del algodón es prácticamente la misma, mientras que en el rayón y en el lyocell es dos grados menos. Las curvas de enfriamiento del rayón y del lyocell se presentan más próximas, casi hasta coincidentes, que como aparecen en el primer ensayo. Ambos tejidos parecen perder la temperatura acumulada casi al mismo tiempo. El algodón sigue presentando un comportamiento prácticamente igual al anterior ensayo; misma forma de curva, prácticamente mismos valores.

La última cola en la gráfica completa de las curvas presenta una forma muy parecida a la obtenida anteriormente, salvo por ciertos saltos de temperatura. Estos son debidos a la propia configuración de la cámara termográfica, que enfoca automáticamente, y distorsiona un poco la lectura de la temperatura. Se sigue observando que el rayón es el último tejido de los tres en alcanzar la temperatura “de equilibrio”, que sigue rondando los 30°C.

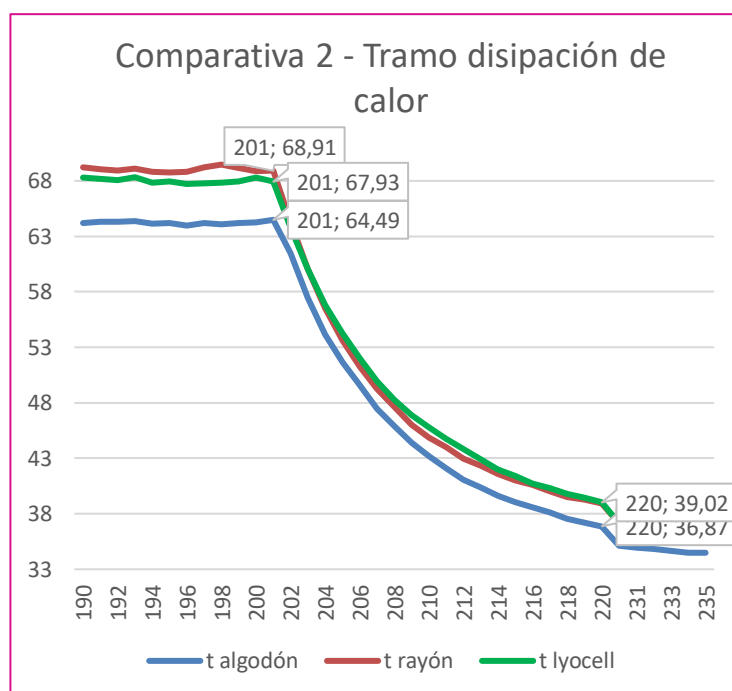


Figura 60 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el segundo ensayo a 70°C.

A grandes rasgos, según este primer estudio a 70°C, podemos deducir que el algodón es el tejido que mejor disipa el calor, y por lo tanto el que más favorece la transpirabilidad de los tres tejidos estudiados.

5.5.2 Temperatura – 50°C

5.5.2.1 Ensayo 1

Además de la prueba anterior manteniendo la placa de la impresora a 70°C, repetiremos de nuevo el ensayo con una temperatura de placa menor, a 50°C, para comprobar si el comportamiento a una temperatura menor produce algún cambio en la gráfica o efecto diferente a los ya obtenidos.

Podemos observar que la morfología de la gráfica no difiere en exceso de la obtenida para los ensayos anteriores, salvo por el rango de temperaturas que implica a las curvas,

y que en este caso las curvas correspondientes al lyocell y al algodón se aprecian más coincidentes que con la temperatura de placa anterior.

El comportamiento del algodón no es extraño, ya que anteriormente se pudo observar que de los tres tejidos ensayados es el que menos temperatura retiene y el que parece tener mejor transpirabilidad, pero en el caso del lyocell llama la atención, por haber alcanzado una temperatura mayor en la situación anterior.

De igual forma que le pasa al algodón, la curva generada para el rayón en este ensayo o es muy diferente de la obtenida a 70°C: alcanza la mayor temperatura de los tres tejidos, llegando en algunos puntos a superar los 50°C.

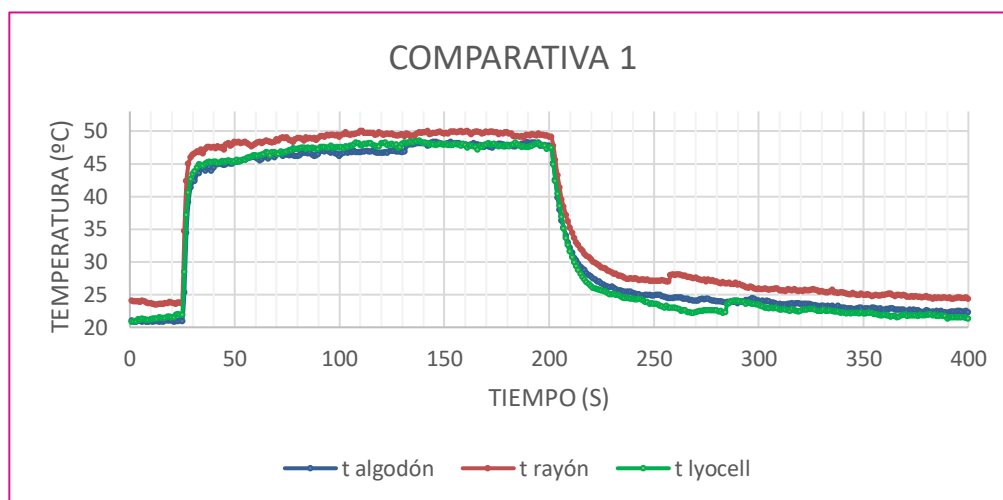


Figura 61 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el primer ensayo a 50°C.

Centramos ahora la atención en el tramo de enfriamiento. Vemos que la forma es bastante parecida a los casos anteriores, aunque como comentamos anteriormente las curvas del algodón y del lyocell quedan ligeramente separadas de la del rayón; pese a ello, si fijamos la atención a los valores de temperatura, las diferencias entre ellas son pequeñas, de 1 o 2 grados.

Igualmente, se hacemos referencia al tiempo que tardan en perder la mayor parte de la temperatura aportada por el contacto con la placa caliente de la impresora, vemos que tardan en las dos situaciones la misma cantidad de tiempo en enfriarse, unos 20 segundos, por lo que no podemos pensar que por ser una exposición a una temperatura menor el enfriamiento sería más rápido.

Además, si apreciamos la cola de las tres curvas hacia el final, una vez han pasado los tres minutos desde la separación de la placa caliente, vemos que el rayón todavía no ha conseguido perder temperatura al mismo nivel que el algodón y el lyocell.

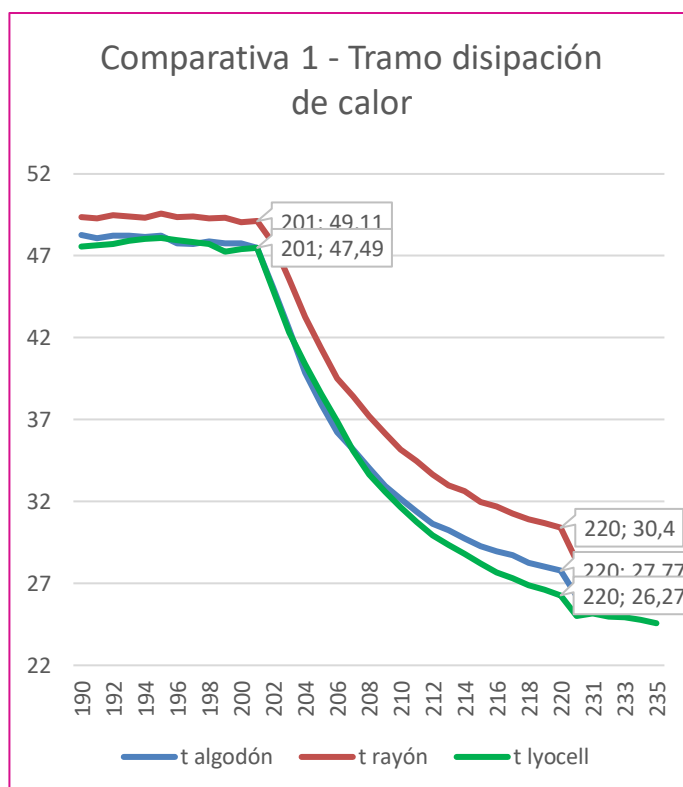


Figura 62 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el primer ensayo a 50°C.

5.5.2.2 Ensayo 2

De igual forma que hicimos con el ensayo a 70°C, repetimos de nuevo las medidas para la placa a 50°C.

Si nos fijamos no encontramos mayores diferencias entre el primero ensayo y el segundo, más allá de pequeñas perturbaciones, que ya hemos achacado a la calibración automática de la propia cámara termográfica.

Seguimos viendo que el lyocell a esta temperatura no se calienta tanto como ocurría en el primer caso, y que su curva presenta mayor coincidencia con la del algodón que con la del rayón, cosa que cabría esperar ya que ambos tejidos presentan propiedades muy similares, y son sus señas de identidad respecto a otros tejidos celulósicos, como su conductividad térmica y su transpirabilidad.

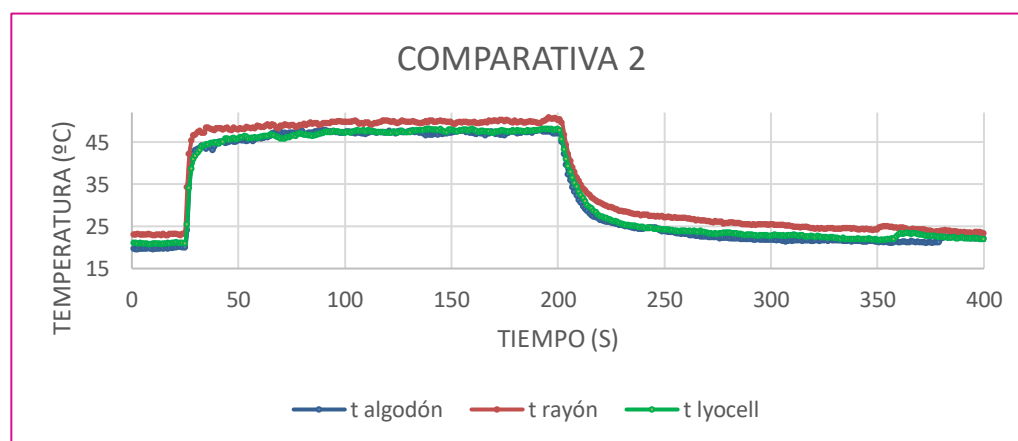


Figura 63 – Curva de temperaturas para los tres tejidos en el segundo ensayo a 50°C.

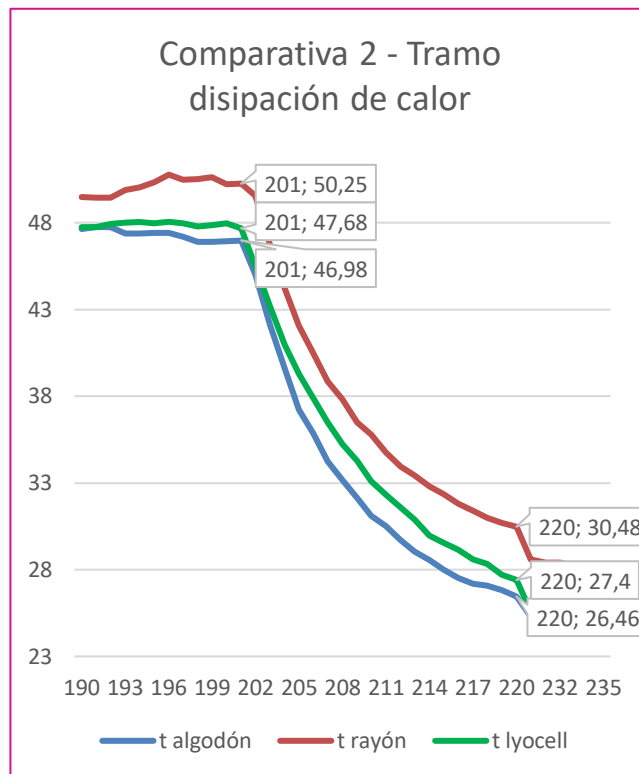


Figura 64 – Detalle del tramo de enfriamiento para los tres tejidos durante el segundo ensayo a 50°C.

6 CONCLUSIONES

Este estudio ha permitido alcanzar el objetivo básico de adquirir una perspectiva de las propiedades térmicas de los tejidos celulósicos, mediante técnicas disponibles en la UDC. En particular, se ha podido establecer una comparativa entre tres tipos de tejidos de celulosa (algodón, rayón y lyocell) y observar algunas diferencias entre ellos, pese a estar todos ellos constituidos de celulosa. Con todo ello, puede finalizarse el estudio con las siguientes conclusiones:

- Respecto a los ensayos de absorción, podemos concluir que el rayón es el tejido que más capilaridad presenta, y más rápido absorbe agua, a diferencia del algodón, que es el tejido que más dificultad presenta. Esto coincide con lo observado en la literatura, ya que el tejido tipo rayón es el que más contenido amorfo presenta en su fibra (en comparación con los otros tejidos estudiados), por lo que le resulta más fácil absorber agua. Es interesante observar también que el lyocell, pese a la presencia del porcentaje en poliéster en su composición y la pequeña capacidad de absorción que presentan las fibras sintéticas, mantiene unos valores de absorción de agua aceptables.
- En relación con los ensayos DSC, se ha visto que el pico de la curva DTG correspondiente a la evaporación del agua es mayor en el rayón, por lo que, de acuerdo con la literatura, en esta muestra la adhesión del agua a la fibra es mayor, con una temperatura de pico de 91°C (a pesar de que las diferencias de temperatura entre los tres picos generados no sean exageradamente grandes). También es importante apreciar los valores de entalpía de evaporación, proporcionales a la cantidad de agua absorbida por la fibra, y en los que el rayón sigue obteniendo el resultado más alto.
- Teniendo en cuenta estos resultados, respecto a los ensayos en TGA podemos observar que la degradación de los tres tejidos, independientemente de la duración de esta, comienza aproximadamente a la misma temperatura, y que el rayón es, de los tejidos estudiados, el que más pérdida de masa presenta respecto a la evaporación de agua; con esto se reafirman los resultados obtenidos mediante DSC, referidos a la entalpía del proceso. También es interesante comparar estos resultados con los obtenidos en el ensayo de absorción, donde también se aprecia que el rayón es el que más humedad tiende a acumular entre sus fibras, dentro de los tres tejidos.
Dando un último vistazo a las gráficas obtenidas para este estudio, se puede concluir que el rayón toma de nuevo protagonismo, siendo de los tres el que más rápido se degrada; esto coincide con la literatura en tanto que el algodón y el lyocell presentan una mejor resistencia térmica que este tejido.
- Calculado el índice de correlación para estos dos ensayos térmicos, se vio que el resultado era de 0,98499. Este resultado es muy cercano a 1, de forma que se confirma la alta correlación entre ambas mediciones, además de corroborar que estas son válidas y adecuadas para cada ensayo; en ambas pruebas estamos midiendo el mismo proceso de formas diferentes, por lo que es normal la naturaleza de este resultado.
- Finalmente, respecto a los ensayos realizados con la cámara termográfica, se puede concluir que, tanto para la temperatura de 70°C como la de 50°C, los resultados obtenidos son similares entre ellos, siendo el rayón el tejido que mayor calor acumula, y en segundo lugar el lyocell, prácticamente comportándose de manera similar en los dos ensayos.

- De los tejidos, el que mejor transmisión de calor parece poseer es el algodón, también apoyado por presentar la menor densidad de tejido, de forma que presenta mayores huecos de aire entre urdimbre y trama, que favorezcan la disipación de calor.

Era, por otra parte, esperado que el lyocell, por sus propiedades, presentase un comportamiento más similar al del algodón. Sin embargo, puede atribuirse estos resultados a la alta densidad de trama de la muestra y su alto factor de cobertura, que dificulte la disipación de calor, y a la presencia del poliéster en su composición, que pueda favorecer a la mayor acumulación de calor.

7 BIBLIOGRAFÍA

1. Ciechańska D, Wesolowska E, Wawro D. An introduction to cellulosic fibres. En: Handbook of Textile Fibre Structure [Internet]. Elsevier; 2009 [citado 27 de julio de 2020]. p. 3-61. Disponible en: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845697303500019>
2. Medronho B, Lindman B. Competing forces during cellulose dissolution: From solvents to mechanisms. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*. febrero de 2014;19(1):32-40.
3. S. Gordon, Y. L. Hsieh. *Cotton Science and Technology*. Woodhead Publishing Limited; 569 p.
4. Sanches RA, Marcicano JPP, de Held MSB, Guimarães BMG, Alonso RS, Takamune KM, et al. Organic cotton, lyocell and SPF: a comparative study. *Int Jnl of Clothing Sci & Tech*. 7 de septiembre de 2015;27(5):692-704.
5. Wang S, Lu A, Zhang L. Recent advances in regenerated cellulose materials. *Progress in Polymer Science*. febrero de 2016;53:169-206.
6. Muthu SS, editor. *Roadmap to Sustainable Textiles and Clothing: Eco-friendly Raw Materials, Technologies, and Processing Methods* [Internet]. Singapore: Springer Singapore; 2014 [citado 27 de julio de 2020]. (Textile Science and Clothing Technology). Disponible en: <http://link.springer.com/10.1007/978-981-287-065-0>
7. Sayyed AJ, Deshmukh NA, Pinjari DV. A critical review of manufacturing processes used in regenerated cellulosic fibres: viscose, cellulose acetate, cuprammonium, LiCl/DMAc, ionic liquids, and NMMO based lyocell. *Cellulose*. marzo de 2019;26(5):2913-40.
8. Basit A, Latif W, Baig SA, Rehman A, Hashim M, Zia Ur Rehman M. The Mechanical and Comfort Properties of Viscose with Cotton and Regenerated Fibers Blended Woven Fabrics. ms. 22 de mayo de 2018;24(2):230-5.
9. Basit A, Latif W, Ashraf M, Rehman A, Iqbal K, Maqsood HS, et al. Comparison of Mechanical and Thermal Comfort Properties of Tencel Blended with Regenerated Fibers and Cotton Woven Fabrics. *Autex Research Journal*. 1 de marzo de 2019;19(1):80-5.
10. Zhang S, Chen C, Duan C, Hu H, Li H, Li J, et al. Regenerated Cellulose by the Lyocell Process, a Brief Review of the Process and Properties. :16.
11. Woodings C. *Regenerated cellulose fibres* [Internet]. Woodhead Publishing Limited; 2001 [citado 19 de marzo de 2020]. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/book/9781855734593>
12. Jiang X, Bai Y, Chen X, Liu W. A review on raw materials, commercial production and properties of lyocell fiber. *Journal of Bioresources and Bioproducts*. febrero de 2020;5(1):16-25.
13. Röder T, Moosbauer J, Kliba G, Schlader S, Sixta H. COMPARATIVE CHARACTERISATION OF MAN-MADE REGENERATED CELLULOSE FIBRES. 2009;8.

14. Ciechańska D. An introduction to cellulosic fibres. Handbook of textile fibre structure. :59.
15. F. Carrillo X. Colom. Crystallinity changes in lyocell and viscose-type fibres by caustic treatment.pdf. European Polymer Journal. abril de 2002;38:2225-30.
16. R. S. Blackburn. Biodegradable and sustainable fibres. Woodhead Publishing Limited;
17. Borbély É. Lyocell, The New Generation of Regenerated Cellulose. Acta Polytechnica Hungarica. 2008;5(3):8.
18. Carrillo F, Colom X, Suñol JJ, Saurina J. Structural FTIR analysis and thermal characterisation of lyocell and viscose-type fibres. European Polymer Journal. septiembre de 2004;40(9):2229-34.
19. Wu Q, Pan N, Deng K, Pan D. Thermogravimetry–mass spectrometry on the pyrolysis process of Lyocell fibers with and without catalyst. Carbohydrate Polymers. mayo de 2008;72(2):222-8.
20. Bourbigot S, Chlebicki S, Mamleev V. Thermal degradation of cotton under linear heating. Polymer Degradation and Stability. enero de 2002;78(1):57-62.
21. M. Statheropoulos, S.A. Kyriakou. Quantitative thermogravimetric-mass spectrometric analysis for monitoring the effects of fire retardants on cellulose pyrolysis. Analytical Chimica Alta. 1999;
22. Öner E, Atasağun HG, Okur A, Beden AR, Durur G. Evaluation of moisture management properties on knitted fabrics. Journal of The Textile Institute. julio de 2013;104(7):699-707.
23. Karina Alvarado Vázquez. Aplicación del análisis térmico a la caracterización de materias textiles. [Mexico]: Instituto Politécnico Nacional; 2005.
24. Gallissà EC. Caracterización de tejidos. :238.
25. Badanayak. Moisture management and wicking behaviour of textiles [Internet]. Science presentado en; [citado 14 de diciembre de 2020]. Disponible en: <https://www.slideshare.net/Badanayak/moisture-management-and-wicking-behaviour-of-textiles-210066584>
26. Moisture Management Testing Using AATCC, ASTM and PTACC Test Methods [Internet]. [citado 14 de diciembre de 2020]. Disponible en: <https://www.manufacturingsolutionscenter.org/moisture-management-testing.html>
27. Sayeed Ahmed. How to test absorbency of a fabric. [Internet]. Engineering presentado en; [citado 14 de diciembre de 2020]. Disponible en: <https://www.slideshare.net/sayeedice/how-to-test-absorbency-of-a-fabric>
28. Simple test methods recommended for every hand-print manufacturer [Internet]. [citado 14 de diciembre de 2020]. Disponible en: <http://www.handprintingguiderajasthan.in/quality-control-and-setting-up-a-testing-facility/simple-test-methods-recommended-for-every-hand-print-manufacturer/>
29. Cámaras Termográficas: Cómo funcionan y por qué pueden ser necesarias [Internet]. [citado 20 de noviembre de 2020]. Disponible en:

- <https://www.promax.es/esp/noticias/400/camara-termografica-como-funcionan-y-por-que-pueden-ser-necesarias/>
30. Cámaras termográficas [Internet]. [citado 20 de noviembre de 2020]. Disponible en: <https://www.pce-iberica.es/instrumentos-de-medida/medidores/camaras-termograficas.htm>
 31. Cámara térmica. En: Wikipedia, la enciclopedia libre [Internet]. 2020 [citado 20 de noviembre de 2020]. Disponible en: https://es.wikipedia.org/w/index.php?title=C%C3%A1mara_t%C3%A9rmica&oldid=127757646
 32. Doc | Tinkerforge [Internet]. [citado 23 de noviembre de 2020]. Disponible en: https://www.tinkerforge.com/en/doc/Hardware/Bricklets/Thermal_Imaging.html
 33. Aditivo hidrófobo para usar con telas, fibras y películas. [Internet]. [citado 29 de diciembre de 2020]. Disponible en: <https://patentados.com/2015/aditivo-hidrofobo-para-usar-con-telas>