

## **CAPÍTULO VI**

---

### **CONCLUSIONES**

## CAPÍTULO VI. CONCLUSIONES

Los resultados de los estudios realizados en la presente Tesis pueden resumirse en las siguientes conclusiones generales:

- El estudio morfológico, mediante microscopía electrónica de barrido, revela que la fibra de lyocell presenta una sección transversal poliédrica, preferentemente penta y/o hexagonal. Longitudinalmente, se caracteriza por una superficie lisa y homogénea en la que pueden apreciarse irregularidades en forma de depósitos.
- El análisis cualitativo de los espectros FTIR obtenidos indica que la fibra de lyocell está constituida básicamente por celulosa cristalizada II y celulosa amorfa. El contenido de celulosa cristalizada I puede considerarse prácticamente despreciable, ya que en el espectro del componente cristalino de estas fibras no se aprecian ninguna de las bandas características de esta configuración (1430, 1162, 1111  $\text{cm}^{-1}$ ). Además, debe destacarse una elevada proporción de la relación entre los constituyentes principales celulosa cristalizada II/celulosa amorfa. Esto ha sido corroborado experimentalmente puesto que si hubiese una proporción mayor de celulosa amorfa, la presencia de las bandas de absorción a 1335 y 1315  $\text{cm}^{-1}$  no serían tan intensas y destacables.
- El estudio de cristalinidad realizado, mediante el cálculo de las relaciones de intensidad de absorción FTIR de las frecuencias correspondientes a 1420/893  $\text{cm}^{-1}$  y 1375/2902  $\text{cm}^{-1}$  (propuestas por O'Connor), indica que la fibra de lyocell presenta un elevada cristalinidad, confirmando así las evoluciones espectrales cualitativas que preveían una alta proporción de la relación celulosa cristalizada II/celulosa amorfa. La cristalinidad media

de esta fibra, determinada tomando como base la relación más sensible a los cambios de cristalinidad ( $1375/2902\text{ cm}^{-1}$ ), es del 90 %.

El análisis comparativo de los resultados de cristalinidad obtenidos para las fibras de lyocell y las de viscosa y modal, destaca la elevada cristalinidad del polímero de lyocell, 90%, frente a la obtenida para las fibras de modal y viscosa, del 75 y 65 % respectivamente.

- El análisis térmico, mediante calorimetría diferencial y termogravimetría, indica que la estructura de la fibra de lyocell es la que presenta una estabilidad térmica superior, de entre las fibras de celulosa regenerada, ya que las temperaturas de inicio de descomposición del polímero, en ambos casos, son considerablemente superiores para el lyocell, con diferencias de hasta 20 °C respecto a las de viscosa. Estos resultados corroboran la mayor cristalinidad obtenida para las fibras de lyocell.
- El estudio de accesibilidad realizado, mediante la caracterización termodinámica del sistema de absorción de moléculas de colorante C.I. Direct Blue 1 sobre el polímero de lyocell, demuestra que la fuerza de unión o estabilidad del sistema colorante-lyocell es menor que para las fibras celulósicas tradicionales, como lo indica el menor valor de afinidad obtenido en las primeras. Los valores de las magnitudes termodinámicas, características del sistema de absorción colorante/lyocell, se han determinado obteniéndose los siguientes resultados: entalpía,  $\Delta H^0 = -62570\text{ J/mol}$ , entropía,  $\Delta S^0 = -113\text{ J/mol.K}$  y afinidad estándar,  $-\Delta\mu^0 = 22125\text{ J/mol}$ . El valor de entalpía estándar obtenido para la fibra de lyocell es mayor que el calculado para otras fibras de celulosa, y teniendo en cuenta que el valor de la entropía estándar es del mismo orden de magnitud que el de estas últimas, puede justificarse este descenso de la

afinidad estándar del sistema por el efecto del elevado valor de la entalpía.

El análisis e interpretación de los resultados de las isothermas de absorción, muestra que la ecuación de Freundlich es la que mejor se ajusta y describe la isoterma de equilibrio de absorción del colorante directo sobre la fibra, dentro del intervalo de las condiciones de trabajo ensayadas. Esta modelización permite diseñar un esquema generalizado de cálculo que reproduce y predice por simulación los resultados experimentales, de forma satisfactoria, pudiendo compararse cuantitativamente distintas alternativas de operación. La parametrización del modelo anterior ha permitido estimar el valor del volumen interno característico del sistema,  $V = 0,51 \text{ L/kg}$  para  $5 \text{ g/l}$  de electrolito, que ofrece una medida del grado de accesibilidad del sustrato. El hecho de obtener unos valores similares, ligeramente superiores, al obtenido para las fibras de viscosa, corrobora el modelo corteza/núcleo de la fibra lyocell propuesto por algunos autores, en el que se considera la fibra formada por una corteza compacta de ordenación amorfa y un núcleo de elevada cristalinidad. Esta estructura fomentaría una absorción inicial considerable sobre la superficie de las fibras lyocell que condicionaría la distribución iónica en la fase interna, produciendo un aumento aparente del valor del volumen libre.

- La hidrólisis con enzimas de celulasa constata una baja reactividad de la fibra de lyocell, observándose una mayor degradación para las fibras de viscosa y modal, que se acentúa a medida que aumenta el tiempo de tratamiento. El estudio de la cinética de hidrólisis ha permitido calcular la especificidad catalítica del enzima por el sustrato ( $V_{em\acute{a}x}/K_e$ ). Las fibras de lyocell presentan el valor más bajo de especificidad catalítica, comparativamente con las de viscosa y modal. Este comportamiento

indica que para obtener el mismo grado de degradación enzimática, será necesario utilizar concentraciones más elevadas de enzima o enzimas de mayor actividad, para el caso del polímero de lyocell.

- Después de los tratamientos de fibrilación mecánica y desfibrilación enzimática posterior, se ha observado que se produce una recuperación total del diámetro original de la fibra, mientras que, por otro lado, se produce un encogimiento por disminución de la longitud de las fibras. Esto indica que después del hinchamiento de la fibra, las tensiones de unión, entre las fibrillas elementales de las macrofibrillas, se reducen, impidiendo la distribución simétrica inicial.
- Los tratamientos de fibrilación y desfibrilación enzimática modifican significativamente las propiedades mecánicas de tracción de las muestras de hilo constituidas por estas fibras. Principalmente, se produce una disminución importante de la tenacidad, como consecuencia de una disminución de la deformación a rotura, sin observarse cambios significativos del módulo de Young. La degradación es más intensa durante el tratamiento con enzimas, debido a la hidrólisis específica sobre el enlace 1,4- $\beta$ -glicosídico, por lo que el control de esta operación, concentración de enzima y tiempo de tratamiento, es fundamental para conseguir los efectos deseados sin degradar excesivamente las excelentes propiedades mecánicas de estas nuevas fibras.
- Como demuestran los estudios morfológicos por microscopía electrónica de barrido, el tratamiento de fibrilación provoca la abrasión superficial de la fibra por separación de las macrofibrillas contituyentes, preferentemente en la dirección del eje de la fibra. Durante el tratamiento enzimático, se produce la eliminación de las fibrillas superficiales,

generadas durante la etapa de fibrilación, produciéndose una pérdida de peso de aproximadamente el 3% para las condiciones experimentales utilizadas.

- Los espectros FT-IR obtenidos de las muestras sometidas a los tratamientos industriales demuestran que se produce una disminución significativa de la cristalinidad provocada fundamentalmente por la transformación de celulosa cristalizada II a celulosa amorfa, como consecuencia de la acción mecánica de estas etapas industriales.
- El tratamiento de fibrilación aumenta la accesibilidad y superficie específica de la fibra, por distorsión de la regularidad y compactación estructural. Este efecto incrementa las propiedades de absorción del sustrato, así como la reactividad frente a la acción enzimática. Durante el tratamiento enzimático se produce una reducción de esta superficie específica, por eliminación de las fibrillas superficiales potencialmente accesibles, por lo que disminuye ligeramente la capacidad de absorción de colorante por parte de la fibra.