

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

**INCORPORACIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO EN TELAS PARA GENERAR
PROPIEDADES AUTO-LIMPIABLES**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA
QUÍMICA**

DIANA ELIZABETH JAGUACO CAÑIZARES

dianitajaguaco@gmail.com

DIRECTOR: ING. OMAR BONILLA

omar.bonilla@epn.edu.ec

Quito, Febrero del 2018

© Escuela Politécnica Nacional (2018)
Reservados todos los derechos de reproducción

DECLARACIÓN

Yo, Diana Elizabeth Jaguaco Cañizares, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado todas las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Diana Elizabeth Jaguaco Cañizares

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por la Srta. Diana Elizabeth Jaguaco Cañizares, bajo mi supervisión.

Ing. Omar Bonilla

DIRECTOR DE PROYECTO

AGRADECIMIENTO

A Dios por hacer que todo lo que parecía imposible se cumpla.

A mis padres por su apoyo y amor incondicional. Sin ustedes no podía haberlo logrado. Papi, gracias por enseñarme a ser perseverante y alcanzar lo que me proponga. Siempre estás y estarás en mi corazón. Mami, gracias por ser mi amiga y compañera de aventuras.

A mis hermanos Jaime y Marco por su amor y consejos que me hicieron alcanzar todo lo que me propuse.

Al Inge Omar por su confianza, apoyo y sobretodo paciencia, sin usted no podría haber terminado el trabajo. Gracias por todo.

A la Inge Hilda por su apoyo y tiempo que ayudaron al desarrollo del trabajo.

A mis amigos por estar en los buenos y malos momentos. En especial Vane, Kenny, Freddy, Paul, Patty, Carlita gracias a todos ustedes sé el significado de la verdadera amistad.

A Jorge Luis, Flor, Isma, Sebas, David, Pame, Marcelita, Miguel, Luis por su apoyo durante la realización de la tesis. Gracias por hacer que estos años de tesis no hayan parecido tan largos.

A mis amigas Ale, Jess por su amor, comprensión y ternura en los momentos difíciles que pasamos juntas.

A mis grandes amigos Carlitos, Jessy y Geo por su apoyo incondicional, por escucharme siempre y darme consejos en todos los momentos de mi vida. Los quiero mucho.

DEDICATORIA

*A mi papi, que a pesar de no estar presente en cuerpo tu alma siempre estará
junto a mí.*

*A mi mami, por su esfuerzo y comprensión. Este triunfo es de ustedes, son la
razón de mi vida.*

*A mi sobrinita Isabella, quiero darte el mejor ejemplo y siempre serás una lucecita
en mi vida.*

ÍNDICE DE CONTENIDOS

	PÁGINA
RESUMEN	xiii
INTRODUCCIÓN	xvi
1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	1
1.1 Algodón y poliéster	1
1.1.1 Algodón	2
1.1.2 Poliéster	4
1.1.3 Mezclas de fibras	6
1.2 Incorporación de partículas en textiles	7
1.2.1 Sistemas por impregnación	8
1.2.2 Método por agotamiento	9
1.2.3 Sistemas especiales	10
1.3 Textiles auto-limpiables	10
1.3.1 Generalidades	10
1.3.2 Uso de dióxido de titanio en textiles autolimpiables	12
1.3.3 Retención de partículas de dióxido de titanio incorporadas en textiles	17
2. PARTE EXPERIMENTAL	20
2.1 Determinación del método de incorporación de dióxido de titanio, con el que se obtenga el mayor porcentaje de dióxido de titanio incorporado	20
2.1.1 Materiales y reactivos	20
2.1.2 Equipos	22
2.1.3 Incorporación por agotamiento	23
2.1.3.1 Incorporación por agotamiento con ligante acrílico	23
2.1.3.2 Incorporación por agotamiento con tratamiento previo	25
2.1.4 Incorporación por impregnación	27
2.1.4.1 Incorporación por impregnación con ligante acrílico	28
2.1.4.2 Incorporación por impregnación con tratamiento previo	30
2.2 Determinación de las condiciones de proceso del método de incorporación seleccionado con las que se obtenga mayor porcentaje de permanencia del dióxido de titanio, al someterlas al lavado doméstico	31
2.3 Evaluación de la propiedad autolimpiable de las telas con dióxido de titanio incorporado con las mejores condiciones determinadas	33
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	35

3.1	Determinación del método de incorporación de dióxido de titanio con el que se obtenga el mayor porcentaje de dióxido de titanio incorporado	35
3.1.1	Incorporación por agotamiento	35
3.1.1.1	Resultados preliminares de la incorporación por agotamiento	35
3.1.1.2	Incorporación por agotamiento con ligante acrílico	37
3.1.1.3	Resultados de la incorporación por agotamiento con tratamiento previo	43
3.1.2	Incorporación por impregnación	48
3.1.3.1	Incorporación por impregnación con ligante acrílico	48
3.1.3.2	Incorporación por impregnación con tratamiento previo	50
3.2	Determinación de las condiciones de proceso de incorporación seleccionado con las que se obtenga mayor porcentaje de permanencia del dióxido de titanio, al someterlas al lavado doméstico	54
3.2.1	Efecto de la concentración y tipo de catalizador en el porcentaje de retención del TiO ₂ incorporado por agotamiento con pretratamiento de las telas	55
3.2.2	Efecto de la variación de concentración de ácido succínico en la permanencia del tio ₂ incorporado por agotamiento con pretratamiento de las telas	61
3.3	Evaluación de la propiedad autolimpiable de las telas con dióxido de titanio incorporado con las mejores condiciones determinadas	69
	4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	75
4.1	Conclusiones	75
4.2	Recomendaciones	76
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
	ANEXOS	86

ÍNDICE DE TABLAS

		PÁGINA
Tabla 2. 1.	Reactivos empleados en los métodos de incorporación evaluados	21
Tabla 2. 2.	Equipos empleados en la investigación	22
Tabla 3. 1.	Porcentajes máximos posibles de incorporación de TiO ₂ en las telas de polialgodón y algodón 100 % para las concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de TiO ₂ .	41
Tabla 3. 2.	Resultados del porcentaje de incorporación de TiO ₂ de los métodos por impregnación utilizados con 5 g/L de TiO ₂	53
Tabla 3. 3.	Resultados del porcentaje de incorporación de TiO ₂ de los métodos por agotamiento utilizados con concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de TiO ₂	53
Tabla 3. 3.	Resultados de desmanchado con respecto al tiempo del algodón 100 % y polialgodón $\lambda=340$ nm, $I=0,41$ W/m ²	71
Tabla AVIII. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento ligante acrílico (5 % spt), concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de dióxido de titanio, tela polialgodón	99
Tabla AVIII. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento ligante acrílico (5 % spt), concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de dióxido de titanio, tela algodón 100 %	99
Tabla AIX. 1.	Resultados de peso y porcentajes de impregnación de polialgodón con 5g/L TiO ₂ y 5 % spt de ligante acrílico	100
Tabla AIX. 2.	Resultados de peso y porcentajes de impregnación de algodón 100 %, 5 g/L TiO ₂ y 5% spt de ligante acrílico	100
Tabla AIX. 3.	Resultados de peso y porcentaje de impregnación en polialgodón con 5 g/L TiO ₂ y pretratamiento con 4 % catalizador (sulfato de aluminio) con 6 % ácido succínico	100
Tabla AIX. 4.	Resultados de peso y porcentaje de impregnación en algodón 100 % con 5 g/L TiO ₂ y pretratamiento con 4 % catalizador (sulfato de aluminio) con 6 % ácido succínico	100
Tabla AX. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio.	101

Tabla AX. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 3 g/L de dióxido de titanio..	101
Tabla AX. 3.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 5 g/L de dióxido de titanio.	102
Tabla AXI. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio.	103
Tabla AXI. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	103
Tabla AXI. 3.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 8 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	104
Tabla AXII. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 4 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio.	105
Tabla AXII. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	105
Tabla AXII. 3.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 8 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	106
Tabla AXII. 4.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 10 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	106
Tabla AXII. 5.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 12 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio	106
Tabla AXIII. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	107
Tabla AXIII. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	107

Tabla AXIII. 3.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 8 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	108
Tabla AXIV. 1.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 4 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	109
Tabla AXIV. 2.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	109
Tabla AXIV. 3.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 8 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	110
Tabla AXIV. 4.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 10 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	110
Tabla AXIV. 5.	Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 12 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio	110
Tabla AXVI. 1.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de incorporación de TiO ₂ por agotamiento con ligante acrílico	118
Tabla AXVI. 2.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO ₂ no incorporado por agotamiento con ligante acrílico.	118
Tabla AXVI. 3.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO ₂ incorporado por agotamiento con pretratamiento 6% spt ácido succínico y 4% spt sulfato de aluminio	119
Tabla AXVI. 4.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO ₂ incorporado por impregnación con ligante acrílico	119
Tabla AXVI. 5.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO ₂ incorporado por impregnación con pretratamiento 6% spt ácido succínico y 4% spt sulfato de aluminio	119
Tabla AXVI. 6.	Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO ₂ incorporado por impregnación con ligante acrílico y pretratamiento de las telas.	120
Tabla AXVI. 7.	Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO ₂ por concentración de catalizador (sulfato de aluminio)	120

Tabla AXVI. 8.	Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO ₂ por concentración de catalizador (bifosfato de sodio)	120
Tabla AXVI. 9.	Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO ₂ por concentración de catalizador (sulfato de aluminio)	121
Tabla AXVI. 10.	Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO ₂ por concentración de catalizador (bifosfato de sodio)	121
Tabla AXVI. 11.	Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO ₂ por concentración ácido succínico (sulfato de aluminio)	122
Tabla AXVI. 12.	Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO ₂ por concentración ácido succínico (bifosfato de sodio)	123
Tabla AXVI. 13.	Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO ₂ por concentración ácido succínico (sulfato de aluminio)	124
Tabla AXVI. 14.	Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO ₂ por concentración ácido succínico (bifosfato de sodio)	125

ÍNDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
Figura 1. 1.	Clasificación de las fibras textiles naturales y sintéticas	1
Figura 1. 2.	Unidad de repetición de la cadena de celulosa	3
Figura 1. 3.	Fibra de algodón: Izq. Sección transversal de la fibra de algodón. Der. Convoluciones de la fibra	4
Figura 1. 4.	Esquema molecular del PET	5
Figura 1. 5.	Sección transversal de las fibras de poliéster	5
Figura 1. 6.	Incorporación de partículas: Izq. Incorporación directa a la fibra. Der. Incorporación al tejido como un acabado	7
Figura 1. 7.	Equipo foulard y mecanismo de impregnación por foulardado	9
Figura 1. 8.	Gota de agua sobre superficie hidrofóbica.	11
Figura 1. 9.	Celdas unitarias de rutilo y anatasa. El titanio ocupa la posición central.	13
Figura 1. 10.	Proceso de foto degradación de contaminantes orgánicos con partículas de dióxido de titanio	15
Figura 1. 11.	Funcionamiento de los textiles autolimpiables	15
Figura 1. 12.	Cambio de forma de las gotas de agua en una película de TiO ₂ durante la exposición con rayos UV.	17
Figura 1. 13.	Incorporación del ligante al material textil	18
Figura 1. 14.	Método de reticulación, unión del espaciador con el algodón y el TiO ₂	19
Figura 2. 1.	Esquema de la incorporación de TiO ₂ por agotamiento con ligante acrílico	24
Figura 2. 2.	Esquema de la incorporación de TiO ₂ por agotamiento con tratamiento previo	27
Figura 2. 3.	Esquema de la incorporación de TiO ₂ por impregnación con ligante acrílico	29
Figura 2. 4.	Esquema incorporación de TiO ₂ por impregnación con tratamiento previo.	30

Figura 3. 1.	Porcentaje de incorporación de TiO ₂ por agotamiento sobre telas de algodón 100 % y polialgodón, concentración del baño de 1, 3, 5 g/L TiO ₂ . Ensayos preliminares	36
Figura 3. 2.	Porcentaje de incorporación de TiO ₂ por agotamiento con 5 % de ligante acrílico y concentración del baño de 1, 3, 5 g/L TiO ₂	37
Figura 3. 3.	Dispersión en el agua: Izq. TiO ₂ técnico. Der. TiO ₂ alimenticio	38
Figura 3. 4.	Diagrama de Pareto de los efectos de los factores del porcentaje de incorporación de TiO ₂ por agotamiento con ligante	40
Figura 3. 5.	Porcentaje de TiO ₂ no incorporado en las telas por agotamiento y 5 % de ligante y concentración de baño 1, 3, 5 g/L TiO ₂	42
Figura 3. 6.	Diagrama de Pareto de los efectos de los factores para el porcentaje de TiO ₂ no incorporado en las telas por agotamiento y ligante acrílico	43
Figura 3. 7.	Porcentaje de incorporación de TiO ₂ por agotamiento con pretratamiento (6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio) y diferentes concentraciones de TiO ₂	44
Figura 3. 8.	Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO ₂ incorporado en las telas con agotamiento y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio	45
Figura 3. 9.	Porcentaje de TiO ₂ que no se incorporó en la tela por agotamiento y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio	46
Figura 3. 10.	Impregnación de algodón 100 % y polialgodón con 5 g/L TiO ₂ y 5 % ligante acrílico	48
Figura 3. 11.	Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO ₂ incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón con impregnación y 5 g/L de ligante acrílico	50
Figura 3. 12.	Gráfico de barras del porcentaje de incorporación de TiO ₂ de la tela de algodón 100 % y polialgodón con impregnación y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio	51
Figura 3. 13.	Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO ₂ incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón con impregnación y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio	51
Figura 3. 14.	Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO ₂ incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón con impregnación con pretratamiento	

	con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio y 5 % spt de ligante acrílico	52
Figura 3. 15.	Porcentaje de incorporación de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	56
Figura 3. 16.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador (sulfato de aluminio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	57
Figura 3. 17.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador (bifosfato de sodio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	57
Figura 3.18.	Porcentaje de retención de TiO ₂ en telas de algodón 100 % y polialgodón catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas), bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 6 % spt ácido succínico y 1 g/L TiO ₂ en el baño	58
Figura 3. 19.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador (sulfato de aluminio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	59
Figura 3. 20.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador (bifosfato de sodio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	60
Figura 3. 21.	Porcentaje de TiO ₂ incorporado por pretratamiento sobre telas de algodón 100 % y polialgodón con 6% catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	62
Figura 3. 22.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador sulfato de aluminio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	63
Figura 3. 23.	Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador bifosfato de sodio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	63
Figura 3. 24.	Porcentaje de TiO ₂ retenido por pretratamiento sobre telas de algodón 100 % y polialgodón con 6 % catalizador: sulfato de	

	aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	64
Figura 3. 25.	Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador sulfato de aluminio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1g/L de TiO ₂	65
Figura 3. 26.	Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO ₂ con pre-tratamiento, catalizador bifosfato de sodio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO ₂	66
Figura 3.27.	Imágenes SEM: a) algodón 100 %, b) algodón 100 % con TiO ₂ técnico, c) algodón 100 % con TiO ₂ alimenticio	67
Figura 3. 28.	Imágenes SEM: a) polialgodón, b) polialgodón con TiO ₂ técnico, c) polialgodón con TiO ₂ alimenticio	68
Figura 3. 29.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A: a) algodón 100 % con TiO ₂ alimenticio, b) algodón 100 % con TiO ₂ técnico	70
Figura 3. 30.	Parte superior. Telas expuestas 24 horas de irradiación UV en la cámara de xenón. Parte inferior. Escala de valoración con valor de 1 de la macha de solución de café	72
Figura 3. 31.	Parte superior. Telas expuestas 24 horas de irradiación UV en la cámara de xenón. Parte inferior. Escala de valoración con valor de 7 de la macha de solución de café	72
Figura AI. 1.	Resultado de tamaño de partícula dióxido alimenticio	87
Figura AI. 2.	Resultado de tamaño de partícula dióxido técnico	88
Figura AI. 3.	Resultado de tamaño de partícula dióxido de titanio Anexos	89
Figura AII. 1.	Resultado del tipo de cristalización de los dióxidos de titanio alimenticio y técnico	90
Figura AXV. 1.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Polialgodón con TiO ₂ alimenticio	111
Figura AXV. 2.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Polialgodón con TiO ₂ técnico	112

Figura AXV. 3.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Polialgodón con TiO ₂ alimenticio	113
Figura AXV. 4.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Polialgodón con TiO ₂ técnico	114
Figura AXV. 5.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Algodón 100 % con TiO ₂ técnico	115
Figura AXV. 6.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Algodón 100% con TiO ₂ alimenticio	116
Figura AXV. 7.	Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Algodón 100% con TiO ₂ técnico	117

ÍNDICE DE ANEXOS

	PÁGINA
ANEXO I	
Resultados tamaño de partícula de los dióxidos de titanio técnico y alimenticio	87
ANEXO II	
Resultados del tipo de cristalización de los dióxidos de titanio técnico y alimenticio	90
ANEXO III	
Ejemplo de cálculo del porcentaje de incorporación máximo de TiO ₂ para las telas con el método de incorporación por impregnación con ligante acrílico y pretratamiento	91
ANEXO IV	
Ejemplo de cálculo del porcentaje de incorporación de dióxido de titanio en la tela de algodón 100 % con el método incorporación por agotamiento con pretratamiento	93
ANEXO V	
Ejemplo de cálculo del porcentaje de incorporación de dióxido de titanio en la tela de algodón 100 % método incorporación por agotamiento con ligante acrílico	95
ANEXO VI	
Ejemplo de cálculo del porcentaje de TiO ₂ que no se incorporó en la tela de algodón 100 % método incorporación por agotamiento con ligante acrílico	97
ANEXO VII	
Ejemplo de cálculo del porcentaje de retención de dióxido de titanio en la tela de algodón método incorporación por agotamiento con ligante	98
ANEXO VIII	
Resultados incorporación por agotamiento con ligante acrílico en telas con dióxido de titanio	99
ANEXO IX	
Resultados incorporación por impregnación con ligante acrílico y pretratamiento de telas con dióxido de titanio	100
ANEXO X	
Resultados incorporación por agotamiento con pretratamiento de telas de dióxido de titanio (variación de la concentración del dióxido de titanio con 6 % ácido succínico y 4 % sulfato de aluminio)	101
ANEXO XI	
Resultados incorporación por agotamiento con pretratamiento a la tela de dióxido de titanio (variación del porcentaje de sulfato de aluminio con 6 % de ácido succínico)	103

ANEXO XII

Resultados incorporación por agotamiento con pretratamiento de la tela con dióxido de titanio (variación del porcentaje de ácido succínico con 6 % de sulfato de aluminio) 104

ANEXO XIII

Resultados incorporación por agotamiento con pretratamiento de la tela con dióxido de titanio (variación del porcentaje de bifosfato de sodio con 6 % de ácido succínico) 107

ANEXO XIV

Resultados incorporación por agotamiento con pretratamiento de la tela con dióxido de titanio (variación del porcentaje de ácido succínico con 6 % de sulfato de aluminio) 109

ANEXO XV

Escala de valoración utilizada en la evaluación de la propiedad autolimpiable de las telas 111

ANEXO XVI

Resultados obtenidos en el software Statgraphics 118

RESUMEN

En este trabajo de investigación se estudió la incorporación sobre telas 100 % algodón y mezcla de polialgodón (65-35 %), de dos tipos de dióxido de titanio: grado alimenticio (cristalización anatasa) y grado técnico (cristalización rutilo). Para ello se probaron dos métodos de incorporación: agotamiento e impregnación. Al no existir afinidad entre las partículas de TiO_2 y las fibras de algodón y poliéster se utilizaron 2 alternativas para mejorar tanto el porcentaje de incorporación como el de retención en las telas luego del lavado; la adición de un ligante acrílico al baño y el pretratamiento a las telas con ácido succínico y sulfato de aluminio como catalizador. Por lo tanto, se realizaron un total de 4 procedimientos: incorporación por agotamiento con ligante, incorporación por agotamiento con pretratamiento, incorporación por impregnación con ligante e incorporación por impregnación con pretratamiento. De los cuatro procedimientos realizados se seleccionó el método de incorporación por agotamiento con pretratamiento a la tela, ya que presentó el mayor porcentaje de incorporación de partículas de TiO_2 .

Una vez seleccionado el método, se variaron parámetros del pretratamiento de la tela para obtener mayor retención del TiO_2 : tipo de catalizador usado (sulfato de aluminio y bifosfato de sodio), concentración del catalizador (4, 6 y 8 % sobre peso de tela (spt)), y la concentración de ácido succínico (4, 6, 8, 10 y 12 % sobre peso de tela (spt)). Como variable de salida en esta etapa de la investigación, se utilizó el porcentaje de retención de TiO_2 posterior al lavado de la tela según la norma *AATCC Test Method 61-1996 Test 1A Colorfastness to Laundering, home and Commercial: Accelerated*. Se alcanzaron los porcentajes máximos de retención en las telas de algodón 100 % y polialgodón cuando se utilizó 6 % spt de sulfato de aluminio (catalizador) con 8 % spt de ácido succínico y cuando se usó 6 % spt de bifosfato de sodio con 10 % spt de ácido succínico.

Para determinar si el método y condiciones de operación determinados otorgan a las telas la propiedad de autolimpieza, se expusieron las telas a las que previamente se incorporó TiO_2 en una cámara de xenón en el rango UV (340 nm,

0,48 W/m²) por un tiempo de 6, 12 y 24 horas. Para evaluar el efecto autolimpiable se estableció una escala de valoración, en donde el valor de 1 corresponde a una mancha de 1 g/L de solución de café y el valor de 7 a la mancha inicial de 6,6 g/L de solución de café. A mayor tiempo de exposición, mayor fue la propiedad autolimpiable, ya que luego de 24 horas de exposición las manchas disminuyeron desde valores de 7 hasta valores de 1 (TiO₂ técnico) y menor que 1 (TiO₂ alimenticio). En general el TiO₂ alimenticio presentó mayor propiedad autolimpiable a la presentada por el TiO₂ técnico.

INTRODUCCIÓN

Los llamados textiles inteligentes han despertado gran interés en los últimos años ya que son capaces de cambiar sus propiedades intrínsecas como una respuesta a un estímulo externo. Dependiendo de su método de obtención así como de las partículas que se les adhieran, se obtienen diferentes funcionalidades de los textiles inteligentes: autolimpieza, protección de luz ultravioleta, etc. (Sánchez, 2007, p. 39). Los textiles autolimpiables pueden ser de dos tipos: los hidrófobos cuyo principio es repeler el agua y los hidrofílicos que degradan la mancha mediante fotocátalisis de los compuestos. Los textiles autolimpiables hidrofílicos ayudan a la degradación de contaminantes ambientales, eliminación de olores (corporal y humo), compuestos orgánicos y microorganismos que pueden ser o no dañinos para los humanos. Los textiles autolimpiables hidrofílicos se pueden obtener al incorporar óxidos metálicos (semiconductores) que actúan como catalizadores en la reacción de foto-degradación de compuestos. El óxido más utilizado por su estabilidad es el dióxido de titanio de tamaño nanoparticulado, seguido del óxido de zinc (Qi et al., 2006, p. 4568).

Una de las grandes dificultades que presenta la incorporación de las partículas es su permanencia, ya que al tratarse de textiles, estos deben ser sometidos a varios ciclos de lavados y la permanencia de las partículas se ve comprometida en los mismos (Mancini y López, 2013, p. 1), por lo cual se incorporan ligantes para que exista una mejor adherencia entre la tela y las partículas, además del uso de pretratamientos que ayudan a que exista una afinidad entre la tela y las partículas (Mirjalili y Karimi, 2011, p. 1030; Mancini y López, 2013, p. 3). Pese al avance de los textiles autolimpiables existe poca información sobre la toxicidad de las nanopartículas utilizadas, además se desconocen aún los efectos sobre vías de absorción en los humanos, lo que podría implicar riesgos de salud desconocidos (Tanarro y Gálvez, 2009, pp. 37-43). Por ello, en el presente trabajo se utilizarán micropartículas de TiO_2 con tamaños de d_{80} comprendidos entre 0,9 y 1,0 μm .

1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 ALGODÓN Y POLIÉSTER

Las fibras textiles y los artículos elaborados con ellas tienen un gran papel en la vida cotidiana gracias a su vasto rango de aplicaciones, con el tiempo los mismos se han adaptado para satisfacer la necesidad de los seres humanos. Las fibras textiles por lo general se clasifican según su origen en dos grandes grupos: fibras naturales y fibras sintéticas (Moody y Needles, 2004, p. 5). En la Figura 1.1 se muestra la clasificación de las fibras según su origen.

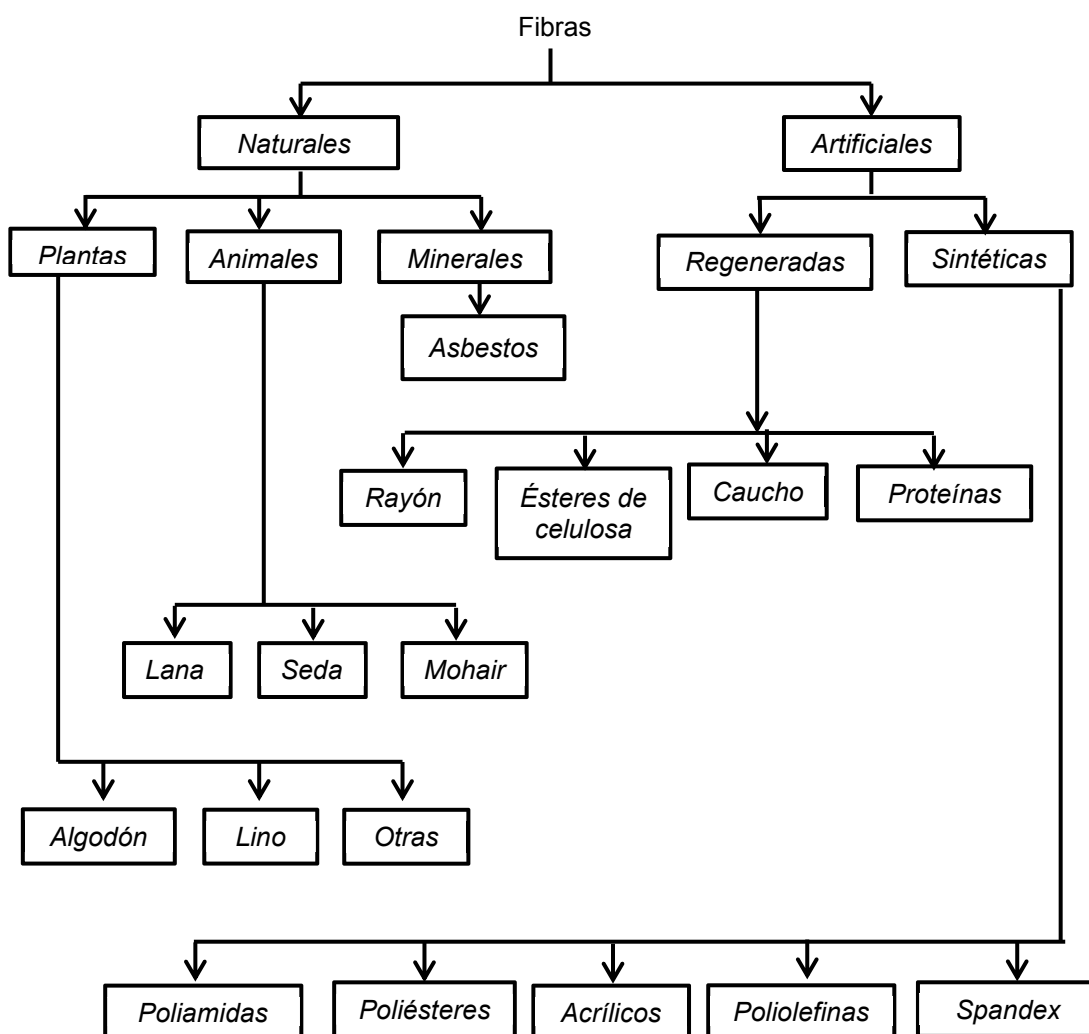


Figura 1. 1. Clasificación de las fibras textiles naturales y sintéticas
(Moody y Needles, 2004, p. 5)

Del total de fibras comercializadas en el mundo en el año 2015 las fibras de algodón tuvieron un consumo del 27 %, mientras que las fibras de poliéster alcanzaron un consumo del 55 %, siendo así las más utilizadas en el mundo (Textile Exchange, 2016, p. 7).

1.1.1 ALGODÓN

El algodón es una fibra hipoalergénica textil blanda, aislante, de bajo costo, suave, cómoda y es fácil de lavar. También es una fibra transpirable, absorbente y flexible. Por sus diversas propiedades se usa en la ropa de bebés, ropa interior, jeans, etc (Maharzan, 2013, p. 1). Las fibras muy cortas son utilizadas para la fabricación de papel o textiles artificiales en forma de celulosa regenerada. Otros usos de sus fibras y semillas son la producción de aceite y harina de proteína (Mosiniak y Prat, 2005, p. 5).

El algodón (*Gossypium*, familia *Malvaceae*) originario de la India, es una planta perenne arbustiva con flores grandes. La planta se cultiva en varios países tropicales, sus frutos son cápsulas que envuelven a la semilla de algodón. Existen 34 especies silvestres entre las cuales están *Gossypium herbaceum* (algodón indio de fibras gruesas y cortas), *Gossypium barbadense* (algodón egipcio de fibras largas y delgadas) y la especie más utilizada *Gossypium hirsutum* (Fibras de tamaño medio) (Mosiniak y Prat, 2005, p. 1).

La sección transversal de una fibra de algodón muestra una estructura de múltiples capas: primero una pared delgada exterior primaria de aproximadamente 0,1 μm de espesor compuesta de celulosa, ceras, grasas y pectina, seguida de una pared interior más gruesa de 0,4 μm de espesor formada por tres sub capas de celulosa en espiral, y en el centro de la fibra se encuentra un canal o lumen por el cual se transportan nutrientes durante el crecimiento de la fibra (Mosiniak y Prat, 2005, p. 3).

La fibra de algodón está compuesta entre 88,0 y 96,5% de alfa celulosa. La composición química del algodón varía dependiendo del medio ambiente donde crece la planta y la madurez de la misma (Gordon y Hsieh, 2007, p. 5).

La celulosa es un polisacárido que se forma por unidades de β -D-glucosa unidas por un enlace glucosídico del grupo hidroxilo glucósido del carbono 1 y el hidroxilo alcohólico del carbono 4 de la siguiente molécula (O'sullivan, 1997, p. 175). La longitud entre cada dos grupos aislados de celulosa es de 10,3 Å, tal como se observa en la Figura 1.2. La celulosa por lo general es una sustancia "dura" e insoluble en agua, la cual tiene un papel importante en el mantenimiento de la estructura de las paredes celulares de las plantas (Cegarra, Puente y Valldeperas, 1981, p. 7).

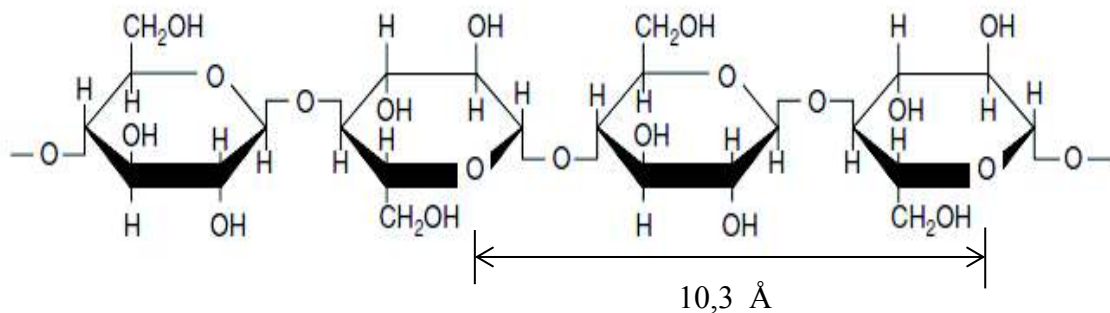


Figura 1. 2. Unidad de repetición de la cadena de celulosa
(Cegarra, Puente, Valldeperas, 1981, p. 8)

Las fibras de algodón presentan una superficie polar asociada a los grupos hidroxilos de la celulosa, tal característica es responsable de su carácter hidrofílico y permite también la unión de las cadenas de celulosa mediante un puente de hidrógeno (Mirjalili y Karimi, 2011, p. 209). Además las fibras de algodón varían entre 3 y 6 μm de diámetro, dependiendo de su variedad. (Giraldo, 2015, p. 27)

Cuando la fibra de algodón se seca, esta sufre un colapso enrollándose y formando una hendidura como se muestra en la Figura 1.3. En la región C, la estructura se abre y es más susceptible al ataque químico. En la región A, la estructura se abre y es más susceptible al ataque químico. En la región A, la estructura es estrecha, en B, la estructura es ancha. Esto es una consecuencia

natural del colapso de una estructura helicoidal. A lo largo de la fibra en intervalos existen cambios entre las convoluciones como se muestra en la Figura 1.3 (Gordon y Hsieh, 2007, p. 39).

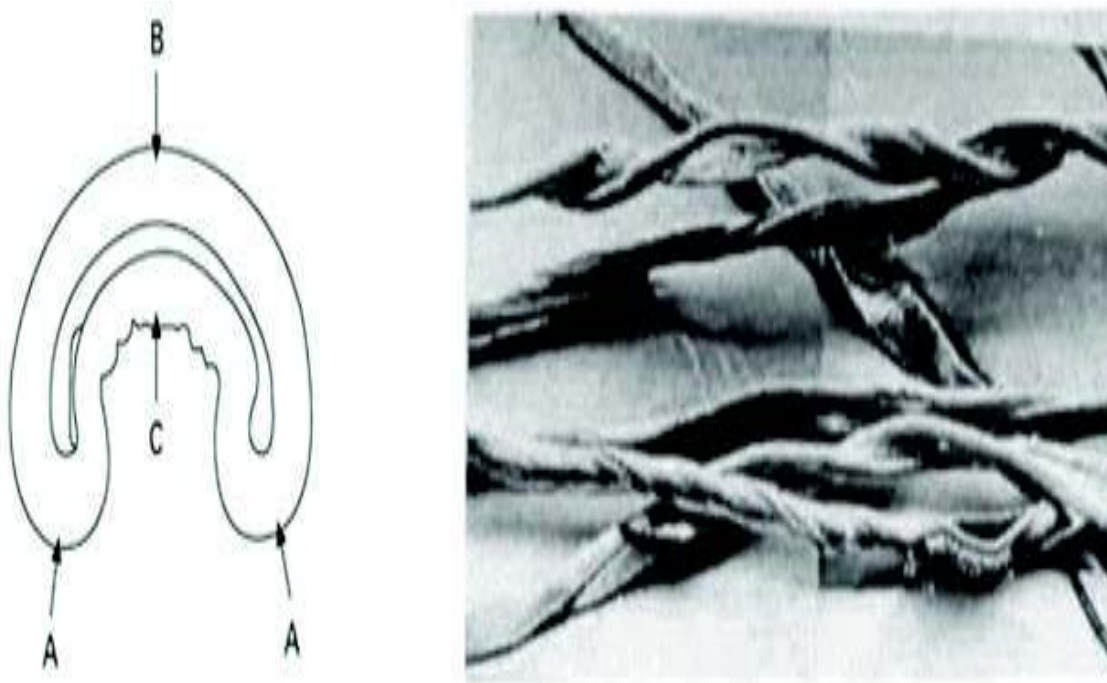


Figura 1. 3. Fibra de algodón: Izq. Sección transversal de la fibra
Der. Convoluciones de la fibra
(Gordon y Hsieh, 2007, p.39)

1.1.2 POLIÉSTER

El poliéster es un polímero sintético de cadena larga formado por macromoléculas lineales que tienen al menos 85 % en masa de un diol y ácido tereftálico. El poliéster se forma a partir de una reacción de condensación de alcoholes y ácidos orgánicos o hidroxiacidos (Giraldo, 2015, p. 40).

En 1941 Reino Unido fabricó el primer poliéster conocido como PET (tereftalato de polietileno), en los años posteriores se fabricaron otros poliésteres como PBT (tereftalato de polibutileno) y PTT (tereftalato de politrimetileno), siendo el PET el más usado en el campo textil, cuya fórmula molecular se observa en la Figura 1.4 (CIRFS, 2016, p. 1).

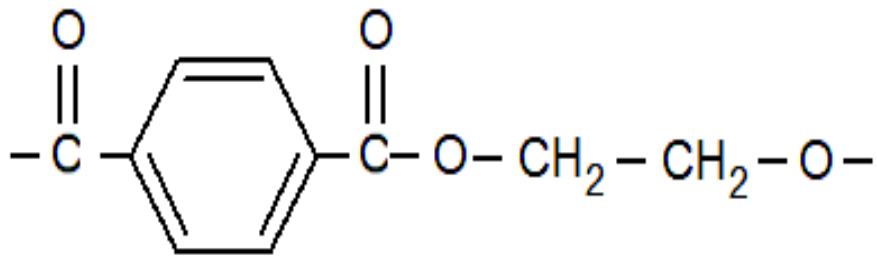


Figura 1. 4. Esquema molecular del PET
(Díaz, 2013, p. 2)

Las fibras de poliéster se fabrican fundiendo los pellets de polímero aproximadamente a 280 °C, luego son extruidas en filamentos continuos para ser enrollados como filamentos antes de ser estirados, engarzados y cortados en fibra corta (CIRFS, 2016, p. 1).

El poliéster es una fibra de sección transversal variable, generalmente redonda, con superficie lisa, tal como se observa en la Figura 1.5; es una fibra muy versátil, se arruga poco, posee baja tasa legal de humedad, además de poseer una buena recuperación elástica y a la torsión, también es resistente a la mayoría de químicos y a la abrasión. Debido a su estructura química es hidrófoba, además de presentar alta cristalinidad ya que al presentar anillos aromáticos estos tienden a apilarse ordenadamente, formando cristales resistentes (Amenós, 1997, p. 78; Hareh, 2009, p. 13).

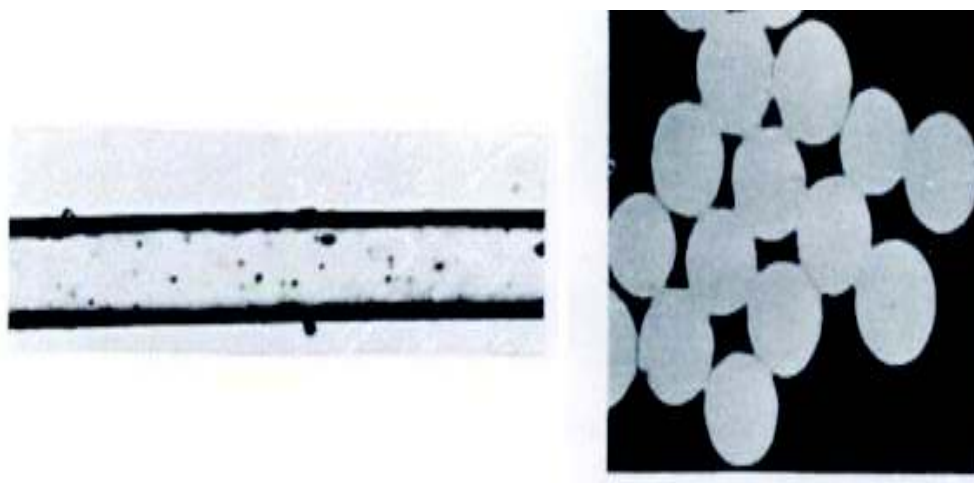


Figura 1. 5. Sección transversal de las fibras de poliéster
(Amenós, 1997, p. 77)

Gracias a todas estas características las fibras de poliéster se usan en la fabricación de vestimenta como: pantalones deportivos, camisas, blusas y en artículos del hogar como mantas y sábanas. También son utilizadas en hilos para coser, cordeles, mangueras contra incendios, cintas transportadoras, cinturones de seguridad (Mondragón, 2002, p. 8; COATS, 2017, p. 20).

1.1.3 MEZCLAS DE FIBRAS

Desde hace varios años se realizan la mezcla de dos o más fibras naturales y/o artificiales de modo que la combinación final presente las características promedio de los constituyentes que la componen. Existen varias razones para realizar las mezclas textiles, en primer lugar se encuentra la elaboración de un producto más barato, así mezclas de lana y algodón son comunes en la industria textil para reducir el costo sin afectar considerablemente la calidad. La segunda razón es la corrección de defectos, muchas fibras tienen algunas características indeseables inherentes que puede ser minimizada al ser mezcladas con otras fibras. Por ejemplo la baja absorción de agua del poliéster puede mejorar mediante la mezcla con algodón o rayón. Así la mezcla de algodón y poliéster permite resolver ciertos inconvenientes que las prendas de algodón tienen, tales como arrugarse con facilidad, ya que al ser combinadas con fibras como el poliéster que conserva su forma original, dan como resultado una prenda confortable y duradera. La tercera razón es la creación de efectos nuevos y más deseables en la mezcla (Raihan y Ghosh, 2015, p. 88; Najjar, Amani y Hasani, 2002, pp. 177-178).

Debido a sus características, la mezcla de algodón poliéster es empleada en prendas de vestir, pijamas, sábanas, fundas de almohadas, mantas, ropa deportiva, camisetitas y camisas. La mezcla de poliéster y algodón se la puede realizar en diversas cantidades, una de las mezclas más usadas es la de 65 % poliéster y 35 % algodón debido a su mayor confort y durabilidad. Otra mezcla muy durable y versátil es la de 50 % algodón y 50 % poliéster, esta mantendrá su forma, es suave y ligera al tacto (Giraldo, 2015, p. 23).

1.2 INCORPORACIÓN DE PARTÍCULAS EN TEXTILES

En los últimos años la aparición de nuevas tecnologías ha revolucionado la industria textil, muestra de ello es la aparición de los textiles inteligentes los cuales en su mayoría incorporan micro o nano partículas para brindarle al textil una propiedad diferente a la presentada por su fibra de origen, por ejemplo: actividad antibacteriana, propiedades ignífugas, protección ultravioleta, propiedades autolimpiables, entre otras (Rivero, Urrutia, Goicochea y Arregui, 2015, p. 2).

En el caso de los textiles inteligentes que son obtenidos mediante la incorporación de partículas, esto se realiza de diferentes maneras: la primera es incorporar directamente la partícula de interés a las fibras textiles en el proceso de hilatura (mediante extrusión de una fibra textil sintética), con ello se obtienen las llamadas fibras inteligentes, después estas son tejidas formando así el textil inteligente. La segunda es mediante la aplicación de las partículas de interés en el proceso de acabado textil del tejido, en este caso se debe considerar la resistencia de las partículas incorporadas al lavado, abrasión y la sensación al tacto que presente el textil obtenido. En la Figura 1.6 se puede observar la disposición que pueden tener las partículas en los textiles (Sánchez, 2007, p. 40).

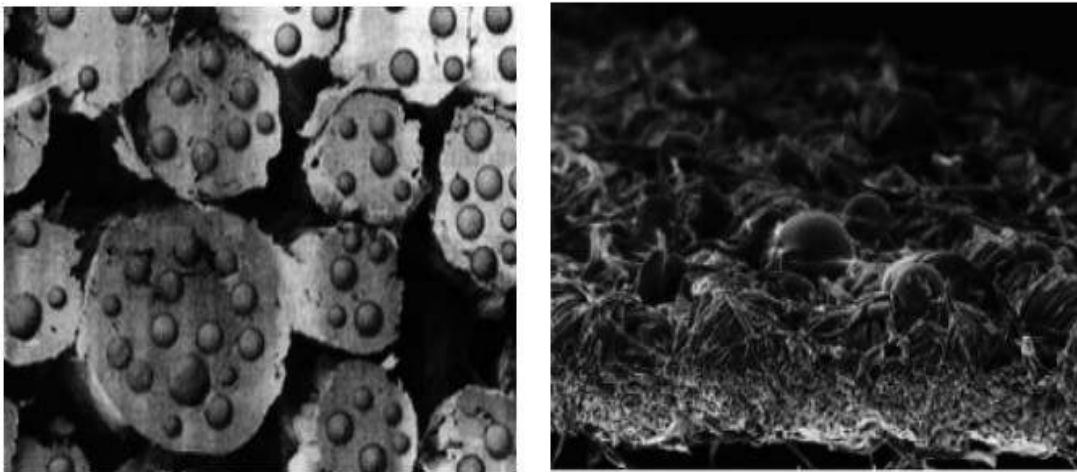


Figura 1. 6. Incorporación de partículas en textiles: Izq. Incorporación directa a la fibra.
Der. Incorporación al tejido como un acabado
(Sánchez, 2007, p. 40)

Para la incorporación de las partículas en tejidos textiles se usan diversos procesos de acabados, los cuales se pueden clasificar en sistemas por impregnación, sistemas por agotamiento y sistemas especiales (Lockuán, 2012, p. 81).

1.2.1 SISTEMAS POR IMPREGNACIÓN

El método por impregnación puede ser continuo o semicontinuo. En general, consiste en que el material textil ingresa a un recipiente que contiene un baño compuesto por el material que se desea impregnar en la tela y agua, luego el textil pasa por rodillos que quitan el exceso de baño (expresión) para después realizar una fijación. Por lo tanto el producto de interés es transferido al material textil por medio del contacto con la tela (Francés, 2013, p. 42).

En el método por impregnación se usa una relación de baño que puede ser de 1 000 g del material textil por 600-1 200 mL de solución de impregnación. Un factor a ser considerado en el sistema por impregnación es el contenido de sólidos en el baño. Además de la concentración de sólidos otro aspecto que se debe controlar es el llamado *pick up* o expresión del tejido, ya que este factor determina la cantidad del baño que es absorbido por el material textil (Pineda y Jara, 2010, p. 42; Lockuán, 2012, p. 23).

El equipo usado en el proceso por impregnación es el foulard (Morales, 1999, p.139). En el foulard existe una solución o baño en un recipiente en el cual se remoja al textil, este se escurre mediante cilindros que aplican presión para proveer un exprimido uniforme en el ancho de tejido. Luego de esta operación se procede a un proceso de termo-fijado (PAD-THERM) para que la fijación sea efectiva. Para ello el material textil es secado a temperaturas entre 90-110 °C y luego fijado entre 110-150 °C, lo que involucra el contacto con aire caliente por un tiempo determinado para que los productos químicos de interés penetren en el interior de las fibras y se fijen (Francés, 2013, p. 42; Lockuán, 2012, p. 70). En la Figura 1.7 se puede apreciar un equipo foulard.

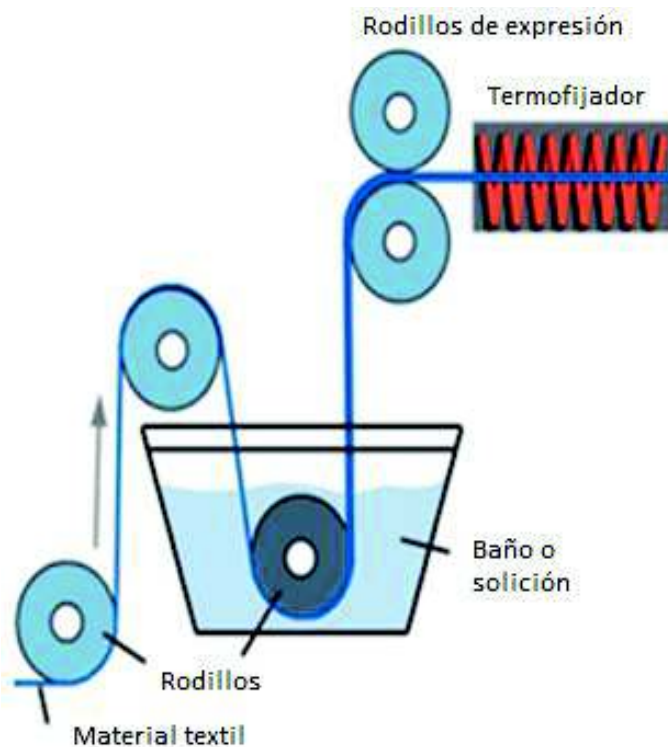


Figura 1. 7. Equipo foulard y mecanismo de impregnación por foulardado
(Tung y Daoud, 2011, p. 7861)

1.2.2 MÉTODO POR AGOTAMIENTO

El método por agotamiento es un método discontinuo que consiste en sumergir el material en un equipo por determinado tiempo bajo condiciones específicas hasta conseguir la saturación del material (Morales, 1999, p. 140). Mientras transcurre el tiempo, el producto de interés pasa del baño a la fibra por absorción, lo que significa que el baño se va agotando.

La relación entre el peso de la fibra y el volumen del baño que utiliza el método por agotamiento oscila entre 1:6 y 1:20, es decir que por cada 10 gramos del material textil se coloca aproximadamente entre 60 y 200 mL de baño respectivamente. Esta relación se conoce como razón licor o relación de baño. En general es mejor una relación menor del baño, puesto que disminuye el consumo de agua, energía y aumenta el agotamiento del material de interés sobre la fibra textil (Pineda y Jara, 2010, p. 42; Horrocks y Anand, 2000, p. 212).

En el método por agotamiento se pueden usar diferentes tipos de maquinarias; la primera en el autoclave en el que la fibra permanece fija mientras el baño se mantiene en movimiento. La segunda maquinaria en el jigger, en esta el material textil permanece en movimiento y el baño se mantiene inmóvil. Por último las jets, maquinarias en donde tanto el material textil como el baño están en movimiento (Pineda y Jara, 2010, p. 42).

De lo anterior, los factores a ser considerados en el sistema por agotamiento son; la relación de baño y el tiempo en el cual se mantiene en contacto el baño con el material textil. Estos factores son importantes ya que estos determinan la cantidad de sólidos que se incorporan en la tela (Lockuán, 2012, p.p. 38-40).

1.2.3 SISTEMAS ESPECIALES

Los sistemas especiales se caracterizan por ahorrar energía y agua. Entre los sistemas especiales se encuentra el pulverizado y espumado.

El pulverizado esparce uniformemente el líquido de interés con ayuda de rotores quedando situado en la superficie del textil (Francés, 2013, p. 52). Mientras que en el espumado cierta cantidad de espuma es depositada sobre el textil con ayuda de un soplador de aire comprimido, luego con una cuchilla la espuma es difundida uniformemente en el material textil y así este puede absorber el producto de interés (Lockuán, 2012, p. 29).

1.3 TEXTILES AUTO-LIMPIABLES

1.3.1 GENERALIDADES

En los últimos años la ingeniería textil ha avanzado considerablemente, las investigaciones buscan que los textiles se adapten a las necesidades de los seres humanos. Los llamados textiles inteligentes han sido utilizados en diversas

aplicaciones, ya que los mismos son capaces de cambiar su naturaleza debido a distintos estímulos sean químicos o físicos, y como resultado cambian o adquieren alguna propiedad que beneficia a los consumidores. Algunas de sus aplicaciones más reconocidas son: textiles antimicrobianos, textiles que protegen contra rayos ultravioleta debido al peligro de largas exposiciones a la luz solar, textiles biomédicos, textiles autolimpiables, etc (Sánchez, 2007, p. 39-44).

En las últimas décadas el interés por las superficies autolimpiables ha ido en crecimiento debido a que ahorran agua y mano de obra requerido en la limpieza. Diversos productos que tienen superficies autolimpiables tales como los vidrios de ventana y diferentes fibras textiles que a más de ser autolimpiables presentan propiedades bactericidas (Parkin, Palgrave, 2004, p. 1694).

Las superficies autolimpiables se divide en dos categorías: hidrófobas e hidrofílicas.

- a) Superficies hidrófobas (efecto de loto): este trata de simular la propiedad de la planta de loto que es capaz de mantener su superficie limpia en medios pantanosos debido a que sus hojas presentan un efecto de micro vellosidad con el cual forman una superficie mínima de contacto con las gotas de agua, tal como se observa en la Figura 1.8, haciendo que las gotas de agua se aglutinen y arrastren las partículas de suciedad (Fangeiro, Lacerda y Vila, 2011, p. 7). En los recubrimientos hidrofóbicos las partículas de suciedad no entran en contacto con la superficie y pueden ser eliminadas por la lluvia o con un enjuague (Samal, Jeyaraman y Vishwakarma, 2010, p. 519).



Figura 1. 8. Gota de agua sobre superficie hidrofóbica.
(Lau et al, 2003, p.1702)

b) Superficies hidrofílicas: Estas superficies son autolimpiables debido a la fotocatalisis ya que están formados por un material semiconductor que al ser irradiado con la luz solar degrada la mancha, además de presentar propiedades antibacteriales y de desinfección (Samal et al, 2010, p. 519; Abidi, Cabrales y Hequet, 2009, p. 2141). Como materiales semiconductores se pueden usar óxidos metálicos y sulfuros, incluyendo dióxido de zirconio (ZrO_2), óxido de zinc (ZnO) y sulfuro de cadmio (CdS). Se han investigado diversos materiales semiconductores pero el más usado es el dióxido de titanio (TiO_2) debido a que es químicamente estable, fácil de producir, económico, activo desde el punto de vista de la fotocatalisis (Oturán, Aaron, 2014, p. 2592; Parkin, Palgrave, 2004, p. 1694).

1.3.2 USO DE DIÓXIDO DE TITANIO EN TEXTILES AUTOLIMPIABLES

El dióxido de titanio es el semiconductor más ampliamente usado como pigmento, fotocatalizador, materia prima en la fabricación de cosméticos, etc., ya que tiene un ancho de banda aproximado de 3,1 eV (cristalización rutilo) y 3,3 eV (cristalización anatasa), lo que representa un limitante de energía para que se produzca la conducción de electrones en el sólido. El dióxido de titanio es estable debido a su inactividad en ausencia de luz, además es un material de carácter hidrófobo (Tung y Daoud, 2011, p. 7858).

El dióxido de titanio puede presentar tres formas cristalinas: anatasa (estructura tetragonal, grupo espacial: $I4_1/amd$), rutilo (estructura tetragonal, grupo espacial: $P4_2/mnm$) y brookita (estructura ortorrómbica, grupo espacial: $Pbca$). Los dos primeros son formas naturales, mientras que el tercero es obtenido de manera sintética. Además entre las tres formas de cristalización, la cristalización rutilo es la más estable, mientras que las cristalizaciones anatasa y brookita se transforman a cristalización rutilo bajo la influencia del calor (Dastjerdi y Montazer, 2010, p. 6). Tanto en la cristalización anatasa como en la cristalización rutilo, los átomos de oxígeno y titanio forman un octaedro con una ligera distorsión siendo

más evidente en la cristalización anatasa que en la cristalización rutilo como se muestra en la Figura 1.9 (Tuesta y Gutarra, 2004, p. 24).

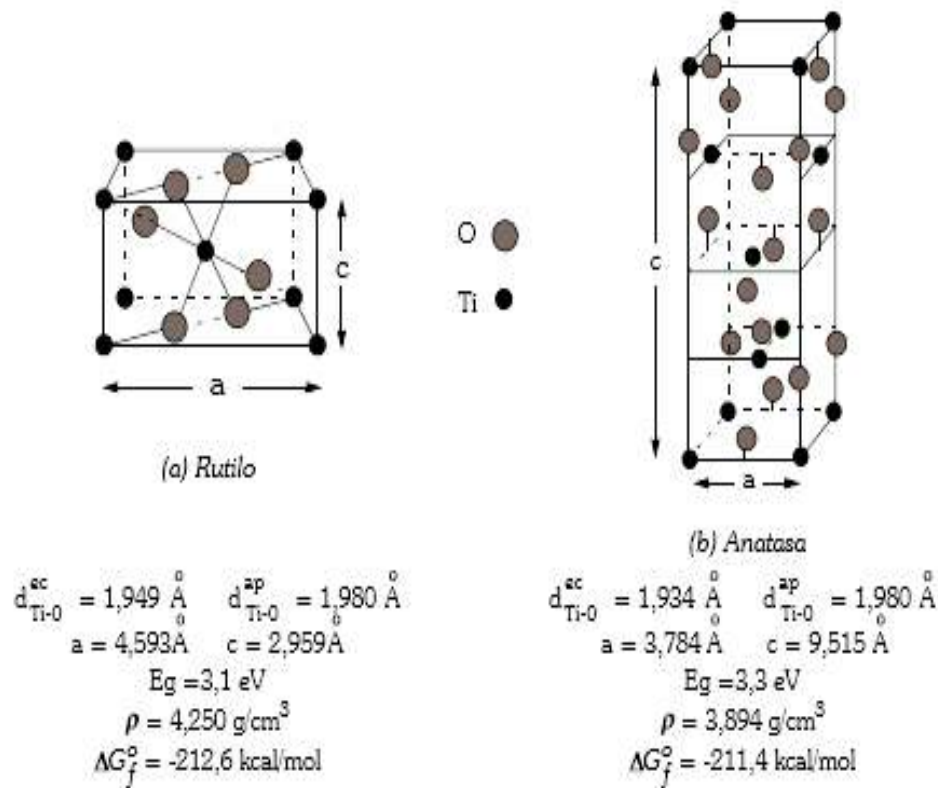


Figura 1. 9. Celdas unitarias de rutilo y anatasa. El titanio ocupa la posición central.
(Tuesta y Gutarra, 2004, p. 24)

El dióxido de titanio en la cristalización anatasa se utiliza en células solares sensibilizadas con colorante y en la catálisis debido a su mayor área superficial, mientras que en la cristalización rutilo se utiliza principalmente en el área de dieléctricos y sensores de gas de oxígeno de alta temperatura. Sin embargo, los dos tipos de cristalizaciones presentan actividad fotocatalítica (Mirjalili y Karimi, 2011, p. 209; Murillo, 2015, p. 73).

El mecanismo de degradación de contaminantes depende de la actividad fotocatalítica del TiO_2 y la misma se puede establecer mediante la cantidad de planos cristalinos expuestos en la superficie del óxido. Si la superficie tiene mayor cantidad de átomos de titanio la reactividad es mayor que la de los átomos internos (Tuesta y Gutarra, 2004, p. 25).

La reacción de fotocatalisis es iniciada con radiación ultravioleta para estimular una reacción de oxidación. Los electrones del TiO_2 irradiados con fotones de energía de igual o mayor ancho de banda, se mueven desde la banda de valencia (BV) hasta la banda de conducción (BC), y así se generan pares electrón-hueco (e^-/h^+). Como resultado de la irradiación la partícula de TiO_2 se puede comportar como donante o receptor de electrones para las moléculas en contacto con el semiconductor (TiO_2).

Los pares electrón-hueco que migran hacia la superficie pueden participar en reacciones redox con las especies adsorbidas (contaminantes). Además, en la superficie del semiconductor (TiO_2), el electrón-hueco puede participar en reacciones redox con el agua formando iones hidróxido ($^{\bullet}\text{OH}$), compuestos orgánicos u oxígeno. De las reacciones redox posibles las reacciones con agua son predominantes frente a las moléculas contaminantes. Por tanto, los radicales $^{\bullet}\text{OH}$ resultantes de tal interacción con las moléculas de agua son las especies reactivas más importantes formadas en la fotocatalisis con TiO_2 . El radical $^{\bullet}\text{OH}$ es un potente oxidante capaz de atacar rápidamente los contaminantes en las cercanías de la superficie del semiconductor.

Otra reacción importante se da en la banda de conducción la cual reduce el oxígeno adsorbido a radicales de oxígeno, los cuales también participan en la degradación de contaminantes. Sin embargo, este proceso es de menor importancia. Idealmente, los contaminantes se pueden mineralizar, es decir, los elementos presentes en las moléculas de los contaminantes pueden oxidarse hasta la forma más estable (por ejemplo, CO_2 , H_2O , NO_3^- , SO_4^- , etc.).

Una explicación gráfica se puede observar en la Figura 1.10 (Ibhadon, Fitzpatrick, 2013. P. 193; Oturan, Aaron, 2014, p. 2594).

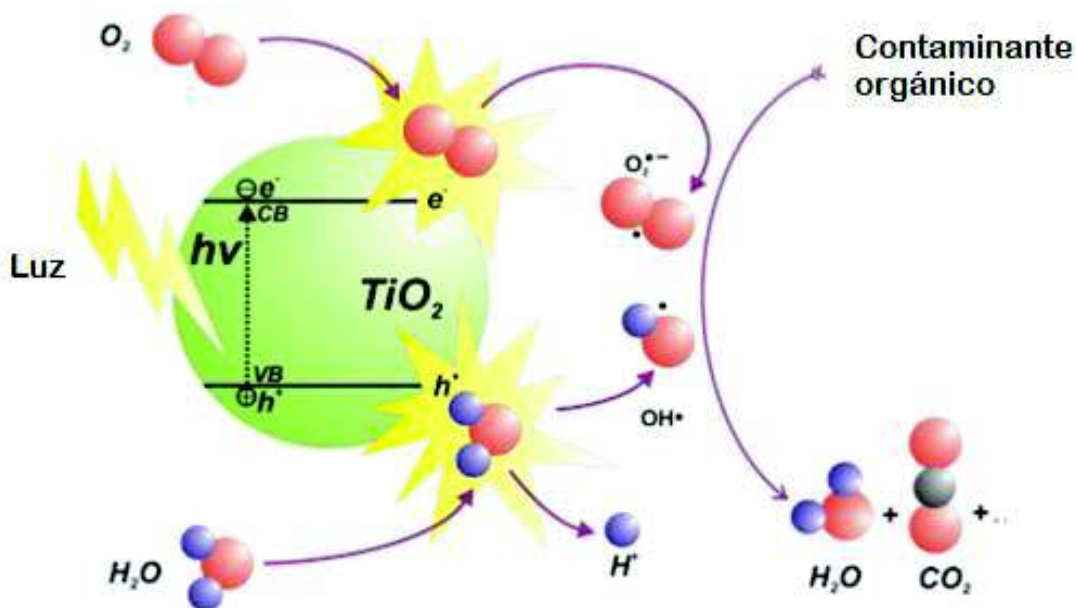


Figura 1. 10. Proceso de fotodegradación de contaminantes orgánicos con partículas de dióxido de titanio
(Ibhadon, Fitzpatrick, 2013, p. 191)

Puesto que el dióxido de titanio actúa como catalizador, este no se agota al descomponer las manchas una y otra vez (Samal et al, 2010, p. 523). El funcionamiento de los textiles autolimpiables se muestra en la Figura 1.11.

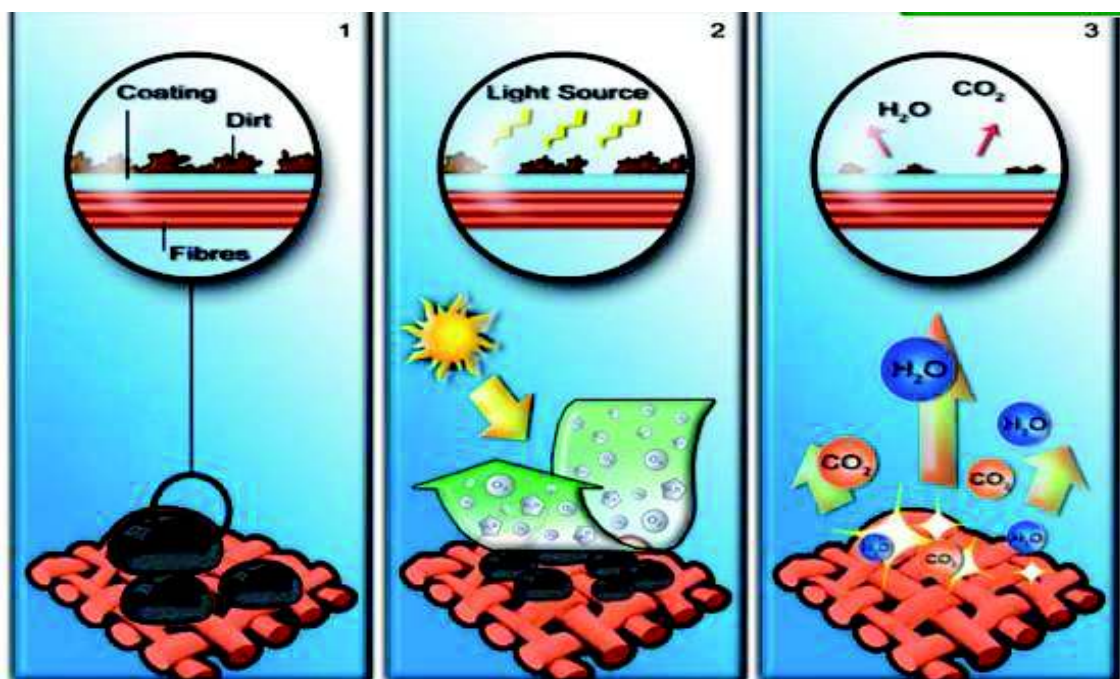


Figura 1. 11. Funcionamiento de los textiles autolimpiables
(Tung y Daoud, 2011, p. 7861)

En el proceso de autolimpieza de una superficie textil es importante también la intensidad de absorción de radiación de la tela impregnada con dióxido de titanio, puesto que existe una relación proporcional entre la intensidad de absorción de la radiación UV y la actividad del catalizador, mientras mayor es la intensidad de absorción de radiación UV, mayor es la actividad fotocatalítica ya que se promueven mayor cantidad de electrones de la banda de valencia a la banda de conducción, lo que ayudará a la mejor actividad fotocatalítica (Daoud y Xin, 2004, p. 25).

Estudios previos de foto degradación han mostrado que entre las fases cristalinas del dióxido de titanio, la anatasa tiene la actividad catalítica más alta en comparación a la presentada por el dióxido de titanio en la cristalización rutilo. Se han propuesto algunas hipótesis para explicar la mayor actividad fotocatalítica que presenta la fase cristalina anatasa (3,3 eV): el mayor potencial de banda de conducción para la cristalización anatasa, el menor tamaño en general del cristal de anatasa y debido a que en la fotodegradación la cristalización anatasa forma peróxido de hidrógeno, mientras que el rutilo produce el radical superóxido de oxígeno. El superóxido es un agente oxidante activo, este genera peróxido de hidrógeno. Mientras que el peróxido de hidrógeno es un fuerte oxidante no selectivo que permite a su vez ser descompuesto en radicales hidroxilo (Mirjalili y Karimi, 2011, p. 210 y Kakuma, Nosaka y Nosaka, 2015, p. 1).

La fotocatalisis también causa la super-hidrofilidad en la superficie ya que el agua en vez de formar gotas forma “hojas”, es decir los ángulos de contacto se reducen a valores muy bajos en presencia de la luz solar (el revestimiento se vuelve “super-hidrófilo”). Este fenómeno se produce debido a la fotoexcitación explicada con anterioridad ya que el semiconductor oxida el oxígeno de la superficie del material, dando lugar a vacíos de oxígeno, estos pueden ser llenados por agua adsorbida, dando como resultado grupos de hidroxilos superficiales que hacen que la superficie sea hidrofílica (Parkin, Palgrave, 2004, p. 1690). Sin embargo antes de que la tela presente la super-hidrofilidad presenta un carácter hidrofóbico cuando está en contacto inicial con el contaminante, pero conforme se irradia el TiO_2 con luz UV, el ángulo de contacto va disminuyendo hasta llegar a un valor de

ceros, tal como se puede observar en la Figura 1.12 (Miyachi, Nakajima, Fujishima y Watanabe, 2000, p. 3). La llamada super-hidrofilidad se ha observado en superficies de TiO_2 tanto en la cristalización anatasa como rutilo, independientemente de sus actividades fotocatalíticas (Fujishima, Rao y Tryk, 2000, p. 16).

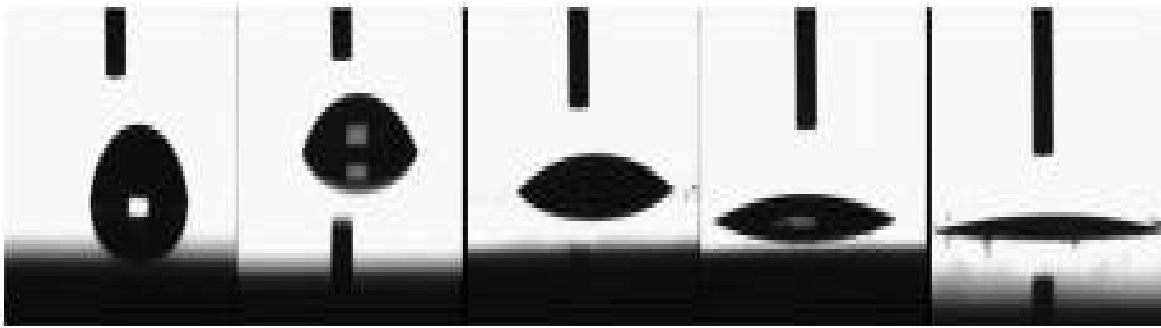


Figura 1.12. Cambio de forma de las gotas de agua en una película de TiO_2 durante la exposición con rayos UV.
(Zhang, Dillert, Bahnemann, Vormoor, 2012, p. 7495)

1.3.3 RETENCIÓN DE PARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITANIO INCORPORADAS EN TEXTILES

Uno de los mayores problemas que presentan los textiles con partículas incorporadas es la retención de las mismas, ya que las partículas tienden a abandonar la tela con facilidad al someterlas al lavado (Mancini y Lopez, 2013, p. 3).

En búsqueda de una mejor adherencia de las partículas en textiles, se han realizado varios estudios con diferentes métodos.

Varios estudios han incorporado ligantes al material textil con el fin de asegurar la permanencia de las partículas de interés en el mismo. En estudios como el de Gupta, Jassal y Agrawal (2007) se trabajó con algodón 100%, sobre el cual se incorporó nanopartículas de TiO_2 y ZnO con el método por impregnación utilizando un baño que contenía 1-10% de ligante acrílico. Posteriormente se realizó pruebas de lavado y se verificó la adherencia de las nanopartículas luego

de cinco ciclos de lavado en el laboratorio, esto indicó que la durabilidad de las partículas era razonablemente buena para los ciclos de lavados realizados en dicho estudio (p. 7).

La utilización de un ligante en un material textil involucra algunos pasos, entre ellos la aplicación del ligante, luego con la ayuda de aire caliente se elimina la humedad o el disolvente para que el ligante quede en la superficie del material textil en forma de film como se observa en la Figura 1.13 (Kamath, Dahiya y Hegde, 2004, p. 4).

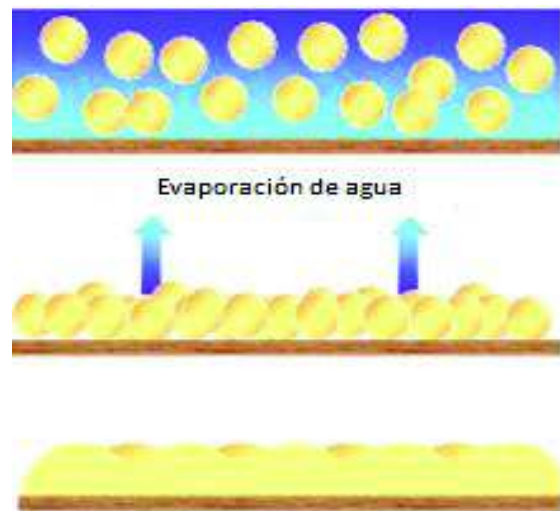


Figura 1. 13. Incorporación del ligante al material textil
(Kamath, Dahiya, Hegde, 2004, p. 4)

Algunas técnicas pueden usarse para preparar películas con TiO_2 , una de las más utilizadas el sol-gel, sin embargo una desventaja es que es un proceso que requiere de alta temperatura, aunque se ha demostrado que este aspecto es el que favorece la retención del dióxido de titanio en las telas (Daoud, Xin, Zhang, 2005, p. 69-74; Dastjerdi y Montazer, 2010, p. 7).

Otros estudios han incorporado dióxido de titanio en telas de algodón mediante un método de reticulación con un pretratamiento a la tela, el cual consiste en utilizar un espaciador químico y térmicamente estable que debe tener al menos dos grupos carboxílicos libres para poder unirse con el algodón por un lado y con el dióxido de titanio por el lado sobrante. El espaciador se une mediante un enlace

éster a los grupos hidroxilo libres que tiene la celulosa del algodón, mientras que el grupo o grupos carboxílicos libres se unen al dióxido de titanio mediante una interacción electrostática (Mirjalili y Karimi. 2011, p. 209). En la Figura 1.14 se puede observar la reacción de reticulación entre la celulosa y el espaciador químico.

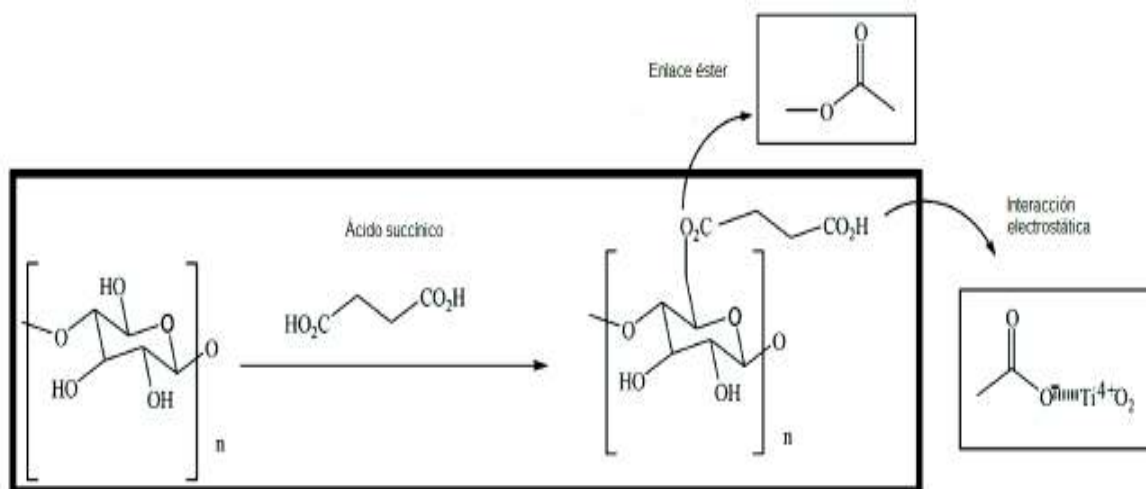


Figura 1. 14. Método de reticulación, unión del espaciador (ácido succínico) con el algodón y el TiO_2
(Mirjalili y Karimi, 2011, p. 208)

En otros estudios se introdujo en la superficie del algodón grupos funcionales como: carbonilo ($\text{C}=\text{O}$), formilo ($-\text{CHO}$), carboxilo ($-\text{COOH}$) para unir las partículas de TiO_2 con la superficie textil. Los grupos funcionales se introdujeron en la superficie del algodón por radiofrecuencia plasmática, microondas y radiación UV al vacío (Bozzi, Yuranova, Guasaquillo, Laub y Kiwi, 2005, p. 156).

Otra posibilidad es tratar el material textil con enzimas para hidrolizar la superficie, lo que finalmente aumenta los grupos funcionales. Así, telas de poliéster son tratadas con lipasas que hidrolizan amidas y ésteres carboxílicos, mientras que la lana es tratada con proteasas y lipasas. La modificación de las fibras con ayuda de enzimas permite el incremento de grupos carboxílicos, además de grupos amino, hidroxilo, fenol y tiol (Montazer y Seifollahzadeh, 2011, p. 877).

2. PARTE EXPERIMENTAL

El objetivo general del presente trabajo fue incorporar dióxido de titanio grado alimenticio y técnico en telas de algodón 100 % y mezcla de poliéster-algodón (65-35 %) para que adquieran propiedades auto-limpiables. En concordancia, se plantearon los siguientes objetivos específicos:

- Determinar el método de incorporación de dióxido de titanio grado alimenticio y técnico sobre telas de algodón 100 % y mezcla de poliéster-algodón (65-35 %), con el que se obtenga el mayor porcentaje de dióxido de titanio incorporado.
- Determinar las condiciones de proceso del método de incorporación seleccionado con las que se obtenga mayor porcentaje de permanencia del dióxido de titanio, al someterlas al lavado doméstico.
- Evaluar la propiedad autolimpiable de las telas con dióxido de titanio incorporado con las mejores condiciones determinadas.

2.1 DETERMINACIÓN DEL MÉTODO DE INCORPORACIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO, CON EL QUE SE OBTENGA EL MAYOR PORCENTAJE DE DIÓXIDO DE TITANIO INCORPORADO

2.1.1 MATERIALES Y REACTIVOS

En esta investigación se usaron dos telas producidas por la empresa PONTE SELVA, comercializadas con el nombre: bramante margarita (poliéster-algodón 65-35 %) y lienzo hindú (algodón 100 %), ambas tejidas con ligamento tafetán 1:1. Previo a la experimentación se verificó la composición de las telas, para lo cual se realizó el análisis cualitativo y cuantitativo del contenido de fibras siguiendo las Normas: *AATCC Test Method 20-1995 Fiber Analysis: Qualitative* y *AATCC Test Method 20A-1995 Fiber Analysis: Quantitative* (AATCC, 1997, pp. 38-61). Para el

análisis cuantitativo se usó ácido sulfúrico 98 % w/w de pureza de la casa comercial Emsure.

Se utilizaron dos tipos de dióxido de titanio, uno de grado alimenticio (cristalización anatasa) y dióxido de titanio grado técnico (cristalización rutilo) los cuales fueron adquiridos en la Casa del Químico. A ambos tipos de dióxido de titanio se les realizó un análisis por granulometría láser y un análisis de difracción de rayos X.

Se utilizaron y evaluaron dos métodos de incorporación del dióxido de titanio sobre las telas: agotamiento e impregnación. La fijación de las partículas se ve favorecida mediante la adición de un ligante al baño de dióxido de titanio o mediante un pretratamiento a la tela con ácido succínico y sulfato de aluminio como catalizador (Mirjalili, 2011, p. 208). Por ello se ensayaron un total de cuatro procesos de incorporación del dióxido de titanio: agotamiento con ligante acrílico, agotamiento con pretratamiento a la tela, impregnación con ligante acrílico e impregnación con pretratamiento a la tela. Los reactivos utilizados se detallan en la Tabla 2.1

Tabla 2. 1. Reactivos empleados en los métodos de incorporación evaluados

Reactivo	Pureza	Casa comercial	Método de incorporación
Sulfato de aluminio	Grado técnico	-	Incorporación de TiO ₂ por impregnación y agotamiento con pretratamiento de telas
Ácido succínico	Grado reactivo	Laboratory BDH	Incorporación de TiO ₂ por impregnación y agotamiento con pretratamiento de telas
Bifosfato de sodio hidratado	Grado analítico	Mallinckrodt	Incorporación de TiO ₂ por impregnación y agotamiento con pretratamiento de telas
Ligante acrílico	46 % sólidos	SENNELIER	Incorporación de TiO ₂ por impregnación y agotamiento con ligante acrílico

2.1.2 EQUIPOS

A lo largo de la experimentación se utilizaron los equipos que se detallan en la Tabla 2.2.

Tabla 2. 2. Equipos empleados en la investigación

Equipo	Marca	Ensayo
Microscopio	Olympus	Composición cualitativa de telas
Medidor granulométrico láser	Scattering Particle Size Distribución Analyzer La-950V2 Horiba	Medición del tamaño de partícula del TiO ₂
Difractómetro	D8 ADVANCE	Difracción de rayos X
Balanza analítica	Kern (220 g, 0,0001 g)	Peso de las muestras
Agitador mecánico	Lab-line	Pretratamiento de telas
Termofijador	Ernst Benz	Incorporación de TiO ₂ por impregnación
Foulard	Ernst Benz	Incorporación de TiO ₂ por impregnación
Launder-o-meter	Atlas	Incorporación de TiO ₂ por agotamiento
Estufa	SDL	Incorporación de TiO ₂ por agotamiento
Cámara de xenón	Q-Sun	Evaluación de la propiedad autolimpiable de las telas

Cabe mencionar que para cada procedimiento se usaron tanto la tela 100 % algodón como la mezcla de poliéster-algodón (65-35 %), así como los dos tipos de dióxido de titanio: grado alimenticio (cristalización anatasa) y grado técnico (cristalización rutilo). Además todos los análisis se realizaron por duplicado.

La determinación del porcentaje de incorporación y de retención de las partículas de TiO₂ se realizó en base seca, por lo tanto previo a la realización de los ensayos se determinó la humedad de las telas siguiendo el procedimiento descrito como parte de la norma AATCC *Test Method 20A-1995 Fiber Analysis: Quantitative* (AATCC, 1997, p. 56). Para todos los casos el cálculo de las muestras secas se lo realizó mediante la Ecuación 2.1

$$\text{peso muestra seca} = P_h - (P_h * \% \text{ humedad}) \quad [2.1]$$

Donde:

P_h = peso de la muestra con humedad

2.1.3 INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO

2.1.3.1 Incorporación por agotamiento con ligante acrílico

En la incorporación por el método por agotamiento con ligante, se usó como variable la concentración de dióxido de titanio. Se usaron concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de TiO₂ (Meilert, Laub y Kiwi, 2005, p. 103). A continuación se detallan los pasos requeridos para este método, los cuales se presentan también en la Figura 2.1.

1. Se pesó una muestra de tela que consistió en un recorte de 4,5 cm de ancho por 12,0 cm de largo.
2. Se prepararon soluciones de 100 mL de baño con las tres concentraciones de TiO₂ señaladas, a las cuales se agregó 5 % spt (sobre peso de tela) de ligante acrílico. Esta mezcla se colocó en vasos de acero inoxidable de 500 mL por 30 minutos en el launder-o-meter a 70 °C.
3. Una vez acondicionado el baño, se introdujo en los vasos de acero inoxidable la muestra de tela previamente pesada. Se cerró el vaso y se colocó nuevamente en el launder-o-meter por 1 hora a 70 °C.
4. Posteriormente se sacó la tela y se la volvió a colocar en otro vaso metálico con 100 mL de agua destilada en el launder-o-meter por 10 min a 70°C.
5. Se extrajo la tela, se la secó por 4 horas a 100° C en la estufa.
6. Posteriormente, se retiró la muestra, se la colocó en un desecador por 30 min y después se la pesó.

Para determinar el aumento de peso que tuvieron las telas debido al ligante

acrílico usado, se realizaron ensayos a las condiciones de trabajo con el procedimiento antes descrito en la sección 2.1.3.1 con la excepción que no se adicionó el TiO_2 a ninguna muestra textil para obtener blancos. El cálculo del porcentaje de ligante acrílico se realizó con la Ecuación 2.2

$$\% \text{ peso}_{\text{ligante acrílico}} = \frac{P_{b1} - P_{b0}}{P_{b1}} * 100 \quad [2.2]$$

Donde:

P_{b0} = Peso de la tela seca previo el procedimiento (g)

P_{b1} = Peso de la tela seca con ligante acrílico (g)

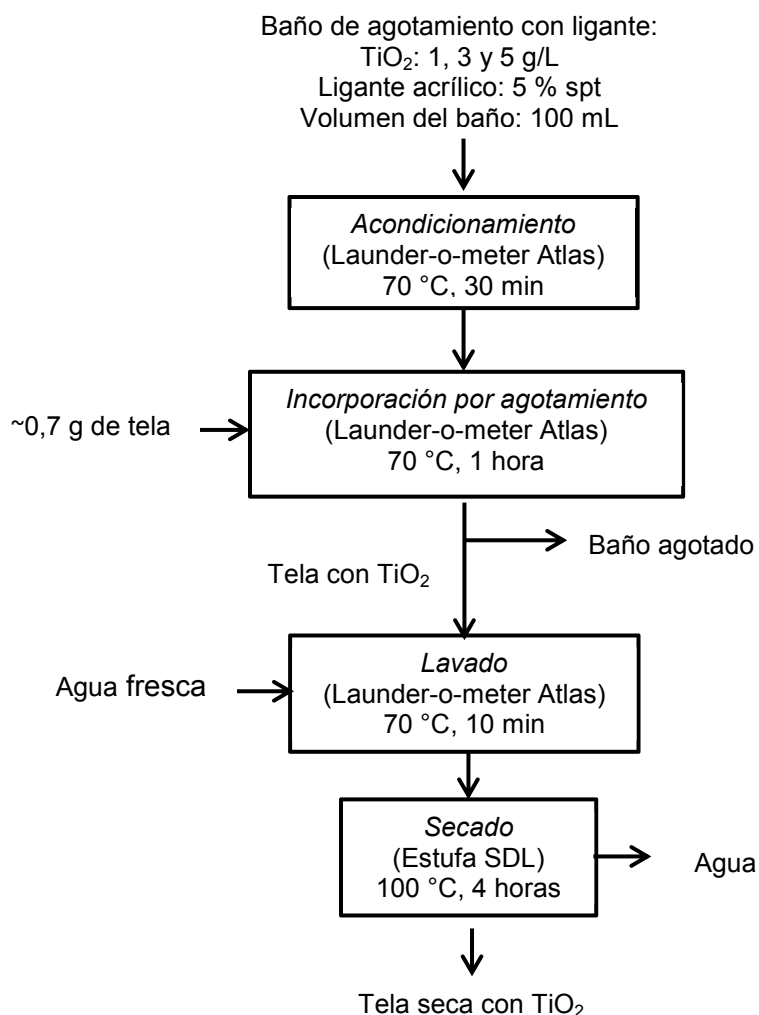


Figura 2. 1. Esquema de la incorporación de TiO_2 por agotamiento con ligante

Con el fin de seleccionar el método que permitió mayor incorporación de TiO_2 , se calculó el porcentaje de incorporación de TiO_2 mediante la Ecuación 2.3.

$$\% TiO_2 \text{ incorporado} = \left(\frac{P_{t1} - P_{t0}}{P_{t1}} * 100 \right) - \% \text{ peso ligante acrílico} \quad [2.3]$$

Donde:

P_{t0} = Peso de la tela seca previo la incorporación de TiO_2 (g)

P_{t1} = Peso de la tela con TiO_2 incorporado (g)

Se calculó también el porcentaje de TiO_2 que no se incorporó en el material textil usando las Ecuaciones 2.4 y 2.5.

$$\% TiO_2 \text{ no incorporado} = \% \text{ máximo } TiO_2 \text{ incorporado} - \% TiO_2 \text{ incorporado} \quad [2.4]$$

$$\% \text{ máximo } TiO_2 \text{ incorporado} = \frac{P_i}{P_1} * 100 \quad [2.5]$$

Donde:

P_i = Peso de TiO_2 en el baño (g)

P_1 = Peso de la tela seca más el peso de TiO_2 en el baño (g)

2.1.3.2 Incorporación por agotamiento con tratamiento previo

En este caso en lugar de añadir un ligante acrílico, previo a la incorporación por agotamiento se realizó un pretratamiento a la tela, el cual consistió en los siguientes pasos:

1. Se pesó una muestra de tela que, al igual que en el literal anterior, consistió en un pedazo de tela de 4,5 cm de ancho por 12,0 cm de largo.

2. Se preparó una solución de 100 mL de baño con la concentración de 6 % spt de sulfato de aluminio con 4 % spt de ácido succínico (Karimi, Mirjalili, Yazdanshenas, Narari, 2010, p. 1031), la mezcla se homogeneizó por 10 minutos a temperatura ambiente en un agitador mecánico.
3. En la mezcla homogeneizada se sumergió la tela previamente pesada y se aseguró un buen contacto por medio de un agitador mecánico que funcionó a 100 rpm por una hora.
4. Se secó la tela en un secador-termofijador Ernst Benz por 3 minutos a 90 °C y posteriormente se curó la tela por 3 minutos a 120 °C en el mismo equipo.
5. Finalmente se pesó la muestra.

Una vez realizado el pretratamiento a la tela se procedió a la incorporación por agotamiento en forma idéntica al proceso descrito en la sección 2.1.3.1, exceptuando la adición del ligante acrílico.

Para la determinación del aumento de peso que tuvieron las telas debido a los reactivos usados para su pretratamiento, se realizaron ensayos a las condiciones de trabajo con el procedimiento antes descrito en la sección 2.1.3.2 con la excepción que no se adicionó el TiO₂ a ninguna muestra textil para obtener blanco.

El cálculo del porcentaje de reactivos se realizó con la Ecuación 2.6.

$$\% \text{ peso}_{\text{reactivos}} = \frac{P_{p1} - P_{p0}}{P_{p1}} * 100 \quad [2.6]$$

Donde:

P_{p0} = Peso inicial de la tela (g)

P_{p1} = Peso final de la tela luego del pretratamiento (g)

También para este caso se calculó el porcentaje de incorporación de TiO₂ usando la Ecuación 2.3. Cabe recalcar que en este caso se resta el porcentaje obtenido

con la Ecuación 2.6 que es el porcentaje de peso ganado por la adición de los reactivos utilizados.

En la Figura 2.2 se muestra el esquema del procedimiento descrito.

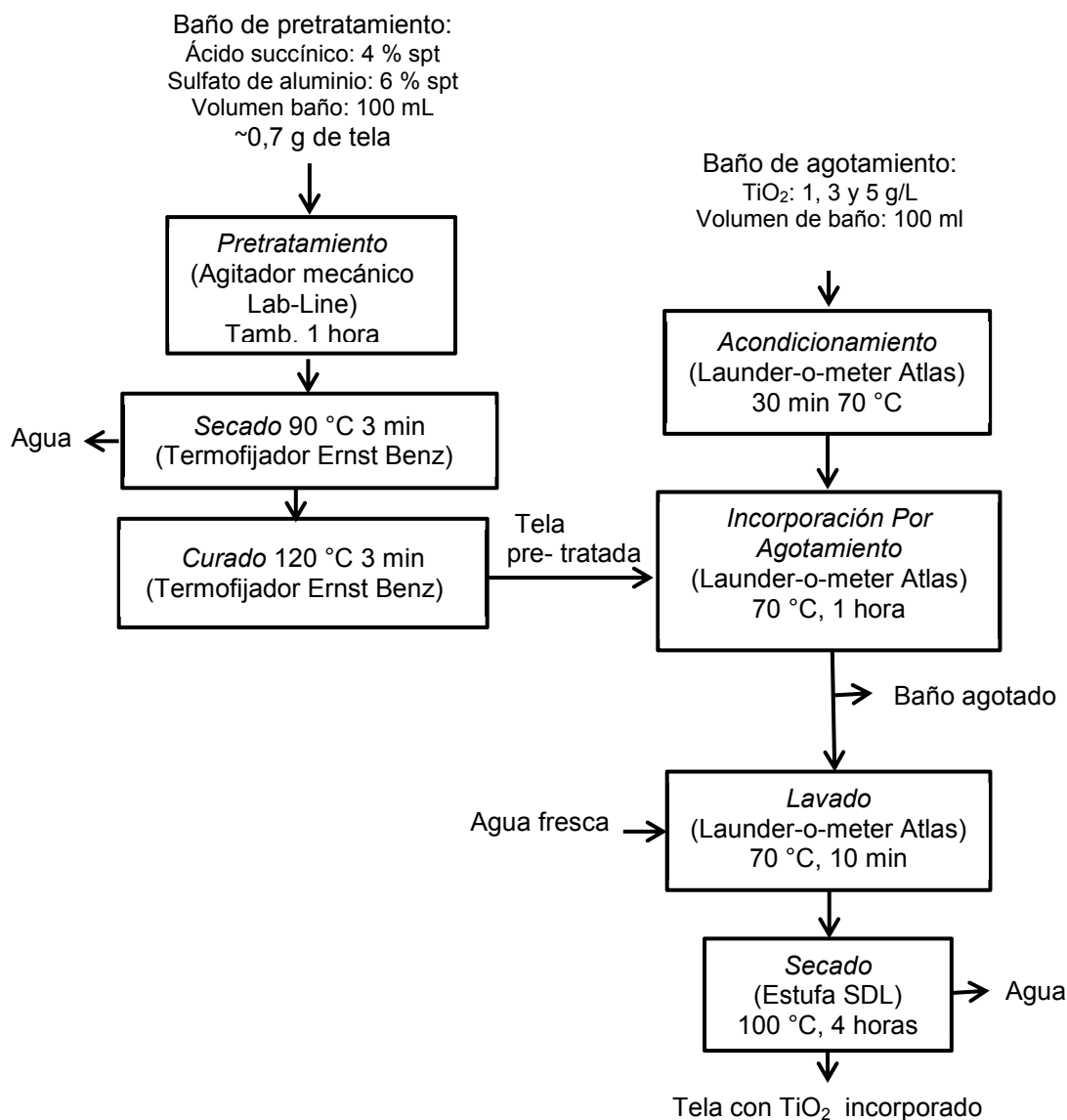


Figura 2. 2. Esquema de la incorporación de TiO₂ por agotamiento con tratamiento previo

2.1.4 INCORPORACIÓN POR IMPREGNACIÓN

Para la incorporación por impregnación, tanto con ligante acrílico como con tratamiento previo, se utilizó una expresión del 90 % (Francés, 2008, p. 62). Para

determinar la presión requerida en los rodillos del foulard para alcanzar esta expresión, se siguió el siguiente procedimiento:

1. Se cortó una muestra de tela en sentido de urdimbre de 11,5 cm de ancho por 74,0 cm de largo. Se pesó la tela (peso tela inicial, P_i).
2. Se colocó en el contenedor del baño de foulard 50 mL de agua y se procedió a pasar la tela con una presión al azar de los rodillos.
3. Se pesó la tela (peso tela final, P_f). Se calculó el porcentaje de expresión conforme a la Ecuación 2.7.
4. Se realizó el mismo procedimiento regulando la presión de los rodillos de acuerdo a la expresión calculada. Si el porcentaje de expresión es alto, se aumentó la presión de los rodillos y viceversa, hasta obtener el 90 % de expresión de la tela.

$$\% \text{ Expresión} = \frac{P_f - P_i}{P_i} * 100 \quad [2.7]$$

Donde:

P_i = Peso inicial de la tela (g)

P_f = Peso final de la tela (peso tela exprimida) (g)

2.1.4.1 Incorporación por impregnación con ligante acrílico

Una vez determinada la presión de los rodillos del foulard con la que se obtuvo 90 % de expresión. Se prepararon 50 ml de baño usando: 5 g/L de TiO_2 , 5 % spt de ligante acrílico y agua requerida para completar el volumen. Luego, se acondicionó la mezcla por 30 minutos a 70 °C en una plancha de agitación magnética con calentamiento. Se procedió entonces a realizar la impregnación según los pasos mostrados a continuación:

1. Previo a la impregnación se cortó y pesó una muestra de tela que consistió en un recorte de 11,5 cm ancho por 74,0 cm de alto.

2. Se colocó el baño de impregnación en el contenedor del foulard y se pasó la tela por el foulard aplicando entre los rodillos la presión requerida para alcanzar 90 % de expresión.
3. La tela impregnada fue secada en el secador-termofijador Ernst Benz a 90 °C por 3 minutos.
4. Se procedió al curado de la tela a 120 °C por 3 minutos en el secador-termofijador.
5. Posteriormente se secó la tela por 4 horas a 100 °C en la estufa.
6. Se retiró la muestra, se la colocó en un desecador por 30 min y se la pesó.

En la Figura 2.3 se muestra el esquema del procedimiento.

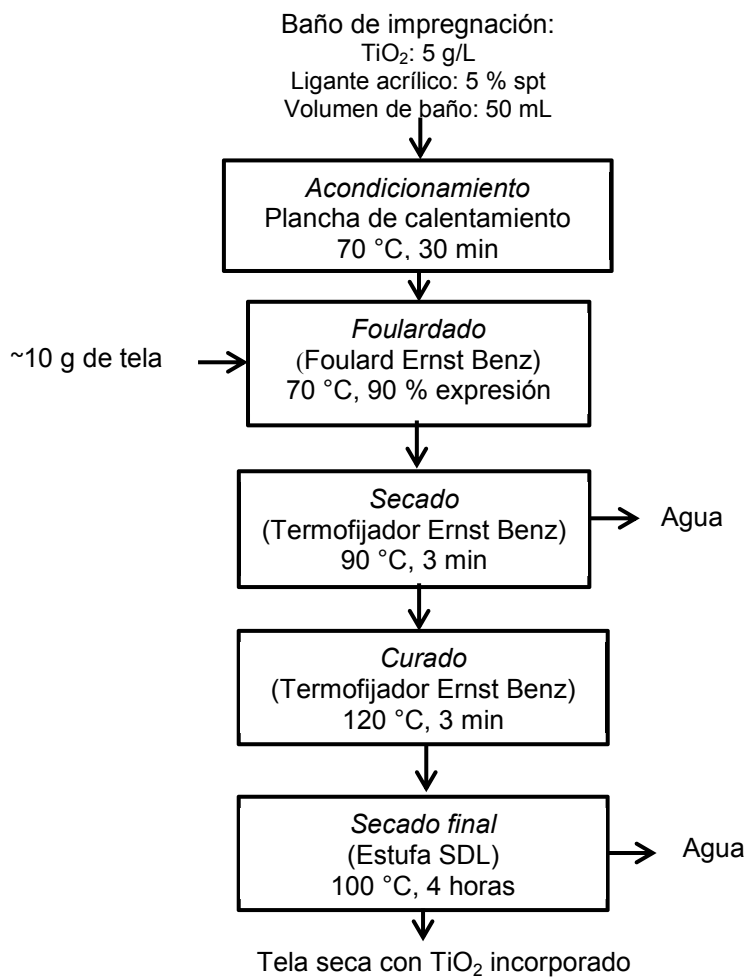


Figura 2. 3. Esquema de la incorporación de TiO₂ por impregnación con ligante

Para el cálculo del porcentaje de incorporación de TiO₂ se utilizó la Ecuación 2.3.

2.1.4.2 Incorporación por impregnación con tratamiento previo

Para la incorporación por impregnación con tratamiento previo primero se realizó un pretratamiento a la tela el cual sigue el mismo procedimiento indicado en la sección 2.1.3.2, pero en este procedimiento se utilizaron muestras de tela de 11,5 cm de ancho por 74,0 cm de largo previamente pesadas. Una vez realizado el pretratamiento a la tela se procedió a la incorporación de TiO_2 en forma similar al procedimiento seguido en la sección 2.1.4.1 con la excepción que no se le adicionó ligante. El esquema del procedimiento se muestra a continuación en la Figura 2.4.

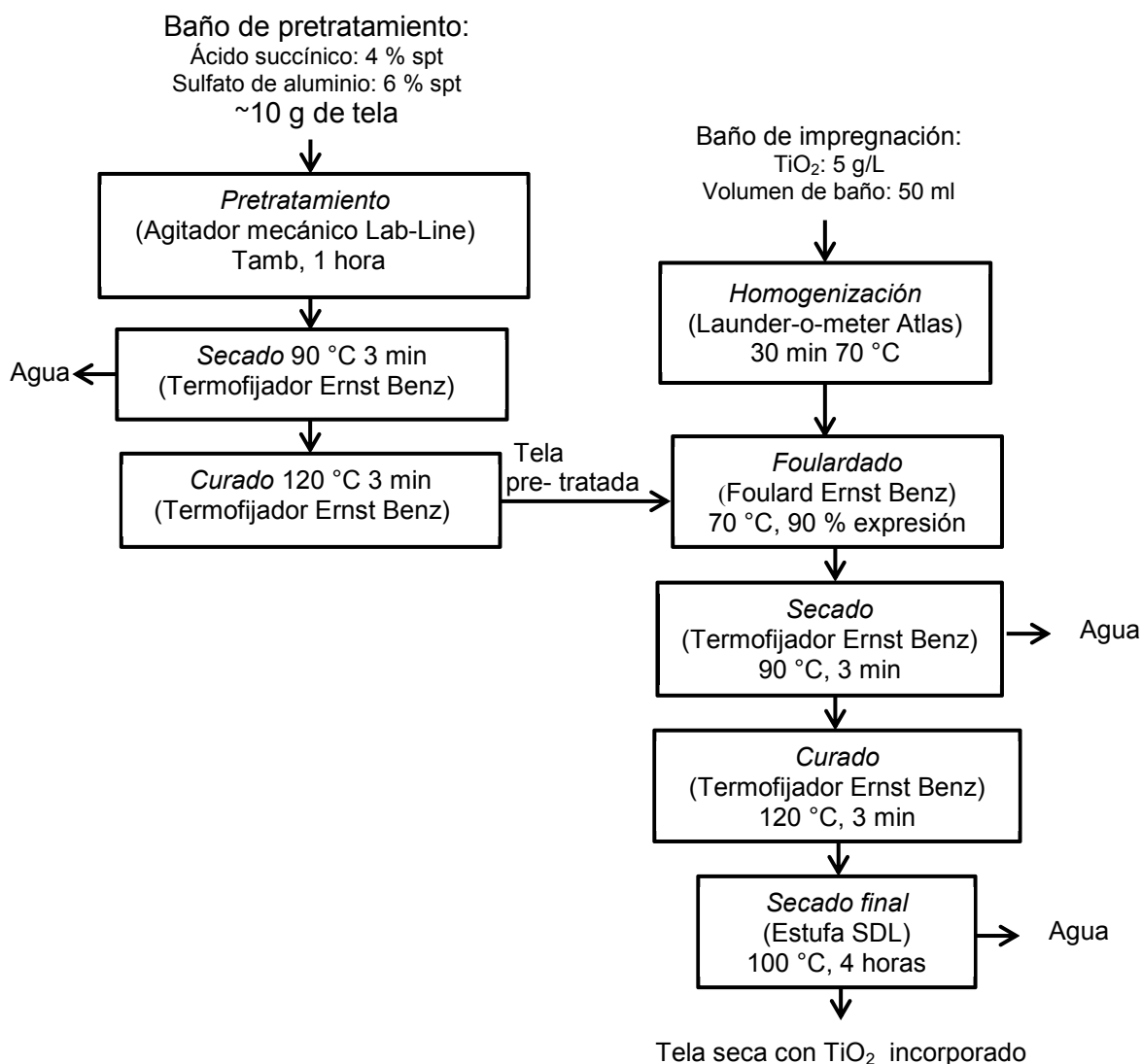


Figura 2. 4. Esquema de la incorporación de TiO_2 por impregnación con tratamiento previo

Al igual que en la incorporación por agotamiento con pretratamiento, en la impregnación con pretratamiento se obtuvieron blancos a las condiciones de trabajo siguiendo el procedimiento previamente explicado.

El porcentaje de peso debido a los reactivos utilizados en el pretratamiento se calculó con la Ecuación 2.6. Además se calculó el porcentaje de TiO_2 incorporado mediante la Ecuación 2.3.

2.2 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE PROCESO DEL MÉTODO DE INCORPORACIÓN SELECCIONADO CON LAS QUE SE OBTENGA MAYOR PORCENTAJE DE PERMANENCIA DEL DIÓXIDO DE TITANIO, AL SOMETERLAS AL LAVADO DOMÉSTICO

Se utilizó el método de incorporación por agotamiento con tratamiento previo, con el fin de obtener el mayor porcentaje de permanencia del dióxido de titanio luego de someterlas al lavado doméstico. En este método seleccionado se variaron el tipo y concentración de catalizador y concentración de ácido succínico. Así los tipos de catalizador usados fueron: sulfato de aluminio y bifosfato de sodio, mientras que la concentración del catalizador usado fue 4, 6 y 8 % en peso de tela, y la concentración de ácido succínico: 4, 6 y 8 % en peso de tela. Tanto el pretratamiento de la tela como la incorporación del dióxido de titanio siguieron el procedimiento descrito en la sección 2.1.3.2.

La tela con dióxido de titanio incorporado bajo las diferentes condiciones citadas fueron sometidas a una simulación de lavado doméstico, siguiendo la norma AATCC Test Method 61-1996 *Test 3A Colorfastness to Laundering, Home and Commercial: Accelerated* (AATCC, 1997, pp. 61-91), en la cual se realiza una simulación de 5 lavados domésticos a mano, el procedimiento fue el siguiente:

1. Se preparó una solución de 37 % en volumen de detergente, se mezcló agua destilada con detergente con agitación continua y una temperatura de 50 °C para que el detergente se disuelva.
2. Se pesaron las telas con dióxido de titanio previamente incorporado, las cuales se colocó en los envases de un launder-o-meter marca Atlas.
3. Se ajustó el baño del launder-o-meter a 40 ± 3 °C.
4. En los vasos de acero inoxidable se colocaron 200 mL de la solución de detergente, 10 rulimanes (esferas de acero inoxidable de 0,6 cm de diámetro) y la tela previamente pesada.
5. Se cerraron los vasos de acero inoxidable y se los colocó en el launder-o-meter por 45 minutos.
6. Transcurrido el tiempo las telas fueron secadas y pesadas nuevamente.

Para determinar las condiciones bajo las cuales se obtendría una mayor permanencia del dióxido de titanio luego de someter a la tela al lavado doméstico, se calculó el porcentaje de retención del dióxido de titanio mediante la Ecuación 2.8.

$$\% \text{TiO}_2 \text{ retenido luego del lavado} = \frac{P_{l2} - P_{l1}}{P_{l2}} * 100 \quad [2.8]$$

Donde:

P_{l1} = Peso de la tela seca con TiO_2 incorporado luego del lavado (g)

P_{l2} = Peso de la tela seca inicial previo al lavado (g)

Además las muestras que obtuvieron mayor porcentaje de retención fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido especificado en la Tabla 2.2 para observar la distribución del TiO_2 entre las telas.

2.3 EVALUACIÓN DE LA PROPIEDAD AUTOLIMPIABLE DE LAS TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO INCORPORADO CON LAS MEJORES CONDICIONES DETERMINADAS

La evaluación de la propiedad autolimpiable se la realizó sobre las telas con el método de incorporación por agotamiento con pretratamiento con las condiciones en las que se obtuvo mayor porcentaje de retención de dióxido de titanio. Para ello en primer lugar se desarrolló una escala de valoración y luego con ella se procedió a la evaluación de la propiedad autolimpiable. Por tanto, se realizaron las siguientes etapas:

1. Desarrollo de escala de valoración de manchado

- Se prepararon soluciones de café soluble de: 1, 2, 3, 4, 5, 6, y 6,6 g/L.
- Se manchó la tela con 4 mL de solución de café de las diferentes concentraciones antes preparadas. Para la valoración de la propiedad autolimpiable se dieron valores a las diferentes concentraciones de café utilizada, es así que para la mancha con concentración de 1 g/L de solución de café tuvo un valor de uno, y la mancha con concentración de 6,6 g/L de solución de café obtuvo un valor de 7, correspondiente a la mancha inicial antes de exponer a las muestras a la irradiación UV.
- Se almacenaron las muestras en un lugar que no permitiera el paso de luz.

2. Evaluación de la propiedad autolimpiable

- Se realizó la incorporación del TiO_2 por agotamiento con pretratamiento previo en las telas con las condiciones establecidas del numeral anterior.
- Se mancharon las telas con 4 mL de una solución de 6,6 g/L de café soluble (concentración equivalente a una taza de café promedio).
- Las telas manchadas fueron expuestas en la cámara de Xenón Q-Sun en el rango UV (340 nm, $0,48 \text{ W/m}^2$) por 6, 12 y 24 horas.

- Después de cada tiempo de exposición se evaluó el cambio de color en la muestra con ayuda de la escala valoración antes preparada.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Previo a la experimentación se realizó el análisis cualitativo y cuantitativo de las telas para la identificación cuantitativa de las fibras textiles siguiendo las Normas: *AATCC Test Method 20-1995 Fiber Analysis: Qualitative* y *AATCC Test Method 20A-1995 Fiber Analysis: Quantitative* (AATCC, 1997, p. 38-61). En el análisis de identificación de fibras de las telas a usar en la experimentación se verificó que la tela Hindú contenía 100 % algodón, mientras que la tela Bramante Margarita era una mezcla de algodón y poliéster. En el análisis cuantitativo de la muestra Bramante Margarita se obtuvo un porcentaje de algodón de 35,07 % y un porcentaje del poliéster de 64,93 %.

El análisis de granulometría láser realizado al dióxido de titanio dio como resultado que el dióxido de titanio grado alimenticio (cristalización anatasa) tenía un tamaño de d_{80} igual a 0,9 μm y el dióxido de titanio grado técnico (cristalización rutilo) tenía un tamaño d_{80} igual a 1,0 μm . Además el análisis de difracción de rayos X corroboró que el dióxido de titanio grado alimenticio consistía en 99 % de la cristalización anatasa y 1 % cristalización rutilo. Mientras que el dióxido de titanio técnico contiene 98 % cristalización rutilo, 1 % espinela (MgAl_2O_4) y 1 % cianita ($\text{Al}_2\text{O}_5\text{Si}$). Los informes de laboratorio se encuentran en el Anexo I y II.

3.1 DETERMINACIÓN DEL MÉTODO DE INCORPORACIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO CON EL QUE SE OBTIENE EL MAYOR PORCENTAJE DE DIÓXIDO DE TITANIO INCORPORADO

3.1.1 INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO

3.1.1.1 Resultados preliminares de la incorporación por agotamiento

Previo la incorporación por agotamiento ya sea con ligante o con pretratamiento, se realizó la incorporación usando únicamente el TiO_2 en el baño a

concentraciones de 1, 3 y 5 g/L usando el procedimiento explicado en la sección 2.1.3.1, se calculó el porcentaje de incorporación de TiO_2 usando la Ecuación 2.3. En la Figura 3.1 se observa que para todos los casos se alcanza mayor porcentaje de incorporación mientras mayor es la concentración de TiO_2 en el baño. Además, la tela de algodón 100 % presenta mayor porcentaje de incorporación que la tela de polialgodón. Posteriormente a estas telas que se incorporó el TiO_2 se realizaron ensayos de lavado tal como se explicó en la Sección 2.2. El resultado del lavado de las telas fue que todo el TiO_2 incorporado se desprendió en su totalidad ya que el porcentaje de retención obtenido con la Ecuación 2.8 fue de 0%. Esto determinó la necesidad de un tratamiento para lograr que el TiO_2 permanezca en las telas luego de un proceso de lavado.

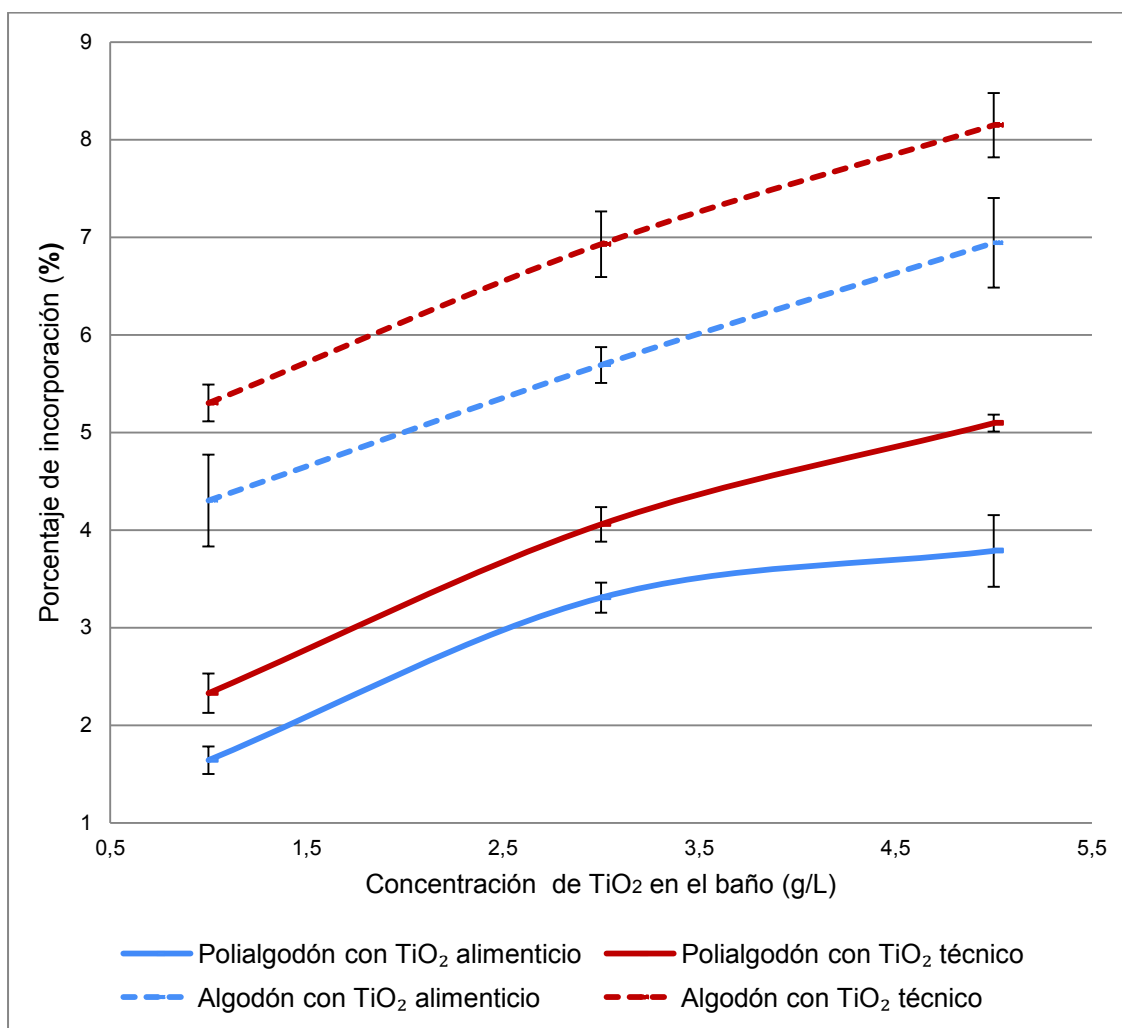


Figura 3. 1. Ensayos preliminares. Porcentaje de incorporación de TiO_2 por agotamiento sobre telas de algodón 100 % y polialgodón, concentración del baño de 1, 3, 5 g/L TiO_2 .

3.1.1.2 Incorporación por agotamiento con ligante acrílico

Tal como se indica en la metodología se ensayaron tres concentraciones de dióxido de titanio en el baño: 1, 3 y 5 g/L manteniendo constante la concentración de ligante acrílico (5 % spt), con lo que se obtuvieron los resultados presentados.

En la Figura 3.2, se observa que mientras aumenta la concentración de TiO_2 en el baño aumenta también el porcentaje de incorporación de TiO_2 tanto en la tela de algodón como en la tela de polialgodón. Este comportamiento se observa en los dos tipos de TiO_2 grado técnico (cristalización rutilo) y grado alimenticio (cristalización anatasa).

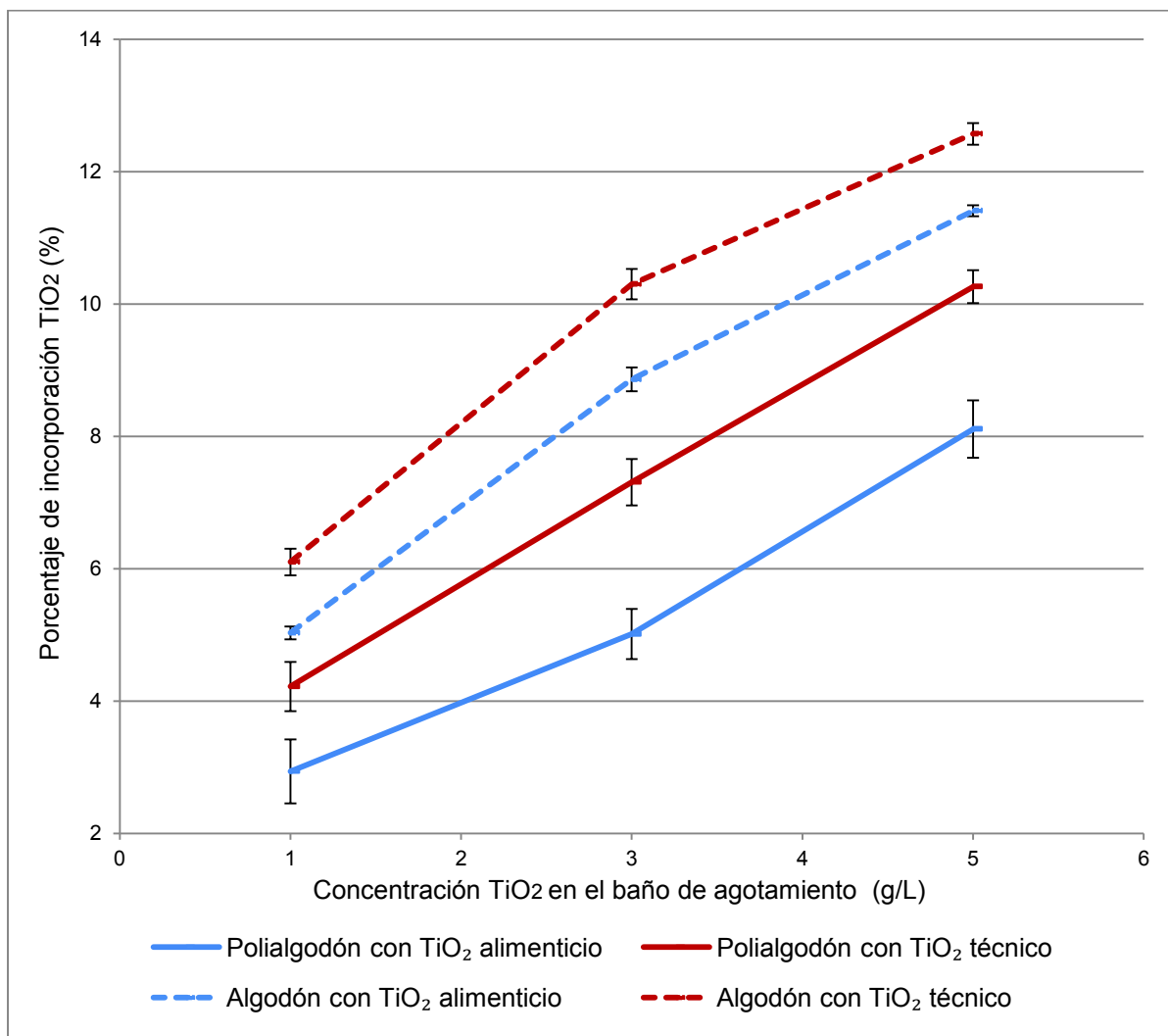


Figura 3. 2. Porcentaje de incorporación de TiO_2 por agotamiento con 5 % de ligante acrílico y concentración del baño de 1, 3, 5 g/L TiO_2

Para ambos tipos de tela se puede observar que cuando se incorporó el TiO_2 técnico (cristalización rutilo) el porcentaje de incorporación es mayor en comparación al alcanzado usando TiO_2 alimenticio (cristalización anatasa). Esto se debe a que al preparar el baño de TiO_2 técnico tiende a aglomerarse, al estar aglomerado alcanza un mayor tamaño que las partículas dispersas del TiO_2 alimenticio, depositándose por lo tanto mayor cantidad de TiO_2 técnico en la superficie de los hilos. Mientras que las partículas dispersas de TiO_2 alimenticio sí logran distribuirse entre las fibras de los hilos, tal como se verificó posteriormente en la Sección 3.2.

La aglomeración de las partículas de TiO_2 técnico produjo una pobre dispersión en agua en comparación con la dispersión del TiO_2 alimenticio, tal como se observa en la Figura 3.3.



Figura 3. 3. Dispersión en el agua: Izq. TiO_2 técnico. Der. TiO_2 alimenticio

Como se mencionó con anterioridad, los resultados de la difracción de rayos X mostraron que el TiO_2 técnico tiene en su mayoría cristalización rutilo (98%), mientras que el TiO_2 alimenticio es de cristalización anatasa (99%), al ser diferentes cristalizaciones del TiO_2 , presentan propiedades distintas, es así que el

ángulo de contacto con el agua de la cristalización anatasa es de 40° , mientras que el de la cristalización rutilo es de 70° . Por tanto, el TiO_2 alimenticio (cristalización anatasa) se dispersa de mejor manera en el agua ya que tiene un ángulo de contacto con el agua menor al presentado por el TiO_2 técnico (rutilo) que es cercano a 90° , es decir que este último tiene carácter más hidrófobo, por lo que al ponerse en contacto con el agua tiende a aglomerarse y precipitar más rápidamente que el alimenticio (Nakajima, Koizumi, Watanabe y Hashimoto, 2000, p. 7049; Wang, Sakai, Fujishima, Watanabe y Hashimoto, 2000, p. 2191).

Al comparar entre los dos tipos de telas usados, la tela de algodón 100 % obtuvo mayores porcentajes de incorporación de TiO_2 en todas las concentraciones y con ambos tipos de TiO_2 , llegando a incorporarse 12,57 % de TiO_2 al usar baños con 5 g/L de TiO_2 técnico y un porcentaje de 11,41 % con 5 g/L de TiO_2 alimenticio. Mientras que las telas de polialgodón en general incorporan menor cantidad de TiO_2 , así el menor porcentaje de incorporación se obtuvo con la tela de polialgodón y 1 g/L tanto de TiO_2 alimenticio como TiO_2 técnico, alcanzando valores de porcentaje de incorporación de TiO_2 de 2,94 % y 4,22 % respectivamente. Una de las razones de este comportamiento es que la fibra de algodón tiene convoluciones, tal como se muestra en la Figura 1.3, por lo que las partículas de dióxido de titanio quedan atrapadas en las mismas, además las partículas pueden ocupar mayor superficie debido a que las convoluciones tienen mayor área superficial. Por el contrario las fibras de poliéster presentan una sección transversal constante y superficie lisa. Además, en estudios como el de Tung y Daoud (2011), aseguran que el TiO_2 tiene poca compatibilidad con las fibras sintéticas tales como poliamida y poliéster, ya que no poseen grupos funcionales que permitan el anclaje del dióxido de titanio, lo que da como resultado poca adherencia de las partículas de TiO_2 a las fibras sintéticas (p. 7864).

También se puede evidenciar que en el método de incorporación por agotamiento con ligante se alcanzan valores mayores del porcentaje de incorporación de TiO_2 a los alcanzados en los ensayos preliminares de la sección 3.1.1.1 puesto que el

uso del ligante ayuda a que una mayor cantidad de partículas de TiO_2 se unan al material textil.

En la Figura 3.4 se presenta el diagrama de efectos estandarizados, en el cual se establece que la mayor influencia sobre el porcentaje de incorporación de TiO_2 la tiene la concentración del TiO_2 en el baño de agotamiento seguido por el tipo de tela y finalmente el tipo de TiO_2 utilizado, mientras que la interacción entre estas no tiene influencia significativa sobre el porcentaje de TiO_2 incorporado. En el caso de la influencia de la concentración de TiO_2 , tipo de tela y tipo de TiO_2 , esta es directamente proporcional, es decir, a mayor valor de concentración de la variable, el porcentaje de incorporación de TiO_2 es también mayor.

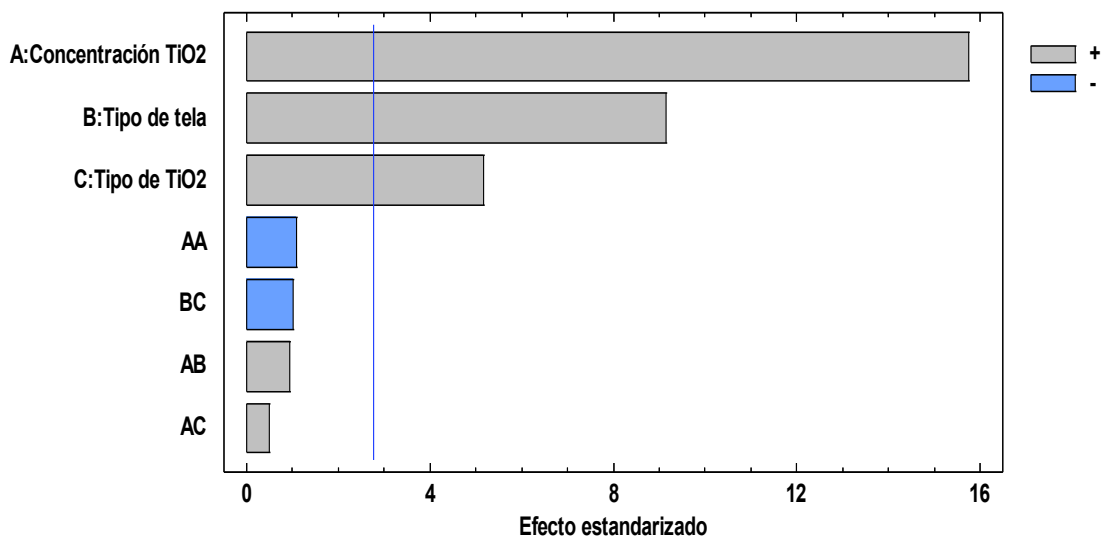


Figura 3. 4. Diagrama de Pareto de los efectos de los factores del porcentaje de incorporación de TiO_2 por agotamiento con ligante

Si bien a mayor concentración del baño se obtiene mayor porcentaje de incorporación se observó a simple vista que había mayor cantidad de TiO_2 residual en los baños de mayor concentración inicial de TiO_2 que en los de menor concentración inicial, por lo tanto se decidió determinar el porcentaje de TiO_2 que no había sido incorporado en la tela, es decir el TiO_2 no agotado. En la Figura 3.5 se observan los resultados obtenidos, calculados como una fracción respecto de la cantidad máxima de TiO_2 que se podría incorporar a la tela, esto es si se agotara completamente el baño, los porcentajes máximos de TiO_2 para las telas

se observan en la Tabla 3.1. Además, un ejemplo de cálculo se encuentra en el Anexo III.

Tabla 3. 1. Porcentajes máximos posibles de incorporación de TiO₂ en las telas de polialgodón y algodón 100 % para las concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de TiO₂

Concentración de TiO ₂ (g/L)	Porcentaje máximo de incorporación del TiO ₂ %
1	12,50
3	30,00
5	41,66

En la Figura 3.5 se observa que mientras mayor es la concentración del baño, mayor es el porcentaje de TiO₂ que no se incorpora en la tela (TiO₂ residual en el baño) y por lo tanto constituye una carga contaminante en el efluente y un desperdicio de reactivo. Tal como se mencionó con anterioridad, la tela de algodón 100% presenta mayor porcentaje de incorporación, por lo tanto el porcentaje de TiO₂ que no se incorpora en la tela es menor.

Además, en la Figura 3.5 se observa que el mayor porcentaje de TiO₂ que no se incorporó fue en la tela de polialgodón llegando a un valor de 33,55 % con 5 g/L de TiO₂ alimenticio y un porcentaje de 31,40 con 5 g/L de TiO₂ técnico. Mientras que el menor porcentaje de TiO₂ que no se incorpora se obtuvo con la tela de algodón 100 % y 1 g/L tanto de TiO₂ alimenticio como de TiO₂ técnico alcanzando valores de 7,47 y 6,20 % respectivamente. Es decir que mientras exista mayor concentración de TiO₂ en el baño el porcentaje de incorporación de la tela aumenta, pero también se incrementa el desperdicio que existe del TiO₂ en el baño residual. Este comportamiento se debe a la pobre afinidad de las partículas de TiO₂ con la tela ya que no poseen grupos funcionales que permitan la unión con el TiO₂, además a mayor concentración de TiO₂ en el baño de agotamiento la tela se satura, por lo tanto las partículas ya no se incorporan y migran al baño residual debido a que existe una competencia de las partículas de TiO₂ a introducirse en la tela por lo que a mayor concentración de TiO₂ existe mayor tendencia de TiO₂ quedarse en el agua que ir a la fibra (Pasqui y Barbucci, 2014, p. 1).

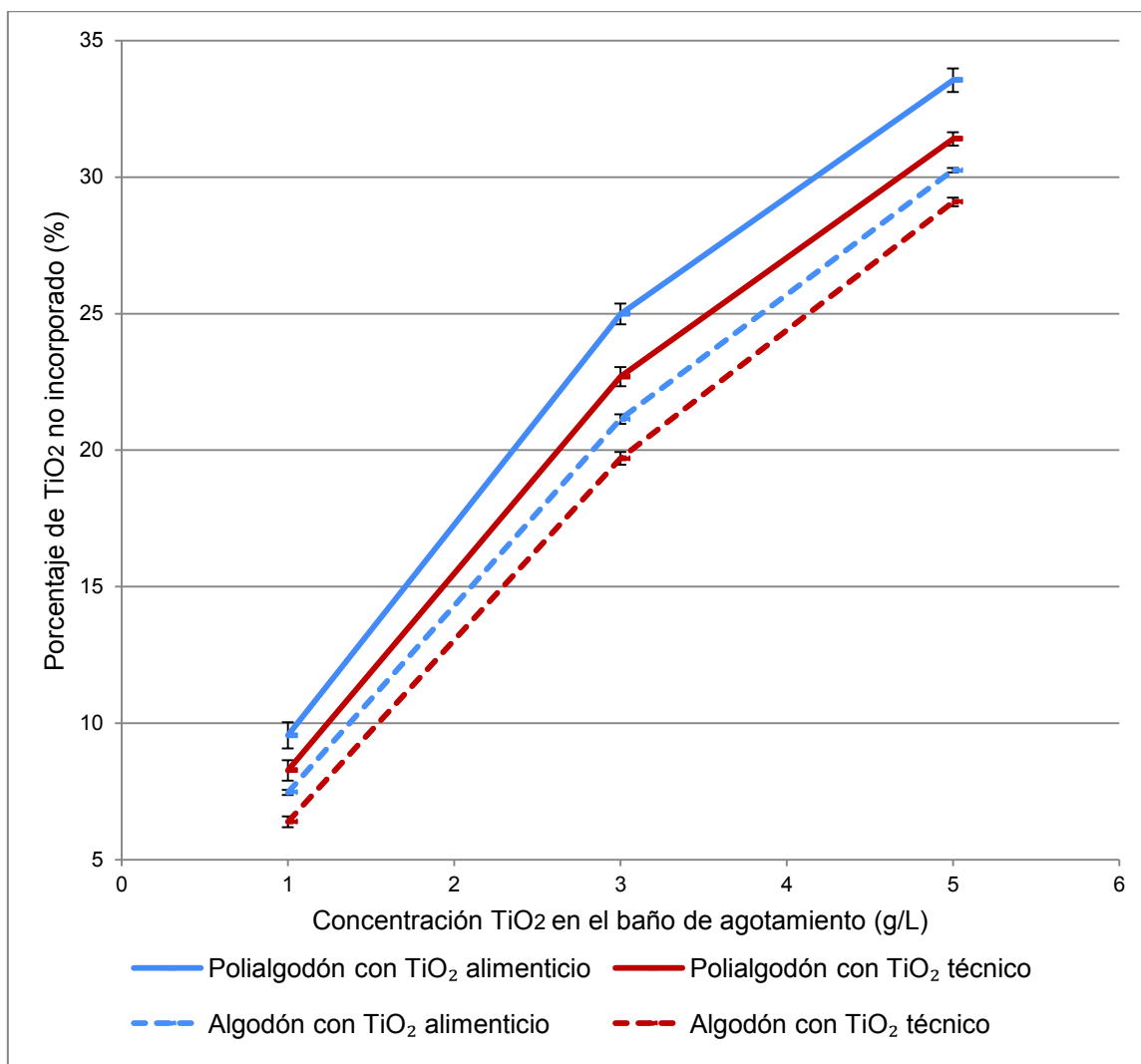


Figura 3. 5. Porcentaje de TiO₂ no incorporado en las telas por agotamiento y 5 % de ligante y concentración de baño 1, 3, 5 g/L TiO₂

En la Figura 3.6 se observa que a mayor concentración de TiO₂ en el baño es mayor el porcentaje de TiO₂ que no se incorpora en la tela.

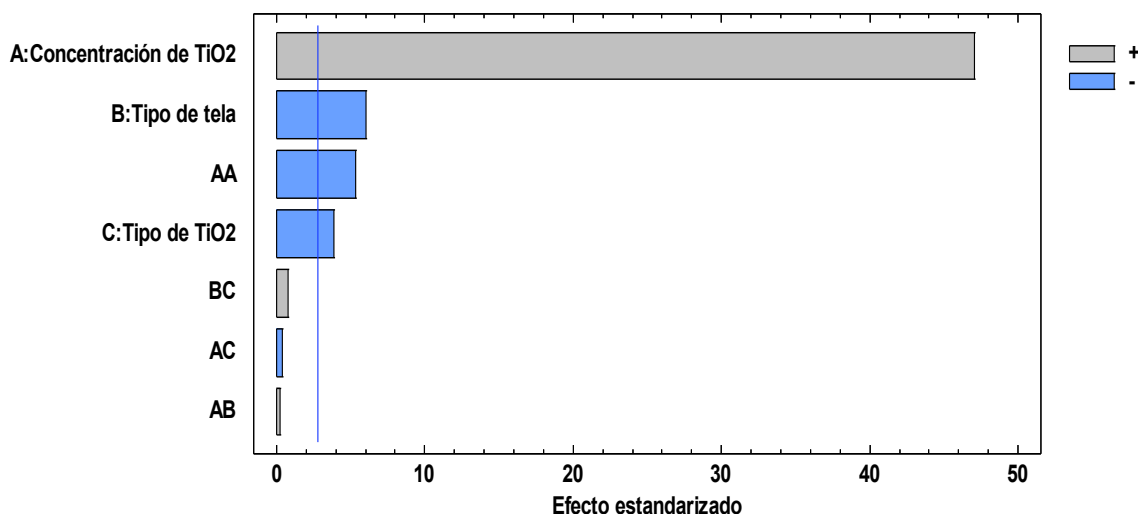


Figura 3. 6. Diagrama de Pareto de los efectos de los factores para el porcentaje de TiO_2 no incorporado en las telas por agotamiento y ligante acrílico

3.1.1.3 Resultados de la incorporación por agotamiento con tratamiento previo

Como se explicó en la metodología para obtener los resultados de la incorporación por agotamiento con tratamiento previo, se realizaron ensayos a las condiciones de trabajo indicadas para obtener blancos que permitieran determinar el incremento en el peso de la tela debido únicamente a los reactivos utilizados en el tratamiento previo, es decir cuando no se utiliza el TiO_2 . Dichos resultados se pueden observar en el Anexo X. El porcentaje de TiO_2 incorporado por agotamiento con tratamiento previo se discute a continuación.

En la Figura 3.7 se observa que al igual que en la incorporación por agotamiento con ligante, el porcentaje de incorporación de TiO_2 es mayor cuando aumenta la concentración de TiO_2 en el baño para todos los casos. Para la tela de algodón 100% con 5 g/L TiO_2 técnico y alimenticio se obtiene un porcentaje de incorporación de 17,02 y 15,95 % respectivamente, mientras que para el polialgodón con 5 g/L TiO_2 técnico y alimenticio se alcanza un porcentaje de incorporación de 14,08 y 12,98 % respectivamente.

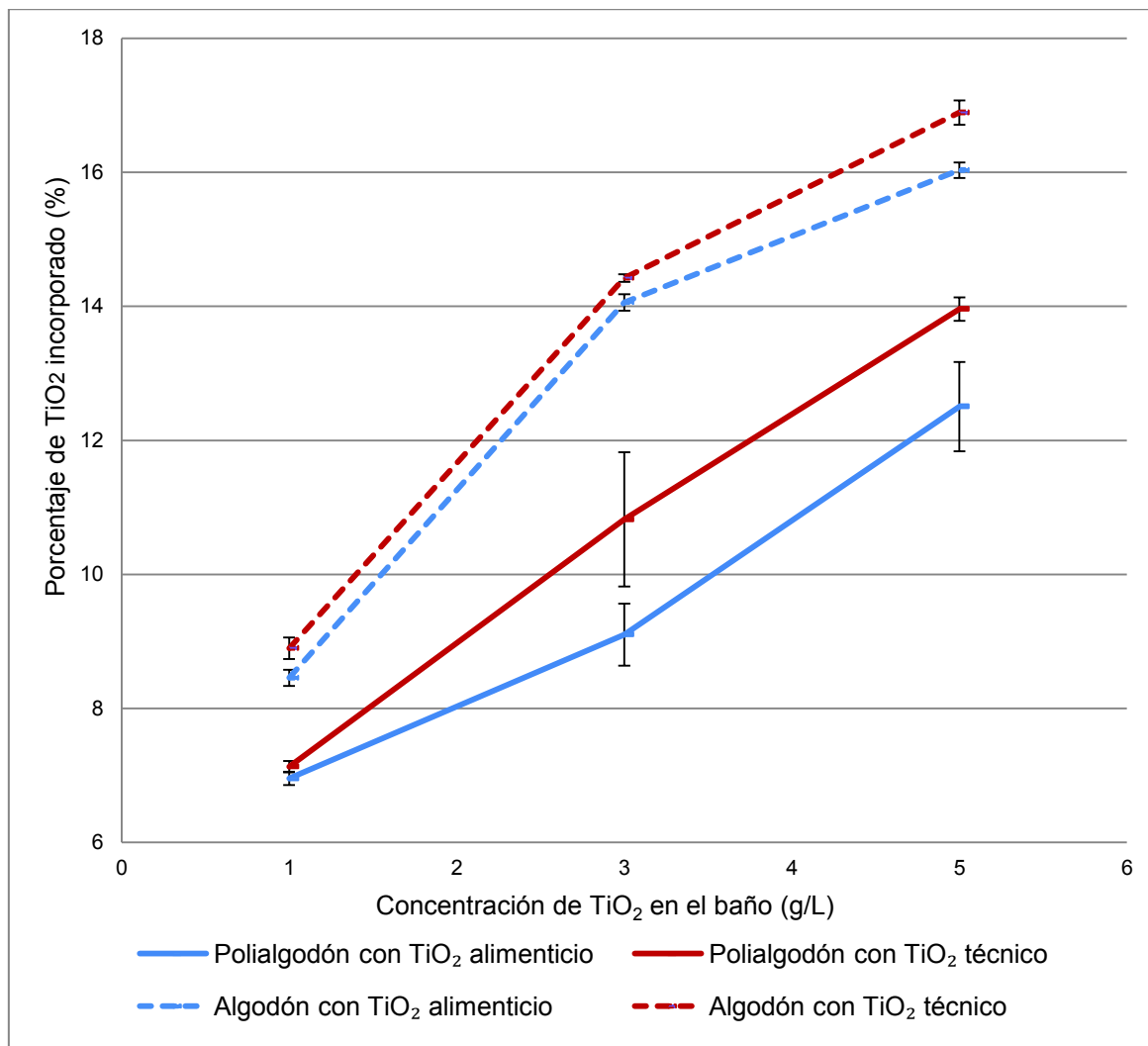


Figura 3. 7. Porcentaje de incorporación de TiO₂ por agotamiento con pretratamiento (6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio) y diferentes concentraciones de TiO₂

El objetivo del pretratamiento de la tela usando ácido succínico y sulfato de aluminio es formar enlaces éster entre los grupos hidroxilo disponibles de la celulosa del algodón y uno de los grupos carboxilos del ácido succínico, quedando disponible el otro grupo carboxilo, el cual se une al TiO₂ de manera electrostática (Mirjalili y Karimi, 2011, p. 208). Por ello el algodón 100 % presenta mayor porcentaje de incorporación de TiO₂, mientras que el polialgodón al tener solo 35 % de algodón en su composición presenta un porcentaje menor de TiO₂ incorporado.

También la incorporación por agotamiento del TiO₂ técnico presenta mayor

porcentaje de incorporación de TiO_2 que el dióxido de titanio alimenticio esto se explica ya que el TiO_2 técnico se aglomera en el baño de agotamiento y forma agregados que al momento que se unen electrostáticamente con el grupo carboxilo que tiene la celulosa del algodón formado por el pretratamiento de las telas permiten que mayor número de partículas de TiO_2 técnico se unan a la superficie de las fibras.

En la Figura 3.8 se observa que el efecto producido por la concentración de TiO_2 sobre el porcentaje de incorporación es mayor que el efecto producido por el tipo de tela y el tipo de TiO_2 usado.

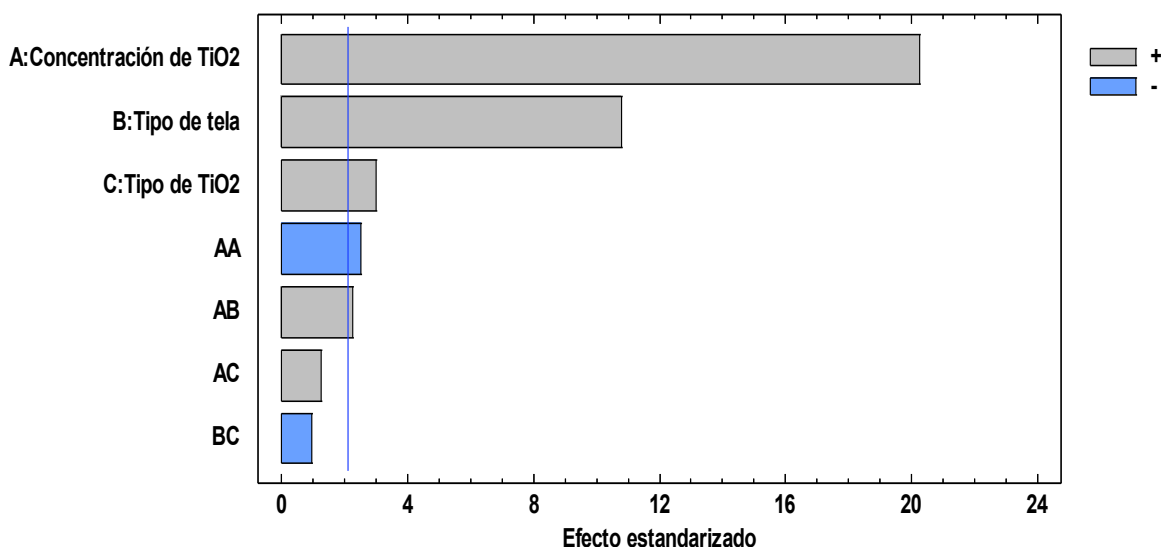


Figura 3. 8. Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO_2 incorporado en las telas con agotamiento y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio

Al igual que en la incorporación por agotamiento con ligante, al realizar pretratamiento sobre la tela, se observó que en el baño quedaban partículas de dióxido de titanio por lo que se calculó el porcentaje de TiO_2 que no se incorporó en la tela, se utilizaron los mismos valores máximos de incorporación de TiO_2 presentados en la Tabla 3.1, los resultados se pueden observar en la Figura 3.9.

En la Figura 3.9 se observa que mientras mayor es la concentración de TiO_2 en el baño, mayor es el porcentaje que no se incorpora en la tela. Al igual que en la

Sección 3.1.1.2 la eficiencia de la incorporación de TiO_2 es mayor cuando se tiene una concentración de 1 g/L de TiO_2 .

El mayor porcentaje de TiO_2 que no se incorporó se obtuvo con tela de polialgodón llegando a un valor de 29,16 % con 5 g/L de TiO_2 alimenticio y 27,70 % con TiO_2 técnico. Mientras que el menor porcentaje de TiO_2 que no se incorporó se obtuvo con la tela de algodón 100 % y 1 g/L tanto de TiO_2 alimenticio como técnico alcanzando valores de 4,04 y 3,60 % respectivamente.

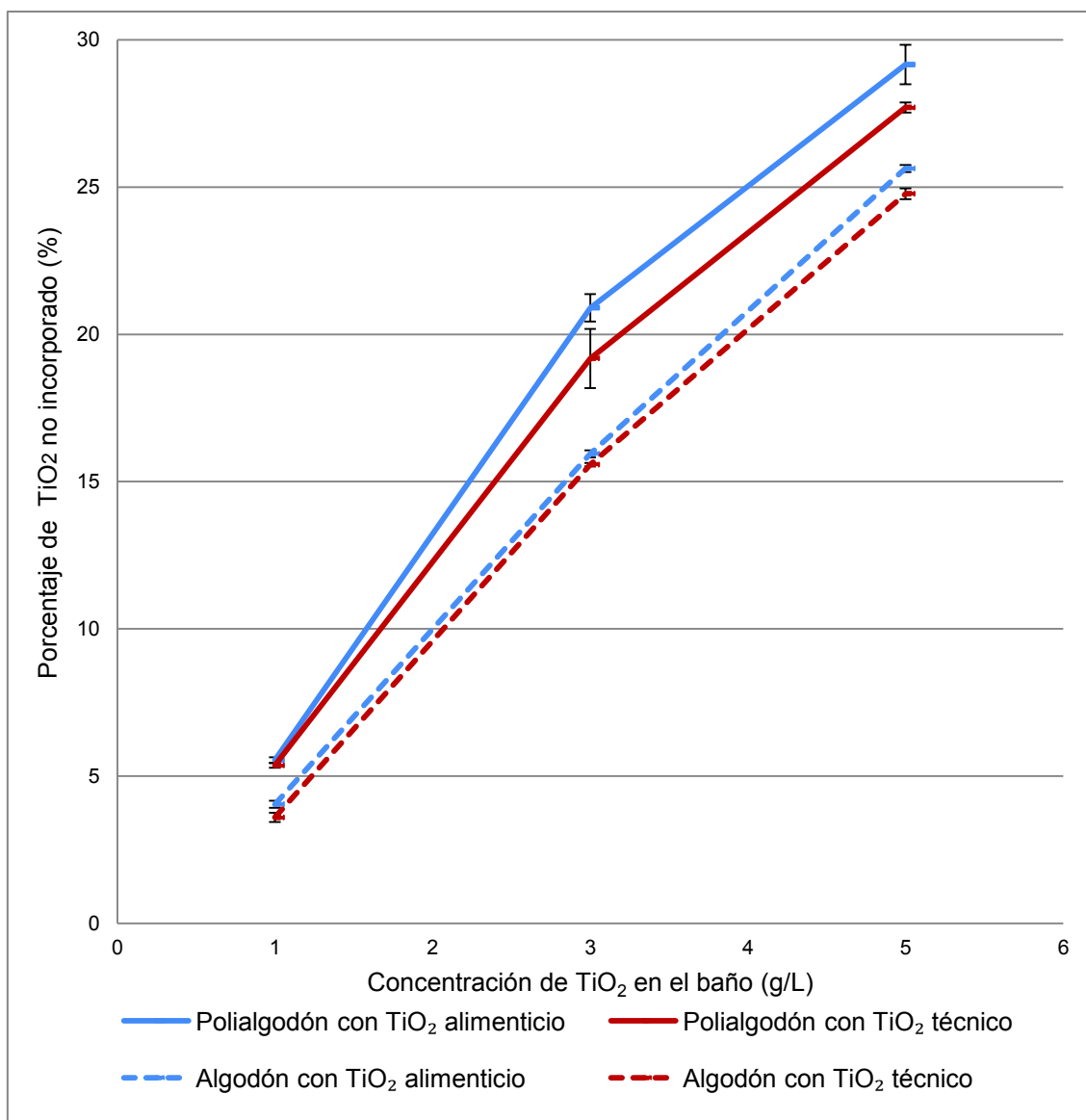


Figura 3. 9. Porcentaje de TiO_2 que no se incorporó en la tela por agotamiento y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio

Estudios realizados por Karimi et al (2010), muestran resultados en telas de algodón 100 % que tienen hasta 9,16 % de incorporación de TiO_2 cuando utiliza un baño del 0,5 % (spt) de dióxido de titanio nanoparticulado (p. 1033), mientras que en este estudio se utilizó un baño de 1 g/L equivalente al 12,5 % spt, con el cual se obtiene un porcentaje de incorporación entre 8,46-8,89 % dependiendo del tipo de TiO_2 alimenticio o técnico. Cabe recalcar que en el presente trabajo se trata con partículas de un diámetro d_{80} de 0,9 y 1,0 μm de TiO_2 alimenticio y técnico respectivamente, mientras que en el estudio de Karimi et al (2010), utiliza TiO_2 en tamaño de 21 nm, por tanto al tener menor tamaño, pueden ingresar con mayor facilidad al interior de los hilos y por tanto unirse a mayor cantidad de fibra por lo que las partículas de dióxido de titanio se incorporan en mayor cantidad al algodón (1033).

Al comparar los dos métodos de incorporación por agotamiento con ligante y con tratamiento previo, se observa que el pretratamiento de la tela favorece la incorporación del TiO_2 en todos los casos. Por ejemplo para el caso de incorporación por agotamiento con ligante con 5 g/L de TiO_2 en el baño: el algodón presenta 11,47 y 12,57 % de incorporación de TiO_2 alimenticio y técnico respectivamente, mientras que el polialgodón presenta 8,11 y 10,26 % de incorporación de TiO_2 alimenticio y técnico respectivamente. Sin embargo, cuando se usa pretratamiento con 5 g/L de TiO_2 en el baño, la tela de algodón 100 % alcanza valores de 16,03 y 16,89 % de incorporación de TiO_2 alimenticio y técnico respectivamente, mientras que el polialgodón alcanza valores de 12,50 y 13,96 % de incorporación de TiO_2 alimenticio y técnico, respectivamente. Es decir, con el pretratamiento de las telas se aumenta la afinidad entre la tela y las partículas de TiO_2 , ya que se obtienen enlaces en el algodón que favorecen la adherencia de las partículas del TiO_2 , mientras que cuando se usa ligante acrílico no aumenta dicha afinidad.

Finalmente para ensayos posteriores se utilizó la concentración de 1 g/L de TiO_2 ya que con esta concentración se obtiene menor porcentaje de TiO_2 residual en el baño, así el desperdicio de TiO_2 es menor y este no se convierte en una carga contaminante.

3.1.3 INCORPORACIÓN POR IMPREGNACIÓN

3.1.3.1 Incorporación por impregnación con ligante acrílico

Para la realización de la incorporación por el método de impregnación, al contrario que en la incorporación por agotamiento, se utilizó una concentración fija de 5 g/L de TiO_2 , con 5 % spt de ligante acrílico tal como se indica en la Sección 2.1.4.1.

En la Figura 3.10 se observa que al igual que en la incorporación por agotamiento, tanto la tela de algodón 100 % como el polialgodón alcanzan un porcentaje mayor en la impregnación del TiO_2 técnico en comparación al porcentaje obtenido con TiO_2 alimenticio. Este comportamiento se explica con lo antes mencionado ya que las partículas de TiO_2 técnico no se dispersan en el agua, se aglomeran y precipitan sobre la tela, por lo tanto al momento de realizar el procedimiento de impregnación las partículas de TiO_2 técnico quedan en mayor cantidad en la superficie de los hilos.

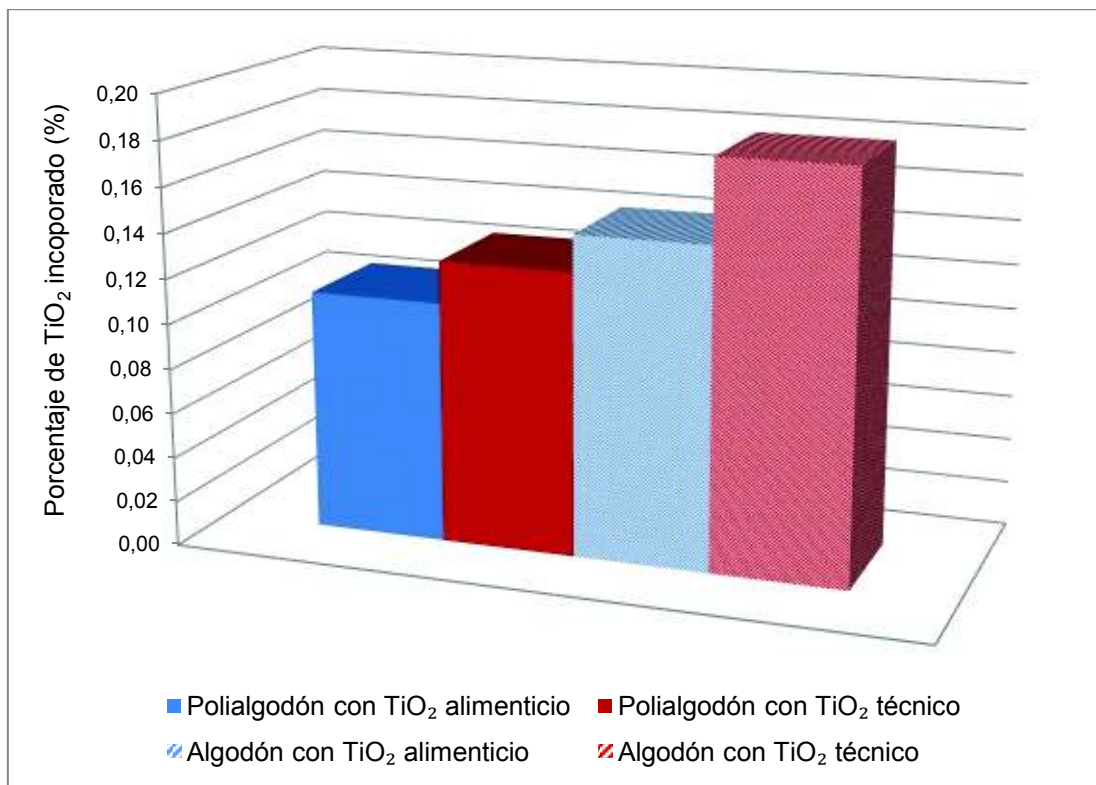


Figura 3. 10. Impregnación de algodón 100 % y polialgodón con 5 g/L TiO_2 y 5 % ligante acrílico

Además se observa que la tela de algodón 100 % tiene mayor porcentaje de impregnación con respecto a la tela de polialgodón. Esto se debe a que en el procedimiento de impregnación la absorción de agua junto con el material de interés es el principal mecanismo de funcionamiento, es decir el agua actúa como vehículo de las partículas de TiO_2 para que estas se adhieran al material textil (Pineda y Jara, 2010, p. 42) y la tela de algodón 100 % presenta un mayor porcentaje de absorción de agua en comparación a la tela de polialgodón.

El baño de impregnación en la tela de algodón 100 % ingresa hacia el interior de los hilos, lo que permite que las partículas de TiO_2 se unan a la fibra, es decir, que la tela de algodón tiene mayor superficie de impregnación del TiO_2 , mientras que el baño de impregnación en la tela que contiene poliéster se queda en la superficie. Dicho comportamiento en la tela de algodón se debe a que posee grupos hidroxilos que son polares, los cuales le permiten absorber mayor cantidad de agua, mientras que el poliéster es una molécula hidrofóbica por ello no absorbe la misma cantidad de agua (Mirjalili, 2011, p. 175 y Hareh, 2009, p. 13). Por lo tanto cuando se da el procedimiento de foulardado el algodón 100 % tiene mayor capacidad de absorción de agua por sus fibras junto con las partículas de interés en este caso el TiO_2 . Mientras que la tela de polialgodón al tener 35 % de algodón en su composición no tiene igual capacidad de captar agua. Esto también se evidenció en volumen del baño de impregnación residual ya que al culminar el proceso, el baño de la tela de algodón 100 % tenía menor volumen de la dispersión agua- TiO_2 que el baño de la tela de polialgodón.

Lo antes mencionado se observa en la Figura 3.11 que muestra que el efecto producido por el tipo de tela en el porcentaje de incorporación de TiO_2 es mayor que el efecto producido por el tipo de TiO_2 usado.

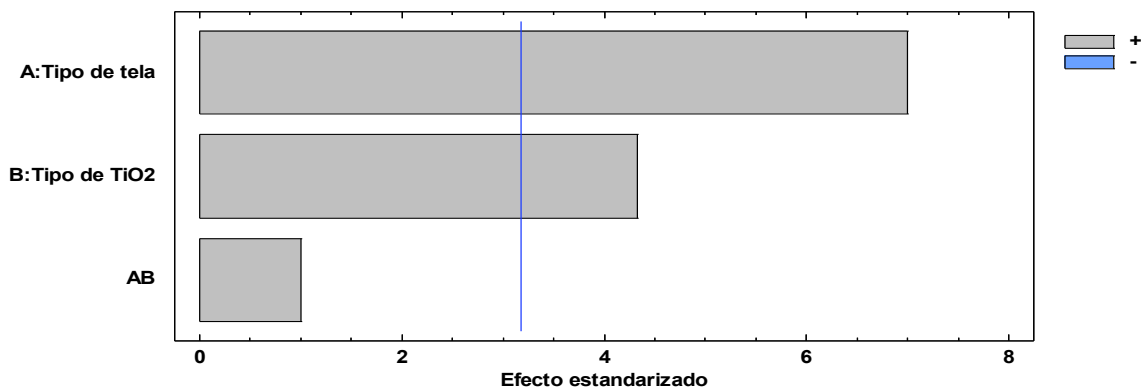


Figura 3. 11. Diagrama de Pareto del Porcentaje de TiO_2 incorporado en telas de algodón 100% y polialgodón con impregnación y 5 g/L de ligante acrílico

3.1.3.2 Incorporación por impregnación con tratamiento previo

En Figura 3.12 se muestran los porcentajes de incorporación de TiO_2 en las telas usadas, a las que previamente se les ha dado un tratamiento con ácido succínico y sulfato de aluminio, tal como se indica en la Sección 2.1.3.2. Se observa que al igual que en los casos anteriores, con el TiO_2 técnico se alcanzan mayores resultados de porcentaje de impregnación en ambas telas en comparación con el TiO_2 alimenticio. Además en la tela de algodón 100 % se alcanza un mayor valor del porcentaje de impregnación por su propiedad de absorber mayor cantidad de agua que la tela de polialgodón, como se explicó anteriormente.

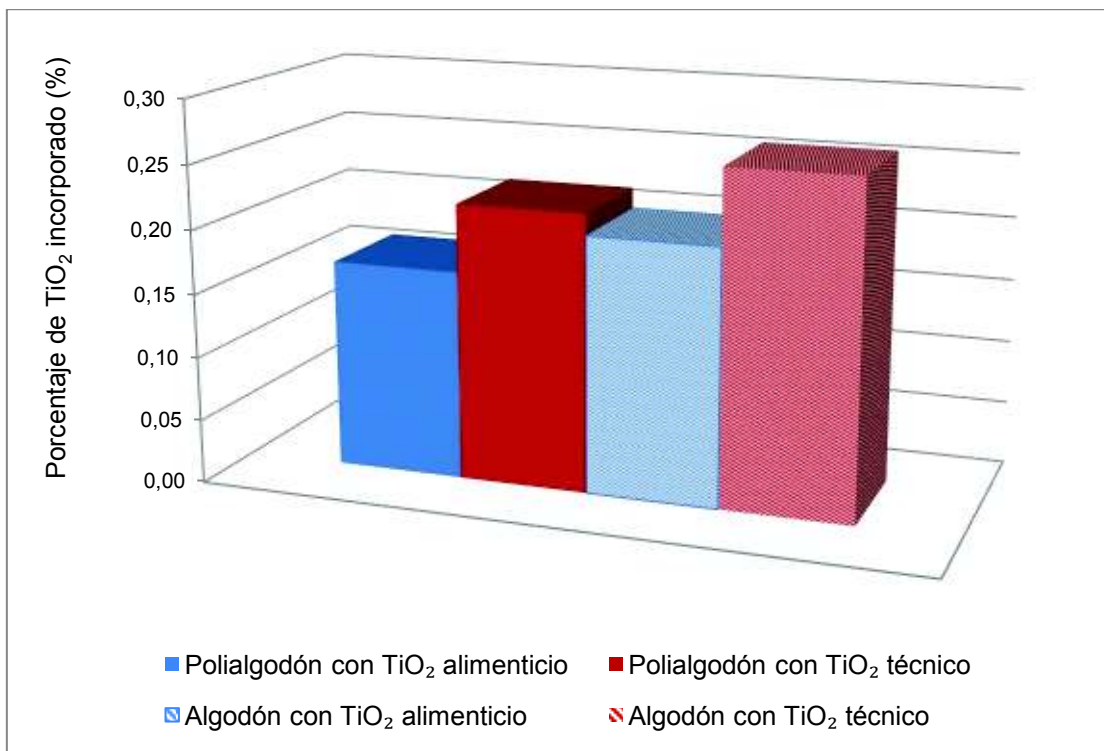


Figura 3. 12. Gráfico de barras del porcentaje de incorporación de TiO₂ de la tela de algodón 100 % y polialgodón con impregnación y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio

En la Figura 3.13 se presenta el diagrama de efectos estandarizados en el cual se evidencia que tanto el tipo de TiO₂ como el tipo de tela son variables que influyen significativamente en el porcentaje de impregnación del TiO₂.

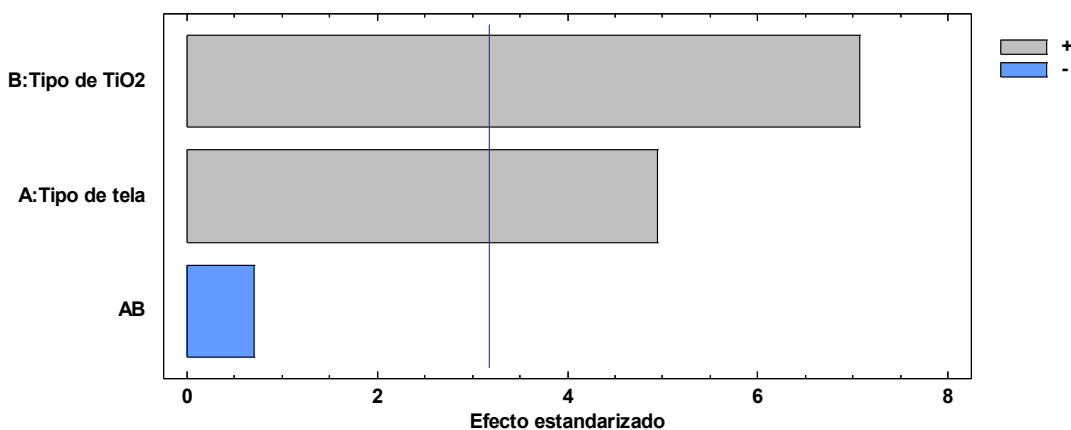


Figura 3. 13. Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO₂ incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón con impregnación y pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio

Al comparar el método de incorporación por impregnación con adición del ligante y con pretratamiento previo a la tela, se evidencia que los mayores valores de impregnación de TiO_2 se obtienen con pretratamiento a la tela, debido a lo ya mencionado, es decir, el pretratamiento ayuda a una mayor adherencia de TiO_2 gracias a los enlaces éster que se forman con la celulosa. Así, en el diagrama de efectos estandarizados representado en la Figura 3.14, se puede observar que además de las variables antes mencionadas, el método de incorporación (uso de ligante o pretratamiento) es una variable que afecta de manera significativa el porcentaje de incorporación de TiO_2 .

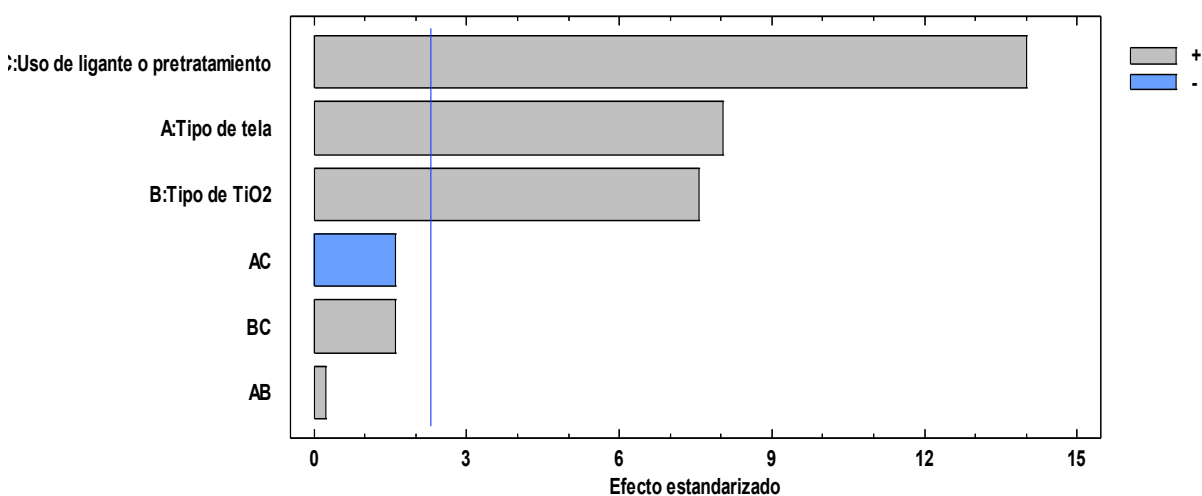


Figura 3. 14. Diagrama de Pareto del porcentaje de TiO_2 incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón con impregnación con pretratamiento con 6 % spt ácido succínico y 4 % spt sulfato de aluminio y 5 % spt de ligante acrílico

En los mecanismos de incorporación tanto de impregnación como por agotamiento en los que se usó el ligante acrílico se obtuvieron valores bajos de incorporación del TiO_2 en comparación a los valores obtenidos en las telas a las que se les aplicó tratamiento previo, esto se debe a una pobre dispersión de las partículas de TiO_2 en el baño, ya que estas al estar en contacto con el ligante acrílico no logran dispersarse adecuadamente en él mismo. Este comportamiento se observó a simple vista ya que el baño que contenía aglutinante acrílico y las partículas de TiO_2 mostró menor dispersión que el baño de TiO_2 -agua utilizado para la incorporación de TiO_2 luego del pretratamiento de las telas. En el estudio de Gupta, Jassal y Agrawal (2007), se observa algo similar ya que la presencia de

1 % de aglutinante acrílico da una pobre dispersión así como favorece la aglomeración de partículas de TiO_2 (p. 448).

Para la selección del método con el que obtuvo mayor porcentaje de TiO_2 incorporado en telas de algodón 100 % y polialgodón, se compararon los 4 procedimientos realizados. En las Tablas 3.2 y 3.3 se observan los valores de los porcentajes de incorporación de TiO_2 con los 4 métodos utilizados, los valores que se encuentran en paréntesis son los porcentajes obtenidos entre el porcentaje de incorporación alcanzado respecto al porcentaje máximo de incorporación de TiO_2 . Los valores máximos de incorporación para el método por agotamiento se muestran en la Tabla 3.1, mientras que el porcentaje máximo de incorporación de TiO_2 para el método por impregnación fue de 0,45 %.

Tanto en la Tabla 3.2 como en la Tabla 3.3 se puede observar que los métodos de incorporación que realizan pretratamiento son los que presentan mayor porcentaje de incorporación de TiO_2 . Además, al comparar los métodos por agotamiento e impregnación, en el método por agotamiento se alcanzan valores mayores a los obtenidos con el método por impregnación si se les compara con su valor máximo de incorporación de TiO_2 .

Tabla 3. 2. Resultados del porcentaje de incorporación de TiO_2 de los métodos por impregnación utilizados con 5 g/L de TiO_2

Tela	Dióxido de titanio	Método de incorporación	
		Impregnación con ligante (%) ¹	Impregnación con pretratamiento (%) ¹
Polialgodón	Alimenticio	0,11 (24,4)	0,16 (35,5)
	Técnico	0,13 (28,8)	0,22 (48,8)
Algodón 100 %	Alimenticio	0,14 (31,1)	0,20 (44,4)
	Técnico	0,18 (40,0)	0,26 (57,7)

¹ Los valores sin paréntesis son los resultados del porcentaje de incorporación de TiO_2 , mientras los valores entre paréntesis son los porcentajes que se alcanzados respecto a sus al porcentaje máximo de incorporación de TiO_2 .

Tabla 3. 3. Resultados del porcentaje de incorporación de TiO₂ de los métodos por agotamiento utilizados con concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de TiO₂

Tipo de tela	Tipo de dióxido de titanio	Método de incorporación					
		Agotamiento con ligante (%)			Agotamiento con pretratamiento (%)		
		Concentración de TiO ₂ (g/L) ¹			Concentración de TiO ₂ (g/L) ¹		
		1	3	5	1	3	5
Polialgodón	Alimenticio	2,94 (23,5)	5,01 (16,7)	8,11 (19,5)	6,95 (55,6)	9,10 (30,3)	12,50 (30,0)
	Técnico	4,22 (33,8)	7,31 (24,4)	10,26 (24,6)	7,13 (57,0)	10,82 (36,1)	13,96 (33,5)
Algodón 100%	Alimenticio	5,03 (40,24)	8,86 (29,5)	11,47 (27,5)	8,46 (67,7)	14,06 (46,9)	16,03 (38,5)
	Técnico	6,10 (48,8)	10,30 (34,3)	12,57 (30,2)	8,90 (71,2)	14,42 (48,1)	16,89 (40,5)

¹ Los valores sin paréntesis son los resultados del porcentaje de incorporación de TiO₂, mientras los valores entre paréntesis son los porcentajes que se alcanzados respecto a sus al porcentaje máximo de incorporación de TiO₂.

Por lo tanto se selecciona el método de incorporación por agotamiento con tratamiento previo para seguir con la experimentación ya que es el método con el que se obtiene mayor porcentaje de incorporación de partículas de TiO₂.

3.2 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE PROCESO DE INCORPORACIÓN SELECCIONADO CON LAS QUE SE OBTENGA MAYOR PORCENTAJE DE PERMANENCIA DEL DIÓXIDO DE TITANIO, AL SOMETERLAS AL LAVADO DOMÉSTICO

En la Sección 3.1 se seleccionó como método de incorporación el de agotamiento con pretratamiento, porque en general con este se obtiene el mayor porcentaje de incorporación de TiO₂.

A continuación se estudió el efecto de la concentración de ácido succínico y del tipo de catalizador y su concentración, en el porcentaje de retención del TiO_2 incorporado luego de someter la tela a un lavado doméstico, tal como se explica en la Sección 2.2

3.2.1 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN Y TIPO DE CATALIZADOR EN EL PORCENTAJE DE RETENCIÓN DEL TiO_2 INCORPORADO POR AGOTAMIENTO CON PRETRATAMIENTO DE LAS TELAS

Para el estudio del efecto de la concentración y tipo de catalizador en el porcentaje de retención de TiO_2 incorporado por agotamiento con pretratamiento a la tela, se variaron las concentraciones del catalizador en 4, 6 y 8 % spt, además se utilizaron dos catalizadores: sulfato de aluminio y bifosfato de sodio.

En la Figura 3.15, se observa el porcentaje de incorporación de TiO_2 alcanzado para los catalizadores usados, las líneas continuas representan la utilización del sulfato de aluminio, mientras que las líneas entrecortadas representan el uso de bifosfato de sodio como catalizador para el pretratamiento de las telas. Además, al igual que en los casos anteriores, se observa que la tela de algodón 100 % presentó mayor incorporación de TiO_2 en comparación a la tela de polialgodón. También el TiO_2 técnico presentó mayor porcentaje de incorporación con respecto a los valores alcanzados con el TiO_2 alimenticio.

La Figura 3.15 muestra también que tanto el sulfato de aluminio como el bifosfato de sodio, permiten alcanzar los más altos valores de incorporación de TiO_2 cuando estos catalizadores se usan a una concentración de 6 % spt. Dicho comportamiento se explica en el estudio de Coma, Sebti, Pardon, Pichavant y Deschamps (2003), ya que en este el aumento de la concentración de bifosfato de sodio da lugar a la disminución de la reticulación entre hidroximetilpropilcelulosa y ácido cítrico (p. 268). Es decir al aumentar la concentración de bifosfato de sodio (catalizador) en el pretratamiento de la tela, este disminuye la reticulación

del algodón y con ello disminuye el porcentaje de TiO_2 que podría incorporarse en las telas.

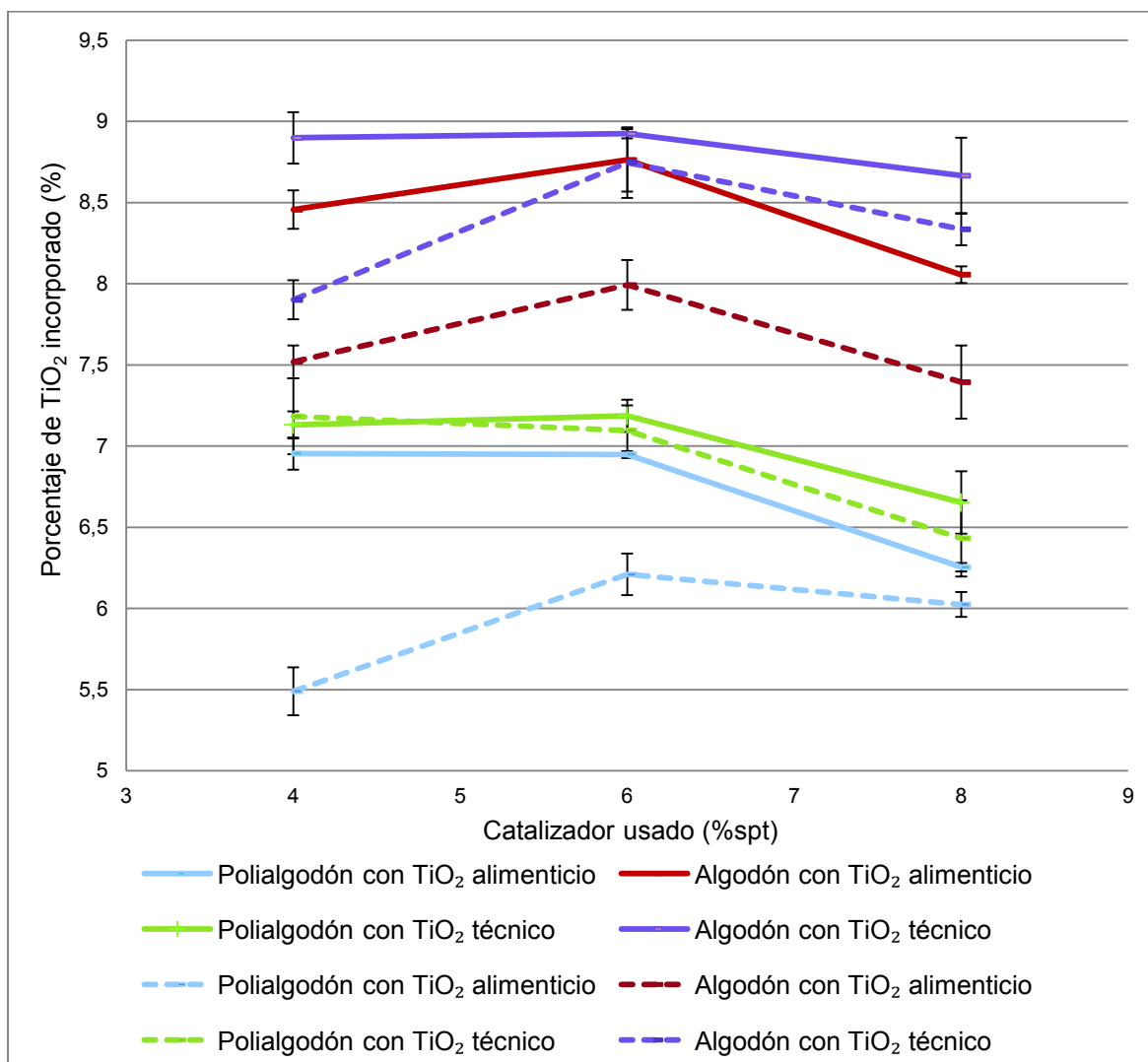


Figura 3. 15. Porcentaje de incorporación de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas) y 6 % spt ácido succínico con 1g/L de TiO_2

En las Figuras 3.16 y 3.17 se muestra el análisis de medias correspondiente al porcentaje de TiO_2 que se incorporó con respecto a las concentraciones de los catalizadores usados. Se observa que las diferencias al variar las concentraciones del sulfato de aluminio en las concentraciones de 4 % spt y 6 % spt no son significativas ya que existe un solapamiento de las barras de error con las concentraciones probadas. Mientras que el uso de 6 % spt de bifosfato de sodio

como catalizador, sí produce una diferencia significativa en el porcentaje de incorporación de TiO_2 , respecto a las otras concentraciones ensayadas.

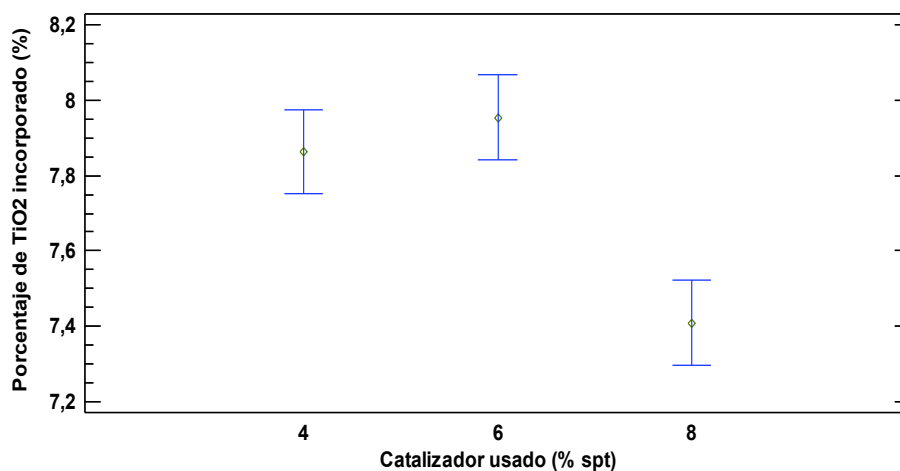


Figura 3. 16. Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador (sulfato de aluminio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

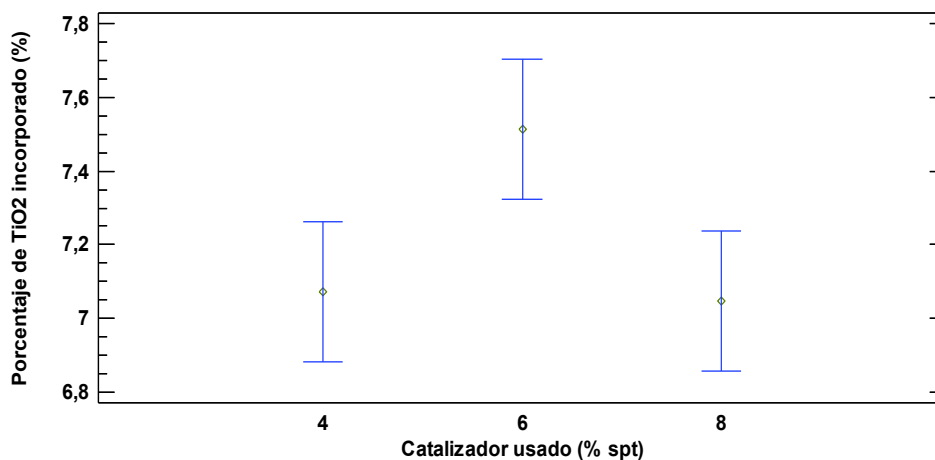


Figura 3. 17. Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador (bifosfato de sodio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

Posterior a la incorporación de las partículas de TiO_2 todas las telas fueron sometidas a lavado siguiendo los pasos explicados en la Sección 2.2. En la Figura 3.18 se observa que tanto para el sulfato de aluminio como para el bifosfato de sodio, el porcentaje de retención de las partículas de TiO_2 sigue la misma tendencia antes vista en la Figura 3.15 en el porcentaje de incorporación de TiO_2 , ya que a una concentración de 6 % spt del catalizador presenta mayor porcentaje

de retención. Este comportamiento se debe a que existen partículas de TiO_2 que no se unieron electrostáticamente al grupo carboxílico libre del ácido succínico del algodón reticulado o se unen a su vez al ácido succínico que no reaccionó y sigue presente en las telas, por tanto quedan superficialmente en las fibras, por ello al momento de la realización del lavado las partículas salen con facilidad.

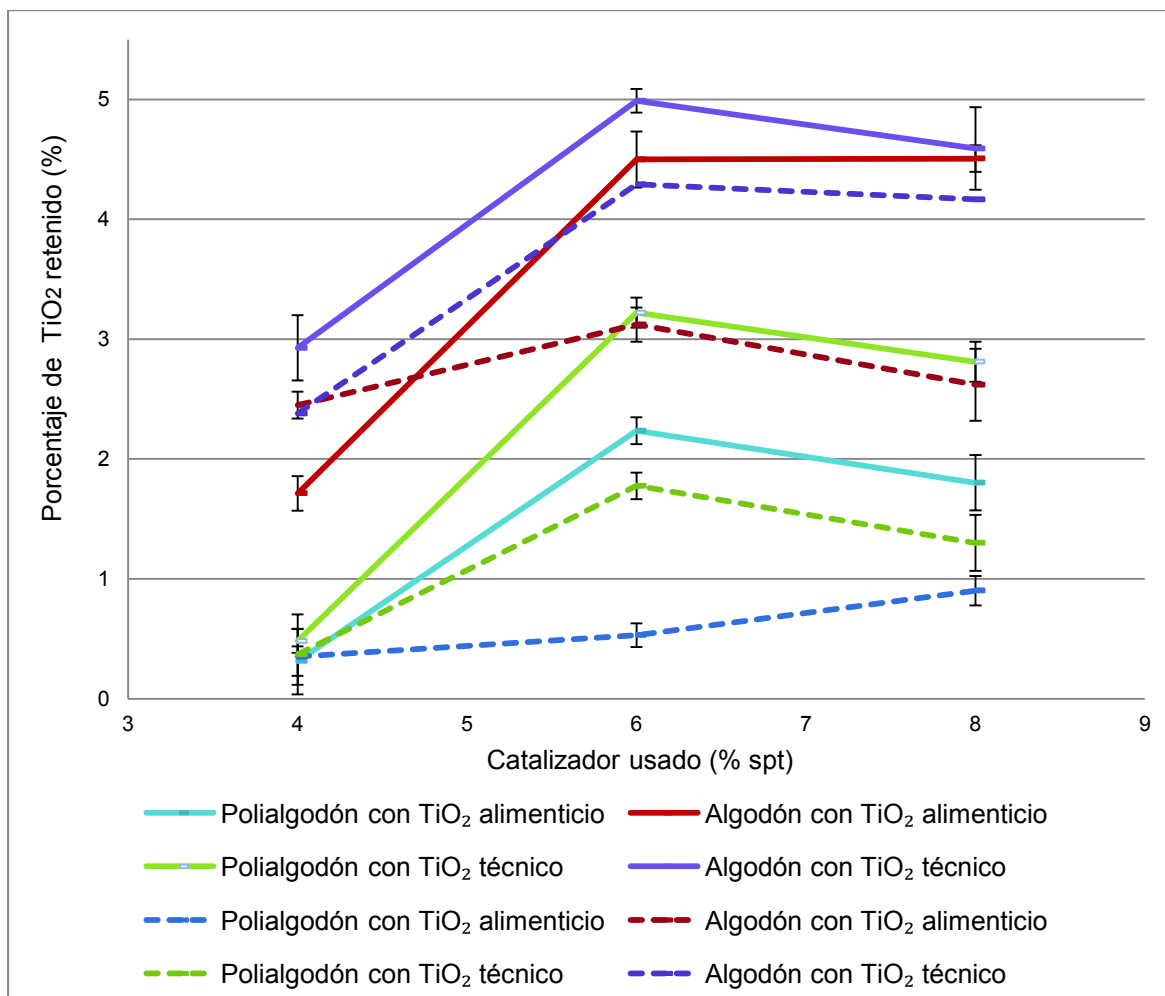


Figura 3. 18. Porcentaje de retención de TiO_2 en telas de algodón 100 % y polialgodón catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas), bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 6 % spt ácido succínico y 1 g/L TiO_2 en el baño

En la Figura 3.18 se muestra también que el algodón tiene un mayor porcentaje de retención. Según lo mencionado por Xu y Li (2000), el ácido carboxílico se queda en las fibras de algodón en tres formas: como enlace éster, como ácido carboxílico o como anión carboxilato. Cuando predomina el enlace éster la retención de las partículas de TiO_2 es mayor (p. 591). Pero cuando se tiene en las

telas ácido carboxílico o anión carboxilato, las partículas de TiO_2 migran con facilidad del material textil. Otros estudios como el de Montazer, Lessan y Moghadam (2010), asegura que las nano partículas de TiO_2 tienen excelentes propiedades de adhesión en el algodón reticulado esto se lo puede atribuir a su tamaño (p. 801). Mientras que en el presente trabajo a pesar de que se utilizaron partículas de TiO_2 de mayor tamaño (d_{80} de 0,9 y 1,0 μm) la presencia de un porcentaje de retención de las partículas de TiO_2 en las telas cuando se realiza el pretratamiento sugiere que podrían estar formándose los enlaces éster del ácido succínico con los grupos hidroxilo de la celulosa del algodón ya que en ensayos preliminares especificados en la Sección 3.1.2.3 después del lavado se desprendieron todas las partículas de TiO_2 de las muestras. Por esta razón en la tela de algodón 100 % se tiene mayor presencia de los enlaces éster con el ácido succínico, mientras que en la tela de polialgodón al tener 35 % de algodón en su composición tiene menor cantidad de enlaces éster con el ácido succínico. Otra razón para que las partículas de TiO_2 sean retenidas en mayor cantidad por el algodón es que en esta fibra textil las partículas se ubican en zonas reservadas como los surcos y convoluciones de la fibra lo cual hace que las partículas sean menos vulnerables al momento del lavado.

En las Figuras 3.19 y 3.20 se muestra el análisis de medias correspondiente al porcentaje de retención de TiO_2 de los dos catalizadores usados.

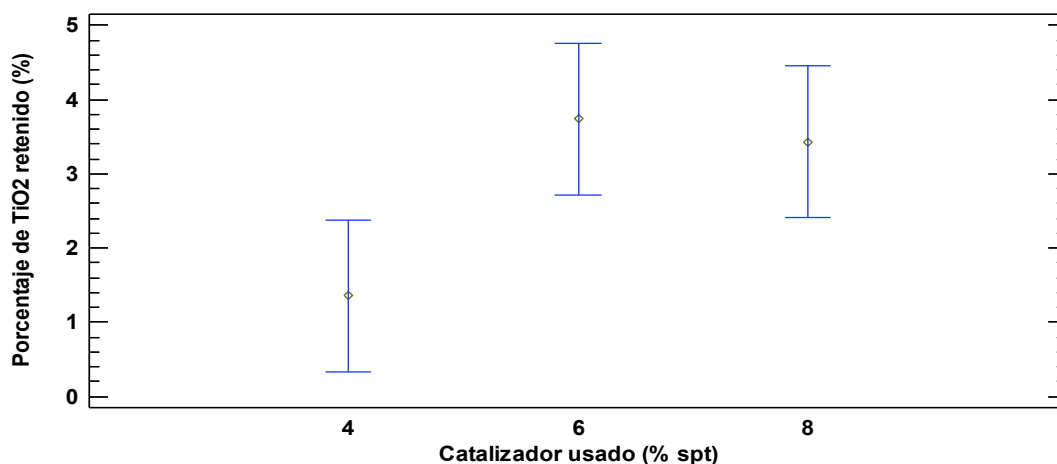


Figura 3. 19. Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador (sulfato de aluminio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1g/L de TiO_2

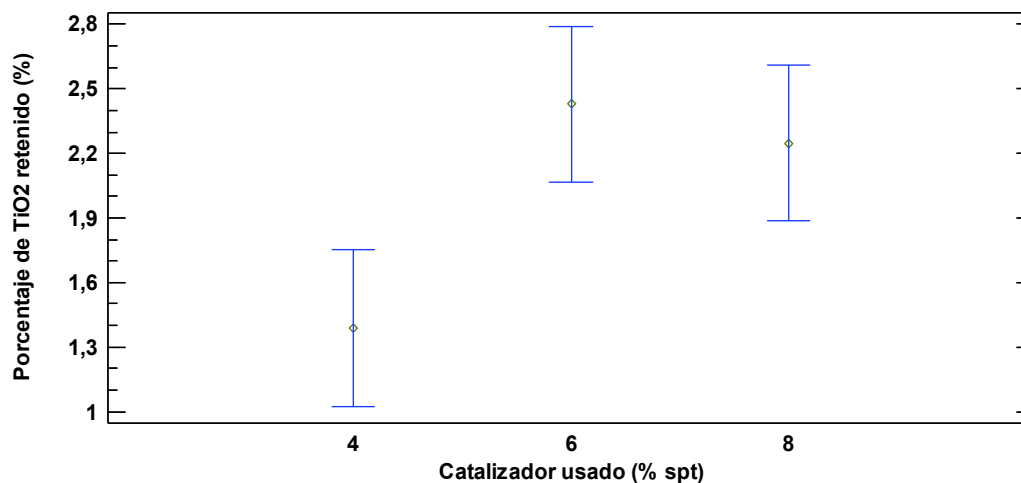


Figura 3. 20. Gráfica de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador (bifosfato de sodio 4, 6, 8 % spt) y 6 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

En las Figuras 3.19 y 3.20 se observa que existe una diferencia significativa entre las concentraciones de 4 % y 6% spt de catalizador usado, mientras que el solapamiento de las barras de error con las concentraciones de 6 y 8 % spt de catalizador determina que no existe diferencia significativa entre estas.

Para los catalizadores usados de sulfato de aluminio y bifosfato de sodio, se eligió la concentración de 6 % spt para seguir con la experimentación, ya que en esta concentración se tiene un valor máximo de retención de las partículas de TiO_2 , a pesar que para el sulfato de aluminio el porcentaje de incorporación de TiO_2 no se tiene una diferencia significativa entre las diferentes concentraciones de catalizador, al realizar el lavado y obtener el porcentaje de retención de las partículas de TiO_2 en las telas de algodón 100 % y polialgodón, ambos catalizadores presentaron una diferencia significativa entre las concentraciones de 6 %, con respecto a las concentraciones de 4 y 8% spt de catalizador utilizadas.

3.2.2 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE CONCENTRACIÓN DE ÁCIDO SUCCÍNICO EN LA PERMANENCIA DEL TiO₂ INCORPORADO POR AGOTAMIENTO CON PRETRATAMIENTO DE LAS TELAS

Para el estudio del efecto de la variación de concentración de ácido succínico en el porcentaje de retención de TiO₂ incorporado por el método por agotamiento con pretratamiento de la tela, como se observa en la Figura 3.21, en primera instancia se variaron las concentraciones del ácido succínico, usando valores de 4, 6 y 8% spt, manteniendo constante 6 % spt tanto para el sulfato de aluminio como para el bifosfato de sodio (catalizadores utilizados para el pretratamiento de la tela), pero al observar que los resultados del porcentaje de incorporación y retención de TiO₂ mostraban una tendencia ascendente, se decidió incrementar el rango de concentraciones de estudio hasta las concentraciones de 10 y 12% spt de ácido succínico. En la Figura 3.21, las líneas continuas denotan el uso de sulfato de aluminio, mientras que las líneas entrecortadas muestran el uso del bifosfato de sodio.

Según estudios realizados por Xu y Li (2000), en tejidos de algodón 100 % cuando la concentración del ácido carboxílico es inferior al 10 % spt, la ganancia de peso del tejido aumenta de manera lineal a medida que aumenta la concentración del ácido carboxílico. En concentraciones bajas de ácido carboxílico reacciona casi en su totalidad, mientras que a concentraciones mayores al 10 % la ganancia de peso es lenta, es decir la reticulación entre el ácido carboxílico y los grupos hidroxilo de la celulosa del algodón es pobre. Por lo tanto no habrá suficientes grupos carboxílicos libres para que se unan al TiO₂ electrostáticamente (p. 598).

En la Figura 3.21 se muestra que al igual que en el estudio de Xu y Li (2000), para todos los casos mientras aumenta la concentración de ácido succínico, se incrementa también el porcentaje de incorporación, pero al llegar a la concentración de 8 % (sulfato de aluminio) y 10 % spt (bifosfato de sodio) de ácido succínico se da el máximo porcentaje de incorporación de TiO₂. Para concentraciones mayores a 10 % spt del ácido succínico el valor de la

incorporación de TiO_2 es menor al máximo alcanzado. Esto se debe que a mayor concentración de ácido succínico, cada grupo carboxílico compite en la reacción por los grupos hidroxilos disponibles de la celulosa del algodón, por tanto algunos grupos carboxilo no logran esterificarse con los grupos hidroxilo del algodón. Por ello existe menor cantidad disponible de grupos carboxilos a los que se puedan unir electrostáticamente las partículas de TiO_2 .

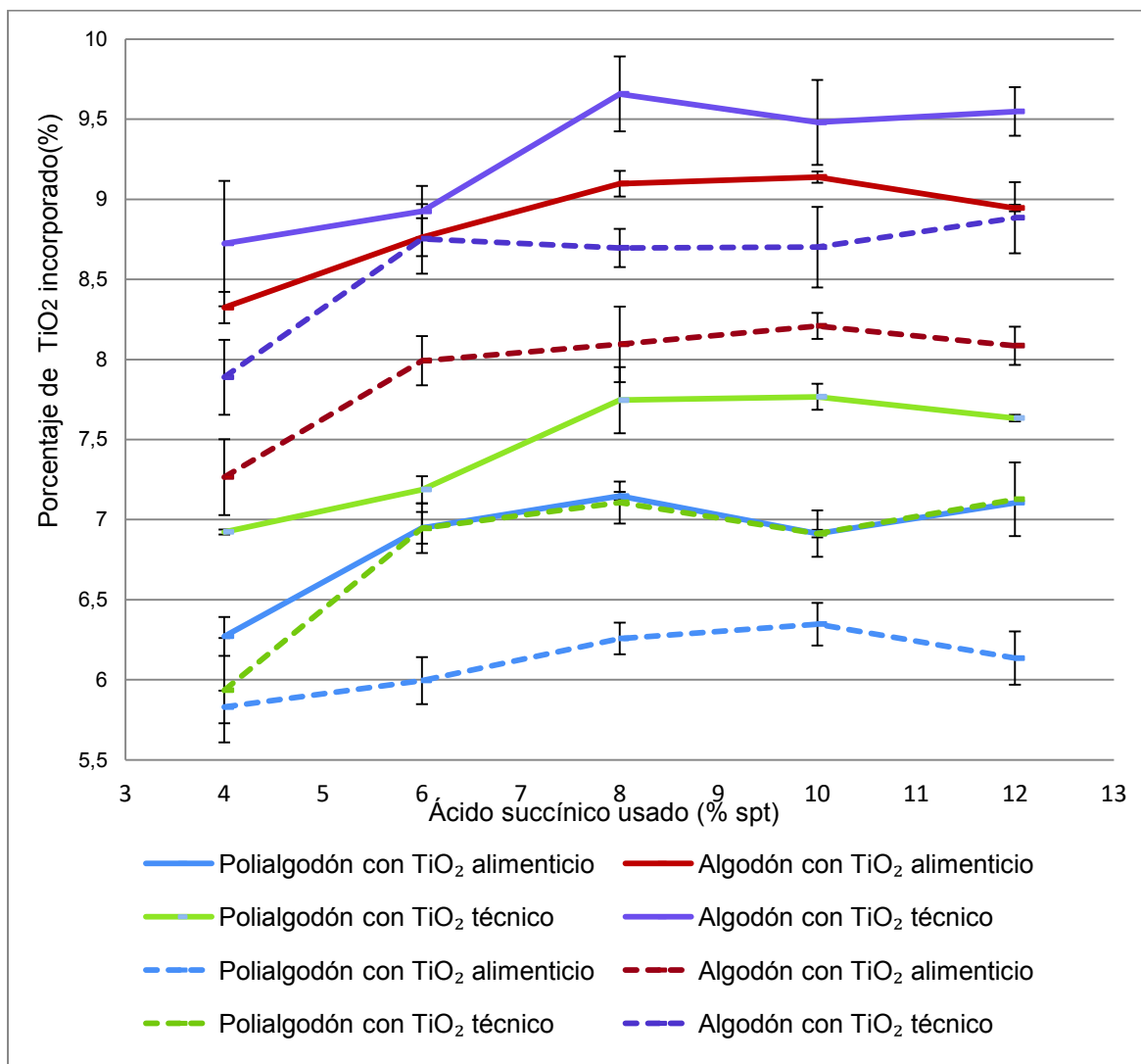


Figura 3. 21. Porcentaje de TiO_2 incorporado por pretratamiento sobre telas de algodón 100% y polialgodón con 6% catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

En las Figuras 3.22 y 3.23 se muestran los análisis de medias, revelando que cuando se usó el sulfato de aluminio como catalizador en el pretratamiento de la tela, no se tiene una diferencia significativa en el porcentaje de incorporación de

TiO₂ al utilizar las concentraciones de 4, 6, 8, 10, 12 % spt. Mientras que cuando se utilizó bifosfato de sodio como catalizador se observa que a una concentración de 4 % spt de ácido succínico, sí se obtiene una diferencia significativa en el porcentaje de incorporación de TiO₂ respecto a las concentraciones de 6, 8, 10 y 12 % spt de ácido succínico utilizado.

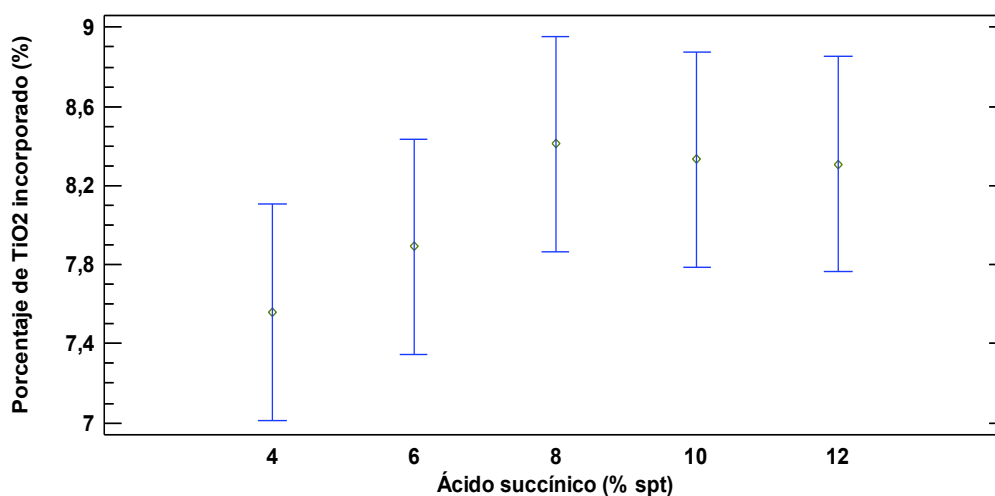


Figura 3. 22. Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO₂ con pre-tratamiento, catalizador sulfato de aluminio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO₂

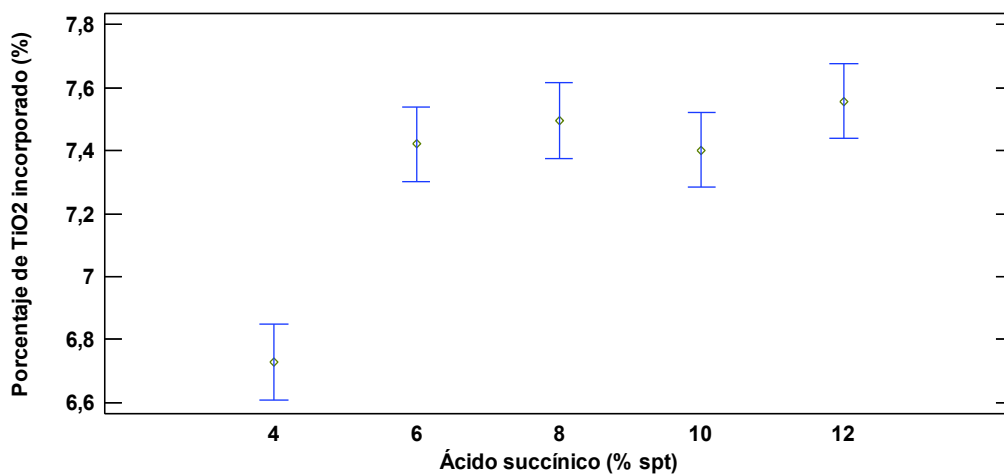


Figura 3. 23. Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de incorporación de TiO₂ con pre-tratamiento, catalizador bifosfato de sodio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO₂

De acuerdo a estos resultados en el caso del sulfato de aluminio se puede usar la concentración de 4 % spt de ácido succínico, mientras que para el uso del

bifosfato de sodio se podría usar 6 % spt de ácido succínico. Sin embargo, posterior a la incorporación de TiO_2 en las telas estas fueron sometidas a lavado usando el ensayo descrito en el la Sección 2.2 y se obtuvieron los resultados mostrados en la Figura 3.24.

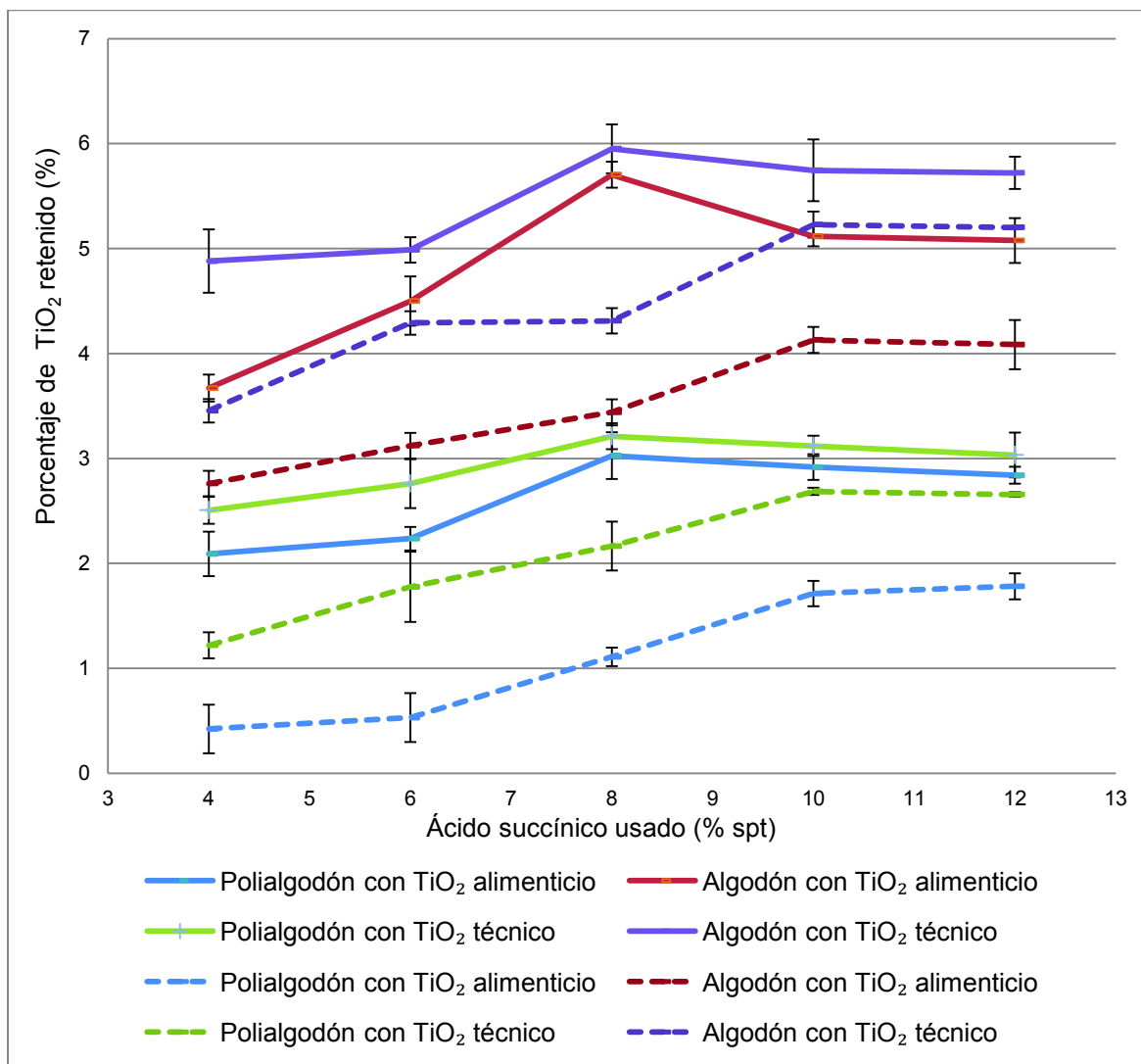


Figura 3. 24. Porcentaje de TiO_2 retenido por pretratamiento sobre telas de algodón 100 % y polialgodón con 6 % catalizador: sulfato de aluminio (líneas continuas) y bifosfato de sodio (líneas entrecortadas), 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

El porcentaje de retención del TiO_2 determinado sigue la misma tendencia que la Figura 3.21 respecto al porcentaje de TiO_2 incorporado. Además la tela de algodón 100 % siempre muestra un mayor porcentaje de retención de TiO_2 debido a que en ella existen más enlaces del ácido succínico con los grupos hidroxilo del algodón y esta interacción no la tiene el poliéster.

En la Figura 3.24 se observa que cuando se utilizó sulfato de aluminio y una concentración de 8 % de ácido succínico, se alcanzaron los valores máximos de porcentaje de retención de las partículas de TiO_2 . Mientras que cuando se utilizó el bifosfato de sodio se alcanzó un valor máximo de retención de TiO_2 al usar 10 % spt de ácido succínico.

Dichos resultados se verifican en las gráficas de análisis de media en mostrados en las Figuras 3.25 y 3.26.

Así, en la Figura 3.25 se observa que en el caso del sulfato de aluminio, una concentración de 8 % spt de ácido succínico produce una diferencia significativa en el porcentaje de TiO_2 retenido si se le compara con las concentraciones de 4 y 6 % spt de ácido succínico, mientras que a concentraciones mayores a 8 % spt de ácido succínico la diferencia no es significativa por lo tanto se seleccionó esta concentración como la adecuada. Por otro lado para el bifosfato de sodio se obtuvo que a la concentración de 10 % spt de ácido succínico se alcanza un mayor porcentaje de retención de TiO_2 y en esta concentración no se tiene una diferencia significativa respecto a la concentración de 12 % spt de ácido succínico, por lo tanto se eligió la concentración de 10 % spt de ácido succínico.

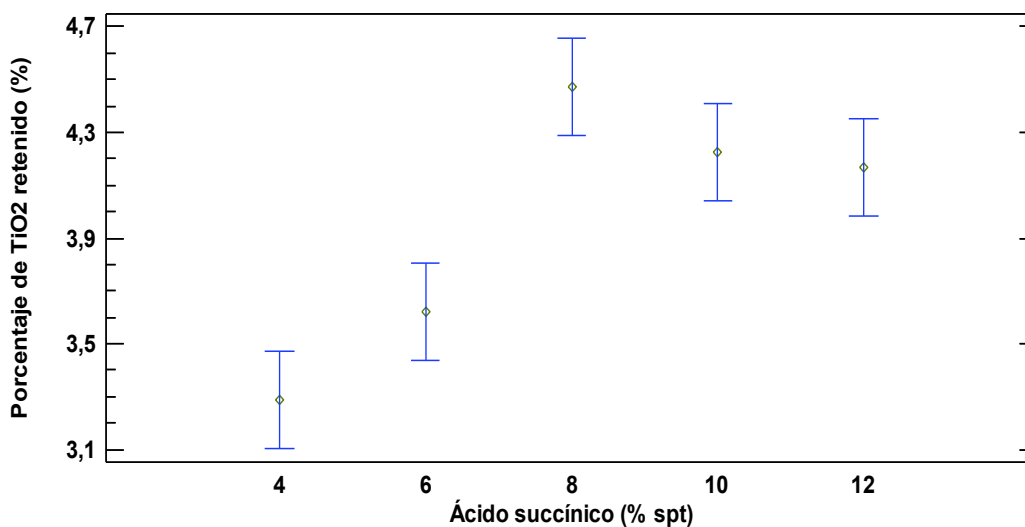


Figura 3. 25. Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO_2 con pre-tratamiento, catalizador sulfato de aluminio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO_2

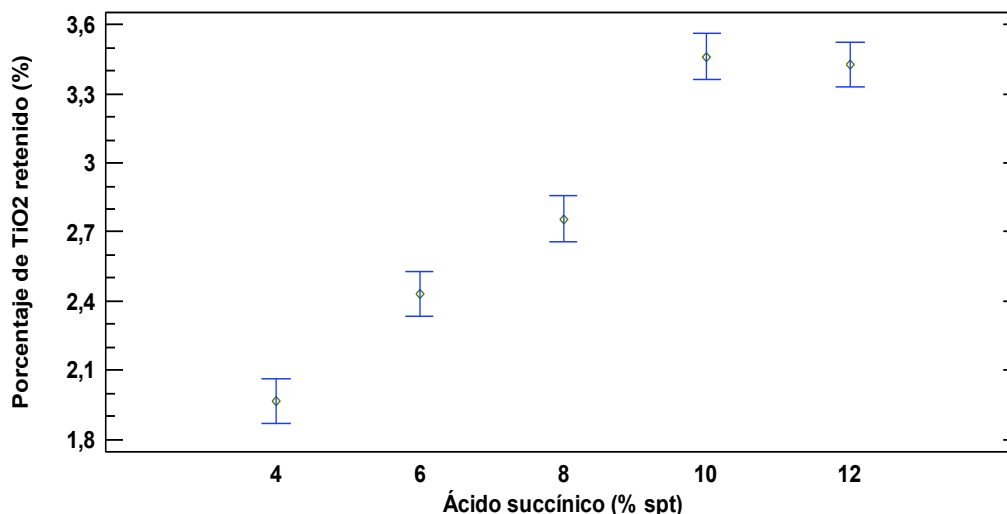


Figura 3. 26. Gráfico de medias y 95,0 % de Fisher LSD de porcentaje de retención de TiO₂ con pre-tratamiento, catalizador bifosfato de sodio 6 % spt y 4, 6, 8, 10, 12 % spt ácido succínico con 1 g/L de TiO₂

Las condiciones con las que se obtienen tanto mayor porcentaje de incorporación como de retención del TiO₂ son las siguientes:

- Si se usa como catalizador sulfato de aluminio: 6 % spt de catalizador y 8 % spt de ácido succínico.
- Si se usa como catalizador bifosfato de sodio: 6 % spt de catalizador y 10 % spt de ácido succínico.

Con las condiciones seleccionadas se realizó la incorporación de TiO₂ como se especifica en la Sección 2.1.3.1 y con dichas muestras se realizaron análisis en el microscopio electrónico de barrido, de la tela de algodón 100 % y polialgodón con un pretratamiento con 6 % spt de catalizador (sulfato de aluminio) y 8 % spt de ácido succínico para visualizar la distribución de las partículas de TiO₂ en las fibras de los hilos.

En las Figuras 3.27 y 3.28 se observa que tanto en las fibras de algodón 100 % como en las de polialgodón, el TiO₂ no se encuentra uniformemente distribuido, debido a la estructura irregular y las convoluciones que presenta la fibra de algodón. La tela de algodón 100% presenta una mayor cantidad de partículas de TiO₂ correspondiente a los resultados obtenidos con gravimetría. Además, las

partículas de TiO_2 se sitúan en mayor cantidad en la superficie más sobresaliente de la tela, es decir las partículas no ingresan entre las fibras de las telas. Lo cual favorece la propiedad autolimpiable ya que la luz UV irradia directamente a las partículas de TiO_2 dándose la reacción de oxidación.

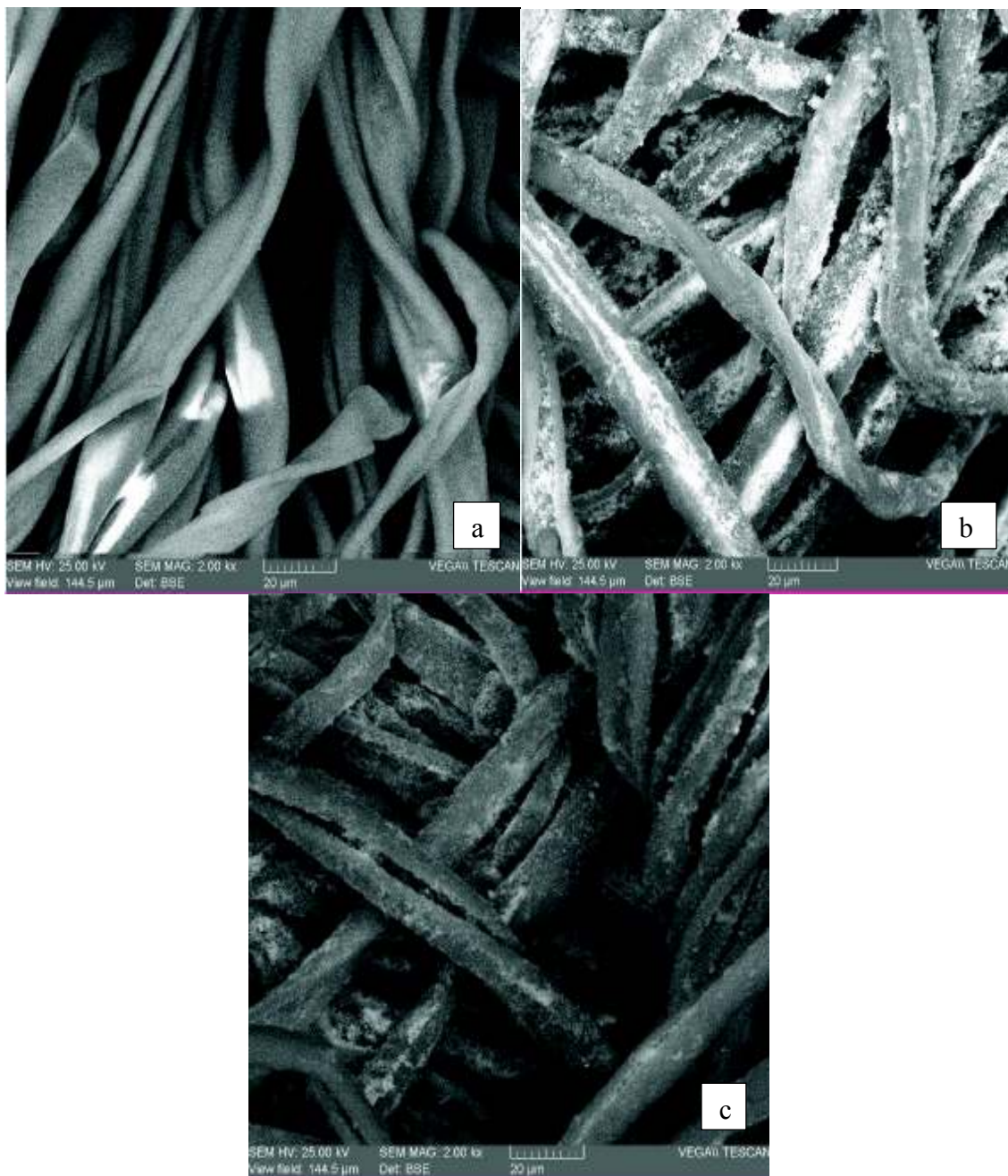


Figura 3.27. Imágenes SEM: a) Algodón 100%, b) Algodón 100% con TiO_2 técnico, c) Algodón 100% con TiO_2 alimenticio

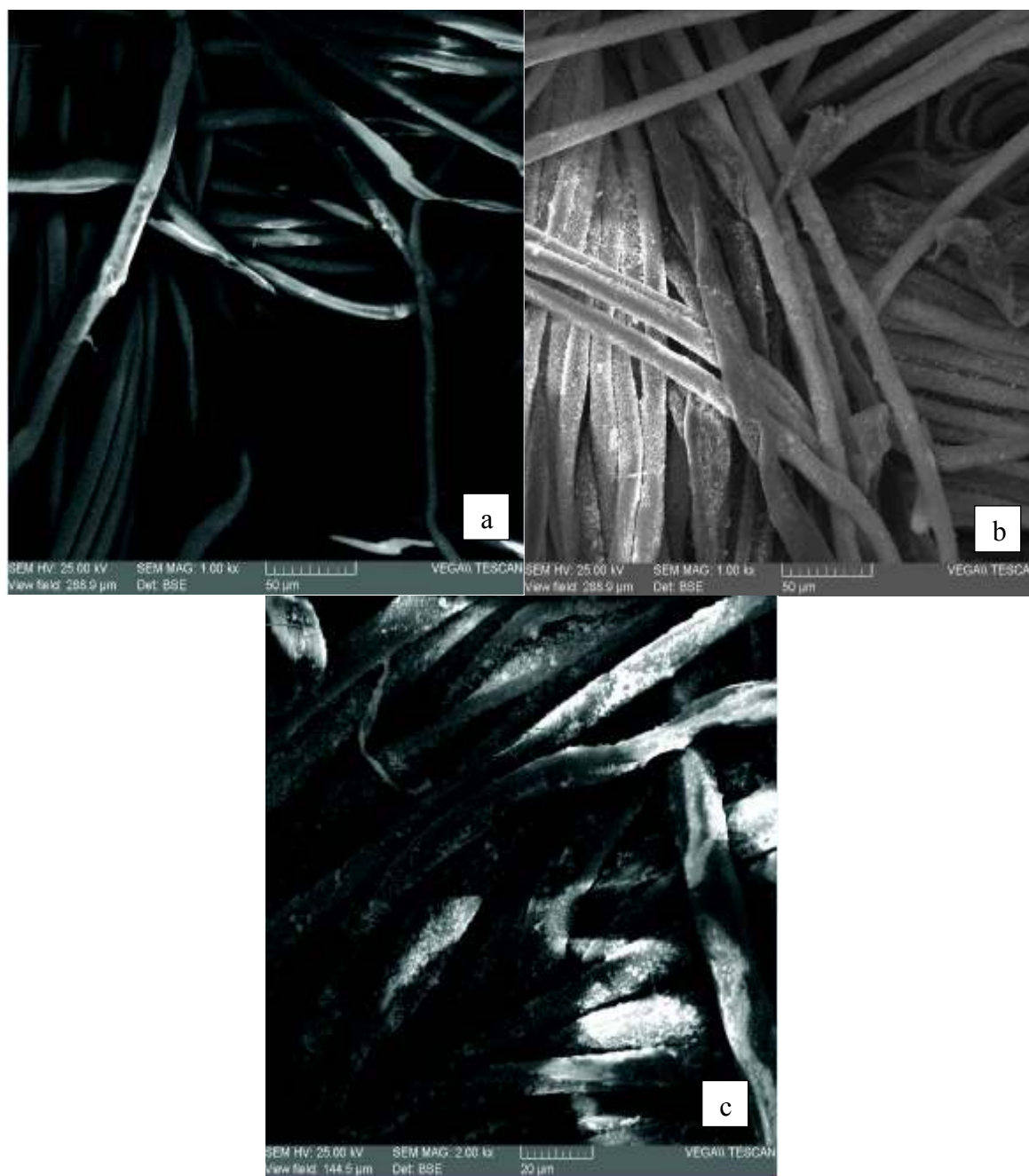


Figura 3. 28. Imágenes SEM: a) Polialgodón, b) Polialgodón con TiO_2 técnico, c) Polialgodón con TiO_2 alimenticio

Estudios realizados por Daoud y Xin (2004), obtienen una capa continua y uniforme de TiO_2 en algodón 100% debido a que en este se trabaja con nanopartículas de un tamaño aproximado de 20 nm (p. 27). Mientras que Karimi et al (2010) y Meilert et al (2005), aseguran que la irregularidad de la superficie del algodón hace imposible una distribución uniforme y homogénea de las partículas de TiO_2 (p. 1033) (p. 101).

En las Figuras 3.27 y 3.28 también se puede observar que las partículas de TiO_2 técnico se encuentran en mayor cantidad que las de TiO_2 alimenticio, además en la tela de algodón 100 % las partículas de dióxido de titanio se encuentran aglomeradas en los surcos de las fibras, lo que concuerda con la explicación que el TiO_2 técnico se incorpora en mayor cantidad debido a la mala dispersión de estas partículas en el baño de incorporación.

3.3 EVALUACIÓN DE LA PROPIEDAD AUTOLIMPIABLE DE LAS TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO INCORPORADO CON LAS MEJORES CONDICIONES DETERMINADAS

Para evaluar la propiedad autolimpiable se utilizó el procedimiento descrito en la Sección 2.3. Las condiciones de incorporación utilizadas fueron:

- Pretratamiento A: sulfato de aluminio (catalizador) 6 % spt y 8 % spt de ácido succínico.
- Pretratamiento B: bifosfato de sodio (catalizador) 6 % spt y 10 % spt ácido succínico.

Al momento de manchar las telas se observó que ellas tenían características hidrófobas que es lo visto también en estudios como el de Zhang et al (2012) y Qi et al (2006), por lo que las manchas en la superficie son de menor área y de color más intenso al que se obtuvo originalmente sobre la tela sin TiO_2 .

La propiedad autolimpiable se evaluó con la ayuda de una escala de valoración la cual se la elaboró como se explica en el numeral 2.3. En la Figura 3.29 se muestra un ejemplo de las escalas de valoración, en donde el valor de 1 comprende a una concentración de 1 g/L de solución de café y el valor de 7 a una mancha de 6,6 g/L de solución de café, es decir, corresponde a la mancha inicial antes de exponer a las muestras a la radiación UV ($\lambda=340 \text{ nm}$, $I=0,41 \text{ W/m}^2$). En el Anexo XV se observan todas las escalas de valoración utilizadas.

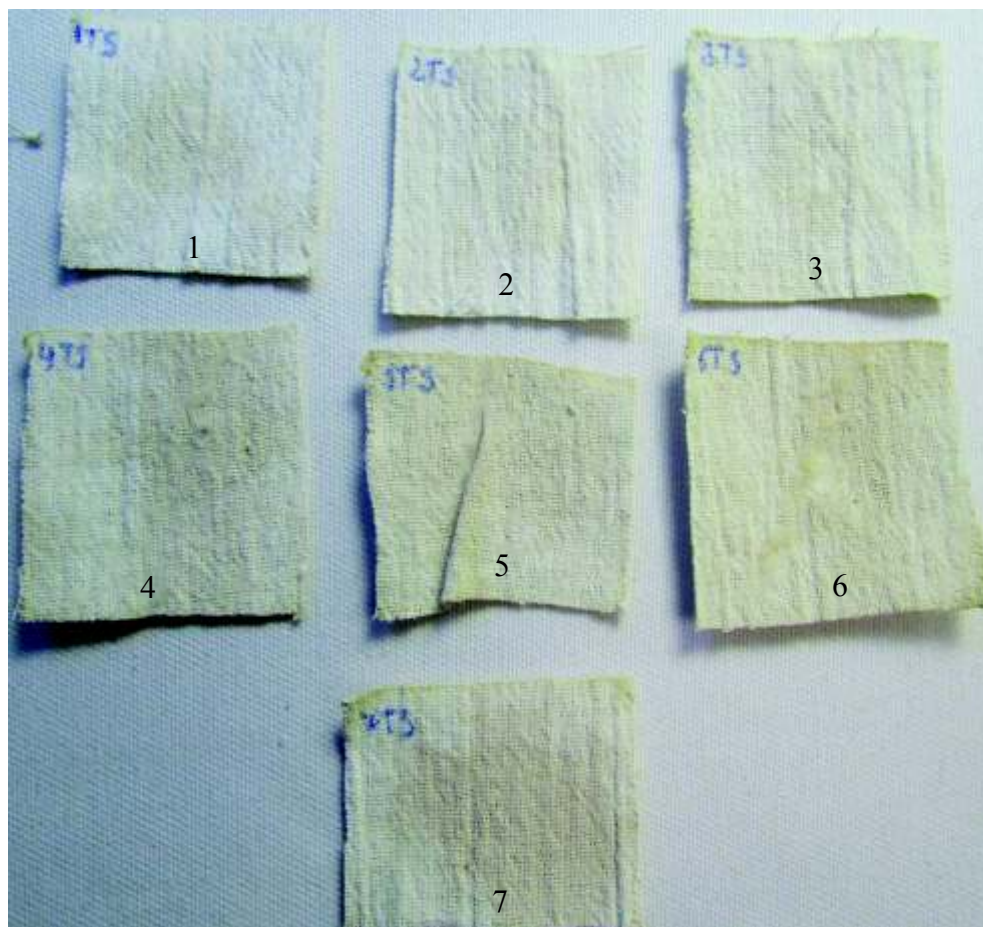


Figura 3. 29. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Algodón 100% con TiO_2 alimenticio

En la Tabla 3.4 se visualizan los valores obtenidos de pérdida de color de la mancha, en las 6 primeras horas se tiene para la tela de algodón 100 % una disminución de la mancha a un valor de 3 para TiO_2 alimenticio, mientras que para el TiO_2 técnico se tiene una disminución de la mancha a un valor igual a 4. Valores similares a los alcanzados para la tela de polialgodón. Es decir que a pesar de que con el TiO_2 técnico se obtiene un mayor porcentaje de incorporación de TiO_2 , se obtienen mejores resultados con el TiO_2 alimenticio en todos los tiempos de exposición. En el estudio de Karimi y Mirjalili (2010), se observa algo similar a lo obtenido ya que cuando el TiO_2 incorporado en una tela de algodón 100% se somete a irradiación ultravioleta, este muestra la propiedad de autolimpieza ya que disminuye la intensidad de su mancha. Estudios previos han revelado que la anatasa TiO_2 produce principalmente peróxido de hidrógeno, mientras que el TiO_2 rutilo produce un radical superóxido del oxígeno (p. 1030).

Otros estudios como el de Qi et al (2006), Montazer y Seifollahzahed (2011), afirman que entre las diferentes fases de cristalización del TiO_2 , la cristalización anatasa obtiene un mejor rendimiento en cuanto a la propiedad autolimpiable (p. 4567) (p. 877).

Tabla 3. 4. Resultados de desmanchado con respecto al tiempo del algodón 100 % y polialgodón $\lambda=340\text{nm}$, $I=0,41 \text{ W/m}^2$

Catalizador usado	Tiempo de exposición (horas)	Valor final en escala de valoración luego del tiempo de exposición			
		Algodón 100 %		Polialgodón	
		TiO_2 Alimenticio	TiO_2 Técnico	TiO_2 Alimenticio	TiO_2 Técnico
Sulfato de aluminio	6	3	4	3	4
	12	2	3	1	3
	24	<1	1	<1	1
Bifosfato de sodio	6	3	4	3	5
	12	2	3	2	3
	24	<1	1	<1	1

A las 12 horas se observa que para la tela de algodón 100 % existe una disminución de la mancha a un valor de 2 con el TiO_2 alimenticio, mientras que se tiene una reducción de un valor igual a 3 para el TiO_2 técnico. Para la tela de polialgodón el porcentaje de disminución del TiO_2 alimenticio alcanza un valor de 1. En el estudio de Qi et al (2006), después de 8 horas de exposición alcanza una decoloración significativa de la mancha en las fibras de algodón 100 % (p. 4573), mientras que en el estudio de Gupta et al (2007), se tiene una decoloración significativa luego de 12 horas, pasadas las 12 horas ya no se tiene una velocidad de decoloración rápida (p. 6).

Como se puede observar en las Figuras 3.30 y 3.31 después de 24 horas de irradiación, las muestras aun presentan mancha de café, sin embargo alcanzan valores de 1 y menores que 1 en la escala de valoración de las manchas de solución de café.



Figura 3. 30. Parte superior. Telas expuestas 24 horas de irradiación UV en la cámara de xenón. Parte inferior. Escala de valoración con valor de 7 de la macha de solución de café

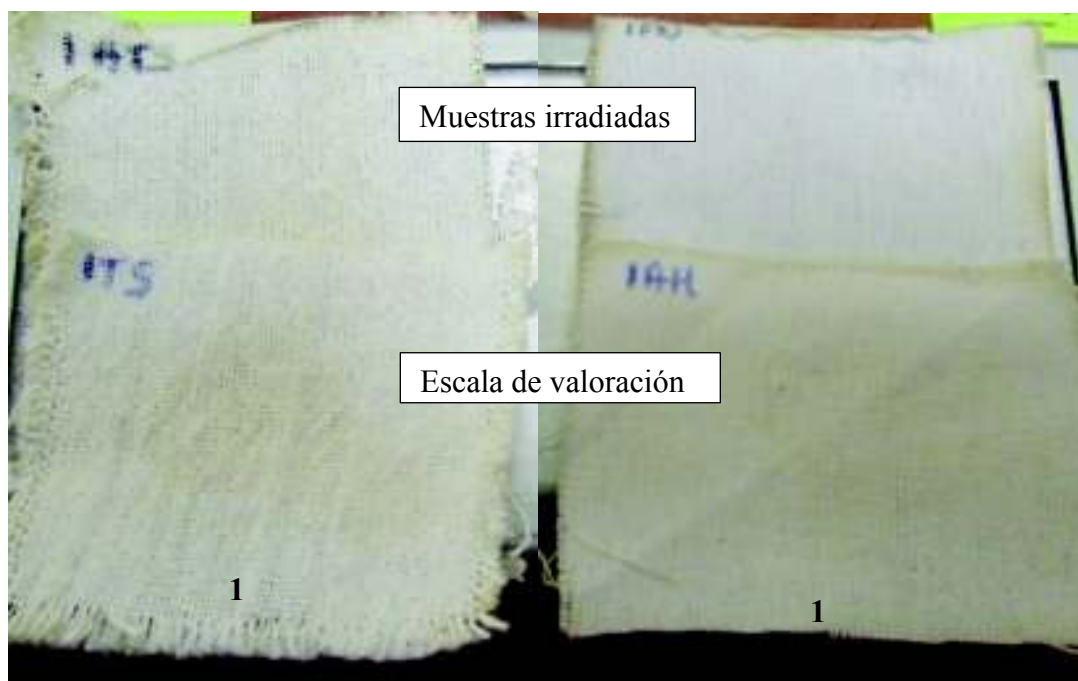


Figura 3. 31. Parte superior. Telas expuestas 24 horas de irradiación UV en la cámara de xenón. Parte inferior. Escala de valoración con valor de 1 de la macha de solución de café

En el estudio de Qi et al (2006), en tejidos de algodón 100 % que fueron sometidos a manchas de café y vino tinto, se observó una decoloración completa

después de 20 horas de irradiación de luz (p 4573), en este caso no se observa una decoloración completa debido a que no se usan nano partículas, las cuales tienen una mayor área superficial lo que favorece la producción de especies activas de oxígeno. Las propiedades fotocatalíticas de las partículas son superiores mientras menor tamaño presentan. Lo mencionado se puede observar en el estudio de Gupta et al (2007) en el que se trabaja con tamaños de partícula menores a 10nm y este fue capaz de mostrar mayor actividad fotocatalítica que una muestra comercial con un mayor tamaño de partícula (menor a 25 nm) (p.p. 8-9).

En el estudio realizado por Cernutu, Rusconi, Masciocchi y Guagliardi (2012), se utilizó poliéster al que se incorporó TiO_2 y alrededor de los 100 minutos de exposición a los rayos UV se observó una eliminación total de la mancha, mientras que para la tela de algodón 100% se tiene una eliminación completa aproximadamente 3 horas luego de la exposición (p. 56), este suceso se debe a que en dicho experimento se utiliza la técnica sol-gel para la obtención e incorporación de las nanopartículas y su distribución es más uniforme. Según Bedford y Steckl (2010), se observa que si existe una mayor uniformidad de TiO_2 a lo largo de la fibras de algodón se tiene una mejor propiedad autolimpiable (p. 2453).

Las variaciones del tiempo de exposición requerido para decolorar la mancha dependen del tamaño de partícula que se usa, del tipo de cristalización del TiO_2 y si el TiO_2 se encuentra solo o está acompañado por algún óxido metálico o metal, así en el estudio de Yuranova, Mosteo, Bandara, Laub, Kiwi (2005) el TiO_2 se encuentra con una capa pequeña de SiO_2 y después de 24 horas de exposición se produce una decoloración total de la mancha.

En el presente trabajo si bien se pudo apreciar que las partículas de TiO_2 no se distribuyeron uniformemente, estas sí se encuentran a lo largo del tejido en la superficie más sobresaliente, lo cual permite que la irradiación sea directa a las partículas y gracias a esta exista la degradación superficial de la mancha de café.

Si bien no se llega a eliminar completamente la mancha de café, las telas tanto de poliéster como de algodón 100% sí presentaron la propiedad autolimpiable debido a la presencia del dióxido de titanio en su superficie, lo cual no se observó al someter a las telas sin TiO_2 a la misma prueba. En este caso, luego de la exposición de las telas irradiadas a 6, 12 y 24 horas, la mancha no disminuye su color, sino que incluso se oscurece a un más.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

- En el método de incorporación por agotamiento mientras incrementa la concentración de dióxido de titanio en el baño aumentaba también el porcentaje de incorporación del mismo, sin embargo el porcentaje de dióxido de titanio residual también incrementaba convirtiéndose en una carga contaminante y un desperdicio de reactivo.
- El pretratamiento de la tela, ya sea en el método por agotamiento o por impregnación, permitieron alcanzar valores mayores de incorporación de TiO_2 a los obtenidos cuando se usa ligante acrílico.
- En todos los procesos realizados se observó una misma tendencia, en la que el TiO_2 técnico alcanzó mayor porcentaje de incorporación que el TiO_2 alimenticio. Además la tela de algodón 100 % presentó mayor porcentaje de incorporación que la tela de polialgodón.
- El método de incorporación por agotamiento con tratamiento previo presenta los mayores porcentajes de incorporación de dióxido de titanio alimenticio y técnico, tanto para la tela de algodón 100 % como para la tela de polialgodón.
- Los máximos porcentajes de incorporación y retención tanto en las telas de algodón 100% como en la de polialgodón se alcanzaron al usar pretratamiento bajo las siguientes condiciones:
 - ✓ 6 % spt de sulfato de aluminio como catalizador, 8 % spt de ácido succínico y 1 g/L de TiO_2 .
 - ✓ 6 % spto de bifosfato de sodio como catalizador, 10 % spt de ácido succínico, 1 g/L de TiO_2 .

- Las telas de algodón 100 % y polialgodón mostraron la propiedad autolimpiable. A mayor tiempo de exposición, mayor fue esta propiedad autolimpiable disminuyendo de un valor de manchado de 7 hasta un valor de 1 (TiO_2 técnico), menor que 1 (TiO_2 alimenticio) luego de 24 horas.
- El TiO_2 alimenticio presenta mayor propiedad de autolimpieza a pesar de alcanzar un menor porcentaje de incorporación sobre las telas en comparación al que presenta el TiO_2 técnico.

4.2 RECOMENDACIONES

- Analizar la reflectancia de radiación UV de las telas con TiO_2 incorporado ya que el dióxido de titanio presenta buenas propiedades de absorción de rayos ultravioleta los cuales pueden ser dañinos para los humanos.
- Estudiar la incorporación de otro tipo de óxidos semiconductores solos o combinados con TiO_2 , ya que óxidos metálicos como el óxido de zinc también presentan propiedades fotocatalíticas.
- Evaluar la influencia de las partículas incorporadas en la tela con otras propiedades de la tela como resistencia al desgarre y resistencia a las arrugas.
- Realizar estudios sobre otro tipo de fibras textiles como: lana, acrílico, así como otro tipo de tejidos para determinar la influencia en la incorporación de las partículas de dióxido de titanio en sus propiedades autolimpiables.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AATCC. (1997). Technical Manual of the American Association of Textile Chemists and Colorist. (1ra. ed). Rosewood, Estados Unidos: American Association of Textile Chemists and Colorists.
2. Abidi, N., Cabrales, L., Hequet, E. (2009). Functionalization of a Cotton Fabric Surface with Titania Nanosols: Applications for Self-Cleaning and UV-Protection Properties. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 1(10), 2141-2146. doi: 10.1021/am900315t.
3. Amenós, F. (1997). *Proycción de hilos*. (1ra. ed). Barcelona, España: Univ. Politèc. de Catalunya.
4. Bedford, N. y Steckl, A. (2010). Photocatalytic Self Cleaning Textile Fibers by Coaxial Electrospinning. *ACS Applied Materials & Interfaces*. 2(8), 2448-2455. doi: 10.1021/am1005089.
5. Bozzi, A., Yuranova, Guasaquillo, I., Laub, D. y Kiwi, J. (2005). Self-cleaning of modified cotton textiles by TiO₂ at low temperatures under daylight irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 174(2), 156-164. doi: 10.1016/j.jphotochem.2005.03.019.
6. Cegarra, J. Puente, P. y Valdeperas, J. (1981). *Fundamentos científicos y aplicados de la tintura de materias textiles*. (1ra. ed). Barcelona, España: Universidad Politécnica.
7. Cernutu, G., Rusconi, F. Masciocchi, N., Guagliardi, A. (2012). Nanotecnologie per l'industria tessile. *La chimica & L'industria*. 4(52), 52-57.

8. CIRFS (2016). "Polyester". Recuperado de: <http://www.cirfs.org/manmadefibres/fibrerange/Polyester.aspx> (Abril, 2017).
9. COATS (2017). "Todo sobre fibras textiles". Recuperado de: http://www.coatsindustrial.com/es/images/Know_About_Textile_Fibres_tcm62-9073.pdf (Mayo, 2017).
10. Coma, V., Sebti, I., Pardon, P., Pichavant, F. y Deschamps, A. (2003). Film properties from crosslinking of cellulosic derivatives with a polyfunctional carboxylic acid. *Carbohydrate polymers*. 51(3), 265-271. doi: 10.1016/S0144-8617(02)00191-1.
11. Daoud, W. y Xin, J. (2004). Low temperature sol-gel processed photocatalytic titania coating. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 29(1), 25-29. doi: 10.1023/B:JSST.0000016134.19752.b4.
12. Daoud, W., Xin, J. y Zhang. (2005). Surface functionalization of cellulose fibers with titanium dioxide nanoparticles and their combined bactericidal activities. *Surface Science*, 599(1-3), 69-75. doi: 10.1016/j.susc.2005.09.038.
13. Dastjerdi, R. y Montazer, M. (2010). A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 79(1), 5-18. doi: 10.1016/j.colsurfb.2010.03.029.
14. Díaz, R. (2013). Microbiología textil. Modificación Biocatalítica de poliéster. Recuperado de: <http://www.ai.org.mx/ai/archivos/coloquios/3/Microbiologia%20Textil.pdf>. (Junio, 2017).

15. Fangeiro, D., Lacerda, C. y Vila, N. (2011). Estudio de métodos de aproximación y el uso de analogías con el desarrollo de textiles biomiméticos. Recuperado de: <http://repositorium.sdum.uminho.pt/handle/1822/15717> (Junio, 2017).
16. Francés, L. (2008). Evaluación de la adhesión y permanencia de microcápsulas sobre tejidos de algodón. (Tesis pregrado en Ingeniería Textil y papelera). Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, España.
17. Francés, L. (2013). Evaluación de las variables que intervienen en el proceso de aplicación de micro cápsulas a estructuras textiles. (Disertación Doctoral). Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, España.
18. Fujishima, A., Rao, T., Tryk, D. (2000). Titanium dioxide photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 1(1), 1-21. doi: 10.1016/S1389-5567(00)00002-2.
19. Giraldo, F. (2015). *Manual técnico textil*. (4ta. ed). Medellín, Colombia: Jhon Fabio Giraldo.
20. Gordon, S. y Hsieh, Y. (2007). *Cotton: Science and Technology*. (1ra. ed). Cambridge, England: CRC Press.
21. Gupta, K., Jassal, M. y Agrawal, A. (2007). Functional finishing of cotton using titanium dioxide and zinc oxide nanoparticles. *Research Journal of Textile and Apparel*, 11(3), 1-10. doi: 10.1108/RJTA-11-03-2007-B001.
22. Haresh, S. (2009). Textiles poliméricos. Recuperado de: http://sanjanasadhvani.weebly.com/uploads/1/0/6/4/10643581/textiles_polimericosx.pdf (Junio, 2017)

23. Horrocks, A. y Anand, S. (2000). *Handbook of technical textiles*. (1ra. ed.). Cambrige, Inglaterra: CRC.
24. Ibhaddon, A., y Fitzpatrick, P. (2013). Heterogeneous photocatalysis: recent advances and applications. *Catalysts*. 3(1), 189-218. doi: 10.3390/catal3010189.
25. Kakuma, Y. Nosaka, A. y Nosaka, Y. (2015). Difference in TiO₂ photocatalytic mechanism between rutile and anatase studied by the detection of active oxygen and surface species in water. *Physical Chemistry Chemical Physics*. 17(1), 1-8. doi: 10.1039/C5CP02004B.
26. Kamath, M., Dahiya, A., Hegde, R. (2004). Chemical blinding. Recuperado de: <http://docshare04.docshare.tips/files/19125/191256776.pdf>. (Junio, 2017).
27. Karimi, L., Mirjalili, M., Yazdanshenas, M. y Nazari, A. (2010). Effect of Nano TiO₂ on Self-cleaning Property of Cross-linking Cotton Fabric with Succinic Acid Under UV Irradiation. *Photochemistry and Photobiology*. 86(1), 1030-1037. doi: 10.1111/j.1751-1097.2010.00756.x.
28. Lau, K., Bico, J., Teo, K., Chhowalla, M., Amaratunga, G., Milne, W., McKinley, G., Gleason, K. (2003). *Superhydrobic Carbon Nanotube Forests*. *Nanoletters*, 3(12), 1701-1705. doi: 10.1021/nl034704t.
29. Lockuán, F. (2012). Industria Textil y su control de calidad. Recuperado de: https://issuu.com/fidel_lockuan/docs/v._la_industria_textil_y_su_ontrol_de_calidad. (Junio, 2017)

30. Maharzan, C. (2013). "TPE le coton et le polyester face aux defis environnementaux. Recuperado de: <https://tpefibrestextiles.wordpress.com/le-coton-et-le-polyester-deux-fibres/>. (Febrero, 2017).
31. Mancini, S. y López, G. (2013). Persistencia del efecto bacteriostático de nanoplata aplicada a textiles sintéticos sometidos a múltiples lavados. 13er Congreso Internacional en Ciencia y Tecnología de Metalurgia y Materiales, Santa Fe, Argentina. doi: 10.13140/2.1.1622.6569.
32. Meilert, K., Laub, D. y Kiwi, J. (2005). Photocatalytic self-cleaning of modified cotton textiles by TiO₂ clusters attached by chemical spacers. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 237(1), 101-108. doi: 10.1016/j.molcata.2005.03.040
33. Mirjalili, M., Karimi, L. (2011). Photocatalytic degradation of synthesized colorant stains on cotton fabric coated with nano-TiO₂. *Journal of Fiber Bioengineering and Inforatics*. 3(4), 208-215. Doi: 10.3993/jfbi03201104.
34. Miyauchi, M., Nakajima, A., Fujishima, A., Hashimoto, K., Watanabe, T. (2000). Photoinduced Surface Reactions on TiO₂ and SrTiO₃ Films: Photocatalytic Oxidation and Photoinduced Hydrophilicity. *Chemistry of Materials*, 12(1), 3-5. doi: 10.1021/cm990556p.
35. Mondragón, J. (2002). "Fibras textiles". Recuperado de: <http://asesorias.cuautitlan2.unam.mx/organica/directorio/jaime/fibras%20textiles.pdf> (Mayo, 2017)
36. Montazer, M. y Seifollahzadeh, S. (2011). Enhanced Self-cleaning, Antibacterial and UV Protection Properties of Nano TiO₂ Treated Textile through Enzymatic Pretreatment. *Photochemistry and*

photobiology. 87(4), 877-883. doi: 10.1111/j.1751-1097.2011.00917.x

37. Montazer, M., Lessan, F. y Moghadam, M. (2010). Nano-TiO₂/maleic acid/triethanol amine/sodium hypophosphite colloid on cotton to produce cross-linking and self-cleaning properties. *Journal of The Textile Institute*. 103(8), 795-805. doi: 10.1080/00405000.2011.611289.
38. Moody, V. y Needles, H. (2004). Tufted Carpet. *Textile Fibers, Dyes, Finishes and Processes*. (1ra. ed.). New York, USA: William Andrew.
39. Morales, N. (1999). *Guía del textil en el acabado*. (1ra. ed.). Ibarra, Ecuador: Universitaria UTN.
40. Mosiniak, M. y Prat, R. (2005). *Les textiles d'origine végétale*. Recuperado de: <http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/textiles/index.html> (Marzo, 2017).
41. Murillo, H. (2015). *Obtención de un compuesto de dióxido de titanio y carbón activado aplicado a la oxidación fotocatalítica del ión Cianuro*. (Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico). Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
42. Najar, S., Amani, M., Hasani, H. (2002). Analysis of blend irregularities and fiber migration index of wool/Acrylic blended worsted yarns by using an image-analysis technique. *Journal of the Textile Institute*. 94(3), 177-185. doi: 10.1080/00405000308630606

43. Nakajima, A., Koizumi, S. I., Watanabe, T., y Hashimoto, K. (2000). Photoinduced amphiphilic surface on polycrystalline anatase TiO₂ thin films. *Langmuir*, 16(17), 7048-7050. doi: 10.1021/la0004348
44. O'sullivan, A. (1997). Cellulose: The structure slowly unravels. *Cellulose*. 4(3), 173-207.
45. Oturan, M., Aaron, J. (2014). Advanced oxidation processes in water/wastewater treatment: principles and applications. A review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*. 44(23), 2577-2641. Doi: 10.1080/10643389.2013.829765
46. Parkin, I. y Palgrave, R. (2004). Self-cleaning coatings. *Journal of Materials Chemistry*. 15(1), 1689-1695. doi: 10.1039/b412803f.
47. Pasqui, D. Barbucci, R. (2014). Synthesis, characterization and self cleaning properties of titania nanoparticles grafted on polyester fabrics. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 274(1), 1-6. doi: 10.1016/j.jphotochem.2013.08.017
48. Pineda, L. y Jara, M. (2010). *Prospectiva y vigilancia tecnológica en la cadena Fibra-textil-confecciones*. (1ra. ed.). Bogotá, Colombia: Universidad del Rosario.
49. Qi, K., Daoud, W., Xin, J., Mak, L., Tang, W. y Cheung, W. (2006). Self-cleaning cotton. *Journal of Materials Chemistry*. 16(1), 4567-4574. doi: 10.1039/b61086j
50. Raihan, M. y Ghosh, A. (2015). An analysis for comparative study of polyester/cotton and polyester/ flax blended yarn. *International Journal of Scientific Engineering and Applied Science (IJSEAS)*. 9(1), 88-92. doi: 10.13140/RG.2.1.2081.6406

51. Rivero, P. Urrutia, A. Goicoechea, J. y Arregui, F. (2015). Nanomaterials for Functional Textiles and Fibers. *Nanoscale Research Letters*. 10(1), 1-22. doi: 10.1186/s11671-015-1195-6
52. Samal, S., Jeyaraman, P., Vishwakarma, V. (2010). Sonochemical Coating of Ag-TiO₂ Nanoparticles on Textile Fabrics for Stain Repellency and Self-Cleaning- The Indian Scenario: A Review. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineerin*. 9(6), 519-525. doi: 10.4236/jmmce.2010.96036.
53. Sánchez, J. (2007). Los tejidos inteligentes y el desarrollo y el desarrollo tecnológico de la industria textil. *Técnica Industrial*. (268). 39-45. Recuperado de: <http://www.tecnicaindustrial.es/tiadmin/numeros/28/36/a36.pdf>. (Diciembre, 2016).
54. Tanarro, C. y Galvez, V. (2009). Nanopartículas: ¿un riesgo pequeño?. Seguridad y salud en el Trabajo. 1(52), 34-44. Recuperado de: http://www.ladep.es/ficheros/documentos/Nanopart%EDculas_un%20peque%F1o%20riesgo_INSHT_2009.pdf. (Enero, 2017).
55. Textile Exchange. (2016). Preferred Fiber Market Report. Recuperado de: <http://textileexchange.org/wp-content/uploads/2017/02/TEPreferred-Fiber-Market-Report-Oct2016-1.pdf> (Mayo, 2017)
56. Tuesta, E. y Gutarra, A. (2004). Aplicaciones electrocrómicas y fotocatalíticas del dióxido de titanio. REVECIUNI. 8 (2), 21-45. Recuperado de http://www.bibliotecacentral.uni.edu.pe/pdfs/REVECIUNI/2,2004/art_0003.pdf (Enero, 2017).
57. Tung, W., Daoud, W. (2011). Self-cleaning fibers via nanotechnology: a virtual reality. *Journal of Materials Chemistry*. 21(1), 7858-7869. doi: 10.1039/c0jm03856c.

58. Wang, R., Sakai, N., Fujishima, A., Watanabe, T., y Hashimoto, K. (1999). Studies of surface wettability conversion on TiO₂ single-crystal surfaces. *The Journal of Physical Chemistry B*, 103(12), 2188-2194. doi: 10.1021/jp983386x.
59. Xu, W. y Li, Y. (2000). Crosslinking Analysis of Polycarboxylic Acid Durable Press Finishing of Cotton Fabrics and Strength Retention Improvement. *Textile Research Journal*. 70(7), 588-592. doi: 10.1177/004051750007000705.
60. Yuranova, T., Mosteo, R., Bandara, J., Laub, D. y Kiwi, J. (2005). Self-cleaning cotton textiles surfaces modified by photoactive SiO₂/TiO₂ coating. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 244(1), 160-167. doi: 10.1016/j.molcata.2005.08.059.
61. Zhang, L., Dillert, R., Bahnemann, D., Vormoor, M. (2012). Photo-induced hydrophilicity and self-cleaning: models and reality. *Energy & Environmental Science*. 5(6), 7491-7507. doi: 10.1039/C2EE03390A.

ANEXOS

ANEXO I

RESULTADOS TAMAÑO DE PARTÍCULA DE LOS DIÓXIDOS DE TITANIO TÉCNICO Y ALIMENTICIO



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



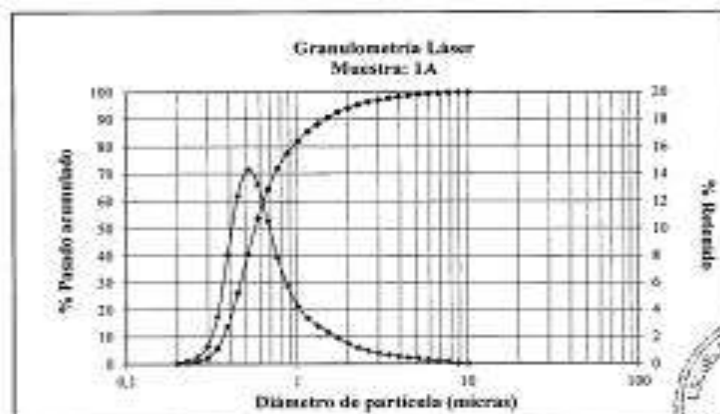
Resultados de Análisis por Granulometría Láser

Solicitante	:	Srta. Diana Juguaco / MSc. Lucía Montenegro
No. Referencia	:	RM - 8856
Fecha	:	24 - 05 - 2017
Muestras recibidas	:	Das muestras sólidas denominadas:
Muestra 1	:	1A (Código Cliente)
Muestra 2	:	2T (Código Cliente)

El análisis de granulometría láser se lo realizó empleando el equipo LASER SCATTERING PARTICLE SIZE DISTRIBUTION ANALYZER LA-950V2, marca HORIBA. A continuación se detallan los resultados obtenidos del análisis.

Muestra N.1

Diámetro de Pasado Acumulado	
Partículas	Diámetro de Partícula (µm)
ø10	0,4
ø50	0,6
ø60	0,6
ø80	0,9
ø90	1,5



El análisis se lo realizó utilizando el índice de refracción para la sapa de 2,50.

Paseo Andalucía 134 E12A y Maza Canales - Teléfono: (593-2) 3 3908 790 / 2 976 382 - Correo 17-01
E-mail: quimica@epn.edu.ec - Quito-Ecuador



Figura AI 1. Resultado de tamaño de partícula dióxido alimenticio

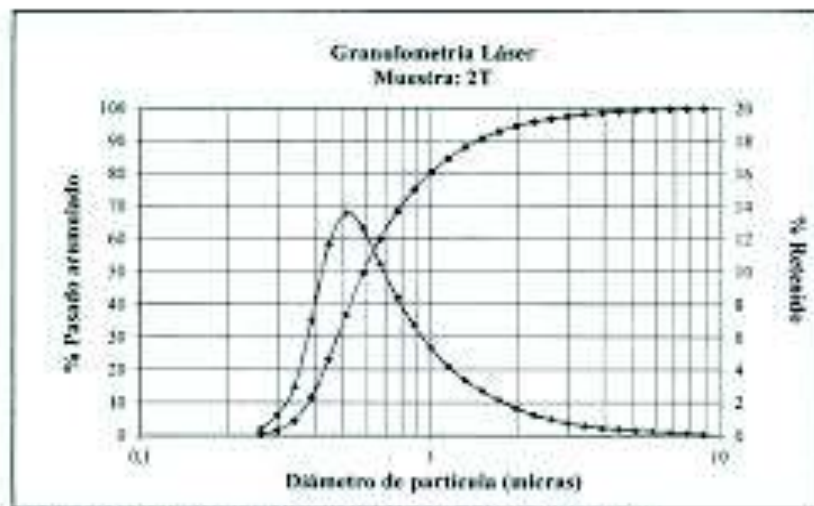


ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



Muestra N.2

Diámetro de Pasado Acumulado	
Pasímetros	Diámetro de Partícula (mm)
ϕ10	0,4
ϕ50	0,6
ϕ60	0,7
ϕ80	1,0
ϕ90	1,5




Ing. Alicia Guzmán PhD
Jefe de Departamento




Ing. Kéber Collantes
Responsable


MSc. Evelyne Criollo
Jefe de Laboratorio

Figura AI 2. Resultado de tamaño de partícula dióxido técnico



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGÍA EXTRACTIVA



ANEXOS: Tablas de resultados de granulometría liber.

Tabla N.1:

Muestra: 1A							
Número	Dímetro de	Retenido	Pasado	Número	Dímetro de	Retenido	Pasado
(#)	Partícula	(%)	Acumulado	(#)	Partícula	(%)	Acumulado
	(µm)		(%)		(µm)		(%)
1	0,2	0,1	0,2	16	1,5	2,4	90,7
2	0,2	0,2	0,5	17	1,7	3,9	92,6
3	0,3	0,5	1,0	18	2,0	3,5	94,1
4	0,3	1,3	2,3	19	2,3	3,2	95,3
5	0,3	3,3	5,8	20	2,6	1,0	96,3
6	0,4	8,0	13,8	21	3,0	0,8	97,1
7	0,4	12,4	26,2	22	3,4	0,7	97,7
8	0,5	14,3	40,5	23	3,9	0,6	98,3
9	0,6	13,3	53,8	24	4,5	0,5	98,8
10	0,7	10,5	64,3	25	5,1	0,4	99,1
11	0,8	7,8	72,2	26	5,9	0,3	99,5
12	0,9	5,7	77,9	27	6,7	0,2	99,7
13	1,0	4,3	82,2	28	7,7	0,2	99,9
14	1,2	3,4	85,5	29	8,8	0,1	100,0
15	1,3	2,8	88,3	30	10,1	0,0	100,0

Tabla N. 2:

Muestra: 2T							
Número	Dímetro de	Retenido	Pasado	Número	Dímetro de	Retenido	Pasado
(#)	Partícula	(%)	Acumulado	(#)	Partícula	(%)	Acumulado
	(µm)		(%)		(µm)		(%)
1	0,3	0,4	0,4	15	1,7	2,3	93,0
2	0,3	1,2	1,6	16	2,0	1,7	94,6
3	0,3	3,0	4,6	17	2,3	3,3	95,9
4	0,4	7,0	11,6	18	2,6	1,0	96,9
5	0,4	11,6	23,3	19	3,0	0,8	97,6
6	0,5	13,6	36,9	20	3,4	0,6	98,2
7	0,6	12,7	49,5	21	3,9	0,5	98,7
8	0,7	10,5	60,0	22	4,5	0,4	99,1
9	0,8	8,4	68,4	23	5,1	0,3	99,4
10	0,9	6,7	75,2	24	5,9	0,3	99,6
11	1,0	5,7	80,9	25	6,7	0,3	99,8
12	1,2	4,2	84,7	26	7,7	0,1	99,9
13	1,3	3,4	88,1	27	8,8	0,1	100,0
14	1,5	2,7	90,8				

Rango Analítico 134 EGA y Mesa Cuarenta - Teléfono: (095-2) 3 3038 788 / 2 976 300 - Correo: 11-01@ENP
E-mail: contacto@internacional.edu.ec - Quito-Ecuador

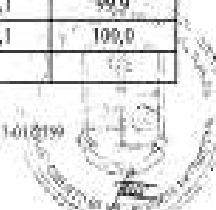


Figura AI3. Resultado de tamaño de partícula dióxido de titanio Anexos

ANEXO II

RESULTADOS DEL TIPO DE CRISTALIZACIÓN DE LOS DIOXIDOS DE TITANIO



Figura AII. 1. Resultado del tipo de cristalización de los dióxidos de titanio alimenticio y técnico

ANEXO III

EJEMPLO DE CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE INCORPORACIÓN MÁXIMO DE TiO_2 PARA LAS TELAS CON EL MÉTODO DE INCORPORACIÓN POR IMPREGNACIÓN CON LIGANTE ACRÍLICO Y PRETRATAMIENTO

Para el cálculo del porcentaje máximo de TiO_2 que se podría incorporar en la tela se utilizaron las Ecuaciones A.III.1, A.III.2 y A.III.3.

$$\% \text{ expresión} = \frac{\text{masa}_{\text{tela exprimida}} - \text{masa}_{\text{tela seca}}}{\text{masa}_{\text{tela seca}}} * 100 \quad [\text{A.III.1}]$$

Despejando:

$$\text{masa}_{\text{tela exprimida}} = \text{masa}_{\text{tela seca}}(1 + \% \text{ expresión})$$

$$\text{masa}_{\text{tela exprimida}} = \text{masa}_{\text{tela seca}}(1 + 0,9)$$

$$\text{masa}_{\text{tela exprimida}} = 1,9 * \text{masa}_{\text{tela seca}}$$

$$\text{masa}_{\text{tela exprimida}} \approx 10 \text{ g}$$

$$\text{masa}_{\text{tela exprimida}} = 19 \text{ g}$$

$$\text{masa}_{TiO_2 \text{ incorporado}} = 5 \frac{\text{g}}{\text{L}} * \text{volúmen}_{\text{baño incorporado}} \quad [\text{A.III.2}]$$

$$\text{volúmen}_{\text{baño incorporado}} = \text{masa}_{\text{baño}} * \rho = \text{masa}_{\text{baño}} \quad [\text{A.III.3}]$$

$$\text{masa}_{TiO_2 \text{ incorporado}} = P_i = 5 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 9 \text{ mL} * \frac{\text{L}}{1000 \text{ mL}} = 0,045 \text{ g } TiO_2$$

$$P_1 = 10,000 + 0,045 = 10,045 \text{ g}$$

$$\% \text{ máximo } TiO_2 \text{ incorporado} = \frac{0,045}{10,045} * 100 = 0,45 \%$$

ANEXO IV

EJEMPLO DE CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE INCORPORACIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO EN LA TELA DE ALGODÓN 100 % CON EL MÉTODO DE INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON PRETRATAMIENTO

Para el cálculo de la incorporación por agotamiento con tratamiento previo primero se realizaron blancos a iguales condiciones de incorporación para obtener el aumento de peso en la tela que se da por los reactivos utilizados. En el ejemplo de cálculo se lo realizará con la incorporación de 1 g/L de dióxido alimenticio y pretratamiento con 4 % sulfato de aluminio y 6 % de ácido succínico.

Porcentaje de aumento de peso debido a los reactivos utilizados:

Primero se calculó el peso de la tela seca con la Ecuación 2.1.

$$\text{peso tela}_{\text{inicial}} = 0,7068 \text{ g}$$

$$\text{humedad de la tela} = 5,51 \%$$

$$\text{peso tela}_{\text{seca}} = 0,7068 - (0,7068 * 5,51\%) = 0,6678 \text{ g}$$

Se calculó el porcentaje de peso que aumentó la tela debido a los reactivos utilizados mediante la Ecuación 2.6.

$$P_{p1} = 0,6740 \text{ g}$$

$$P_{p0} = 0,6678 \text{ g}$$

$$\% \text{ peso}_{\text{reactivos}} = \frac{0,6740 - 0,6678}{0,6740} * 100 = 0,92 \%$$

Para el cálculo del porcentaje de TiO_2 que se incorporó en la tela se utilizó la Ecuación 2.3. De igual manera se calculó el peso de la tela seca con la Ecuación 2.1.

$$peso\ tela\ inicial = 0,7038\ g$$

$$peso\ tela\ seca = P_{t0} = 0,7038 - (0,7038 * 5,51\%) = 0,6650\ g$$

$$\% peso_{reactivos} = 0,92\ \%$$

$$peso\ tela\ previo\ la\ incorporación\ TiO_2 = 0,6650 + (0,6650 * 0,92\%) = 0,6711\ g$$

$$peso\ de\ la\ tela\ seca_{con\ TiO_2\ incorporado} = P_{t1} = 0,7330\ g$$

$$peso\ de\ TiO_2\ incorporado = 0,7330 - 0,6711 = 0,0619\ g$$

$$\% TiO_2\ incorporado = \left(\frac{0,7330 - 0,6650}{0,7330} * 100 \right) - 0,92 = 8,36\ \%$$

ANEXO V

EJEMPLO DE CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE INCORPORACIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO EN LA TELA DE ALGODÓN 100 % MÉTODO INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON LIGANTE ACRÍLICO

Para el cálculo de la incorporación por agotamiento con ligante primero se realizó blancos a iguales condiciones de incorporación para obtener el aumento de peso en la tela que se da solo con el ligante acrílico. En el ejemplo de cálculo se lo realizará con la incorporación de 5 g/L de dióxido alimenticio y 5 % de ligante acrílico.

Primero se calculó el porcentaje de aumento de peso debido al ligante acrílico. Para el cálculo de la tela seca se utilizó la Ecuación 2.1

$$\text{peso tela}_{\text{inicial}} = 0,7010 \text{ g}$$

$$\text{humedad de la tela}_{\text{inicial}} = 5,52 \%$$

$$\text{peso tela}_{\text{seco}} = P_{b0} = 0,7010 - (0,7010 * 5,52\%) = 0,6623 \text{ g}$$

Se calculó el porcentaje de aumento de peso debido al ligante acrílico mediante la Ecuación 2.2

$$P_{b1} = 0,6643 \text{ g}$$

$$\text{peso de ligante en la tela} = 0,6643 - 0,6623 = 0,002 \text{ g}$$

$$\% \text{ peso}_{\text{ligante acrílico}} = \frac{0,6643 - 0,6623}{0,6643} * 100 = 0,301 \%$$

Para la incorporación de dióxido de titanio se utilizó la Ecuación 2.2.

$$\text{peso tela}_{\text{inicial}} = 0,7010 \text{ g}$$

$$\text{peso tela}_{\text{sin humedad}} = P_{t2} = 0,7010 - (0,7010 * 5,52 \%) = 0,6623 \text{ g}$$

$$P_{t1} = 0,7510 \text{ g}$$

$$\% \text{TiO}_2 \text{ incorporado} = \left(\frac{0,7510 - 0,6623}{0,7510} * 100 \right) - 0,301 = 11,51 \%$$

ANEXO VI

EJEMPLO DE CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE TiO_2 QUE NO SE INCORPORÓ EN LA TELA DE ALGODÓN 100 % MÉTODO INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON LIGANTE ACRÍLICO

Para el cálculo del porcentaje de TiO_2 que no se incorporó en la tela, es decir el TiO_2 residual en el baño de agotamiento se utilizó la Ecuación 2.4.

$$\% TiO_2 \text{ no incorporado} = \% \text{ máximo } TiO_2 \text{ incorporado} - \% TiO_2 \text{ incorporado}$$

Para el cálculo del porcentaje de incorporación máximo de TiO_2 se utilizó la ecuación 2.5, el ejemplo de cálculo se lo realizó para una concentración de 1 g/L de TiO_2 para un volumen de baño de 100 mL.

$$P_i = 0,1 \text{ g}$$

$$P_1 = 0,7 + 0,1 = 0,8$$

$$\% \text{ máximo } TiO_2 \text{ incorporado} = \frac{0,1}{0,8} * 100 = 12,5 \%$$

Por lo tanto porcentaje de TiO_2 no incorporado:

$$\% TiO_2 \text{ incorporado} = 4,96 \%$$

$$\% TiO_2 \text{ no incorporado} = 12,50 - 4,96 = 7,54 \%$$

ANEXO VII

EJEMPLO DE CÁLCULO DEL PORCENTAJE DE RETENCIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO EN LA TELA DE POLIALGODÓN MÉTODO INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON PRETRATEAMIENTO

Para el cálculo del porcentaje de retención se utilizó la Ecuación 2.8 mostrada en la parte experimental.

$$\text{peso tela}_{\text{seca}} = P_{t2} = 0,6729 \text{ g}$$

$$\text{peso tela}_{\text{inicial(antes del lavado)}} = 0,7353 \text{ g}$$

$$\text{peso tela}_{\text{final(después del lavado)}} = P_{t1} = 0,6761 \text{ g}$$

$$\text{peso TiO}_2 \text{ perdido por la tela} = 0,7353 - 0,6761 = 0,0592 \text{ g}$$

$$\text{peso TiO}_2 \text{ incorporado} = 0,0624 \text{ g}$$

$$\text{peso TiO}_2 \text{ retenido} = 0,0624 - 0,0592 = 0,0032 \text{ g}$$

$$\% \text{ peso retenido de TiO}_2 \text{ en la tela} = \frac{0,6761 - 0,6729}{0,6761} * 100 = 0,47 \%$$

ANEXO VIII

RESULTADOS DE INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON LIGANTE ACRÍLICO EN TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO

Tabla AVIII. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento ligante acrílico (5 % spt), concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de dióxido de titanio, tela polialgodón

Tela polialgodón	TiO ₂ Alimenticio			TiO ₂ Técnico			% Máximo de incorporación de TiO ₂
	Concentración TiO ₂ (g/L)	Peso TiO ₂ incorporado (g)	%TiO ₂ incorporado	% TiO ₂ no incorporado	Peso TiO ₂ incorporado (g)	%TiO ₂ incorporado	
1	0,021	2,94	9,56	0,030	4,22	8,28	12,50
3	0,036	5,01	24,99	0,054	7,31	22,69	30,00
5	0,061	8,11	33,55	0,079	10,26	31,40	41,66

Tabla AVIII. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento ligante acrílico (5 % spt), concentraciones de 1, 3 y 5 g/L de dióxido de titanio, tela algodón 100 %

Tela algodón 100 %	TiO ₂ Alimenticio			TiO ₂ Técnico			% Máximo de incorporación de TiO ₂
	Concentración TiO ₂ (g/L)	Peso TiO ₂ incorporado (g)	%TiO ₂ incorporado	% TiO ₂ no incorporado	Peso TiO ₂ incorporado (g)	%TiO ₂ incorporado	
1	0,035	5,03	7,47	0,043	6,10	6,20	12,50
3	0,065	8,86	20,95	0,076	10,30	19,52	30,00
5	0,086	11,47	30,25	0,096	12,57	29,09	41,66

ANEXO IX

RESULTADOS DE INCORPORACIÓN POR IMPREGNACIÓN CON LIGANTE ACRÍLICO Y PRETRATAMIENTO DE TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO

Tabla AIX. 1. Resultados de peso y porcentajes de impregnación de polialgodón con 5g/L TiO₂ y 5 % spt de ligante acrílico

Dióxido alimenticio		Dióxido técnico	
Peso Impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ Impregnado	Peso Impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ Impregnado
0,0113	0,11	0,0127	0,13

Tabla AIX. 2. Resultados de peso y porcentajes de impregnación de algodón 100 %, 5 g/L TiO₂ y 5% spt de ligante acrílico

Dióxido alimenticio		Dióxido técnico	
Peso Impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ Impregnado	Peso Impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ Impregnado
0,0131	0,14	0,0185	0,18

Tabla AIX. 3. Resultados de peso y porcentaje de impregnación en polialgodón con 5 g/L TiO₂ y pretratamiento con 4 % catalizador (sulfato de aluminio) con 6 % ácido succínico

Dióxido alimenticio		Dióxido técnico	
Peso impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ impregnado	Peso impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ impregnado
0,016	0,16	0,017	0,22

Tabla AIX. 4. Resultados de peso y porcentaje de impregnación en algodón 100 % con 5 g/L TiO₂ y pretratamiento con 4 % catalizador (sulfato de aluminio) con 6 % ácido succínico

Dióxido alimenticio		Dióxido técnico	
Peso impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ impregnado	Peso impregnado TiO ₂ (g)	% TiO ₂ impregnado
0,021	0,20	0,029	0,26

ANEXO X

**RESULTADOS DE INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON
PRETRATAMIENTO DE TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO
(VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL TiO₂ CON 6 %
ÁCIDO SUCCÍNICO Y 4 % SULFATO DE ALUMINIO)**

Tabla AX. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso con succínico (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	% TiO₂ no incorporado
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0517	6,95	5,55
	Algodón	0,0063	0,93	0,0621	8,46	4,04
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0531	7,13	5,37
	Algodón	0,0063	0,93	0,0657	8,90	3,6

Tabla AX. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 3 g/L de dióxido de titanio.

3 g/L dióxido de titanio		Peso con succínico (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	% TiO₂ no incorporado
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0691	9,10	20,90
	Algodón	0,0063	0,93	0,1087	14,06	15,94
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0833	10,82	19,18
	Algodón	0,0063	0,93	0,1136	14,42	15,58

Tabla AX. 3. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 5 g/L de dióxido de titanio

5 g/L dióxido de titanio		Peso con succínico (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	% TiO₂ no incorporado
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0028	0,41	0,1029	12,50	29,16
	Algodón	0,0063	0,93	0,1273	16,03	25,63
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0028	0,41	0,1083	13,96	27,70
	Algodón	0,0063	0,93	0,1358	16,89	24,77

ANEXO XI

**RESULTADOS DE INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON
PRETRATAMIENTO A LA TELA CON DIÓXIDO DE TITANIO
(VARIACIÓN DEL PORCENTAJE DE SULFATO DE ALUMINIO
CON 6 % DE ÁCIDO SUCCÍNICO)**

Tabla XI. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0517	6,95	0,0022	0,31
	Algodón	0,0063	0,93	0,0621	8,46	0,0121	1,71
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0028	0,41	0,0531	7,13	0,0033	0,48
	Algodón	0,0063	0,93	0,0657	8,90	0,0203	2,93

Tabla XI. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0045	0,65	0,0516	6,95	0,0158	2,24
	Algodón	0,0135	1,98	0,0645	8,76	0,0313	4,50
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0045	0,65	0,0550	7,19	0,0225	3,22
	Algodón	0,0135	1,98	0,0663	8,92	0,0355	4,99

Tabla XI. 3. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 8 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	Peso TiO₂ retenido (g)	% TiO₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0037	0,55	0,0461	6,25	0,0127	1,80
	Algodón	0,0062	0,93	0,0584	8,06	0,0314	4,51
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0037	0,55	0,0492	6,65	0,0200	2,81
	Algodón	0,0062	0,93	0,0601	8,67	0,0322	4,59

ANEXO XII

**RESULTADOS DE INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON
PRETRATAMIENTO A LAS TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO
(VARIACIÓN DEL PORCENTAJE DE ÁCIDO SUCCÍNICO CON 6 %
DE SULFATO DE ALUMINIO)**

Tabla AXII. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación por agotamiento con pretratamiento 4 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0032	0,47	0,0460	6,27	0,0146	2,09
	Algodón	0,0114	1,70	0,0610	8,32	0,0255	3,67
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0032	0,47	0,0478	6,92	0,0177	2,51
	Algodón	0,0114	1,70	0,0638	8,72	0,0341	4,88

Tabla AXII. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0045	0,65	0,0516	6,95	0,0158	2,24
	Algodón	0,0135	1,98	0,0645	8,76	0,0313	4,50
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0045	0,65	0,0550	7,19	0,0225	2,76
	Algodón	0,0135	1,98	0,0663	8,92	0,0355	4,99

Tabla AXII. 3. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 8 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0089	1,30	0,0530	7,15	0,0216	3,03
	Algodón	0,0159	2,35	0,0680	9,10	0,0413	5,70
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0089	1,30	0,0480	7,75	0,0221	3,21
	Algodón	0,0159	2,35	0,0723	9,66	0,0429	5,95

Tabla AXII. 4. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 10 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0117	1,70	0,0510	6,91	0,0206	2,92
	Algodón	0,0165	2,44	0,0682	9,14	0,0362	5,12
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0117	1,70	0,0456	7,77	0,0222	3,12
	Algodón	0,0165	2,44	0,0702	9,48	0,0413	5,75

Tabla AXII. 5. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 12 % spt ácido succínico, 6 % spt sulfato de aluminio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0116	1,73	0,0527	7,10	0,0201	2,84
	Algodón	0,0185	2,74	0,0665	8,94	0,0362	5,08
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0116	1,73	0,0430	7,63	0,0203	3,03
	Algodón	0,0185	2,74	0,0718	9,55	0,0411	5,72

ANEXO XIII

**RESULTADOS INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON
PRETRATAMIENTO DE LAS TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO
(VARIACIÓN DEL PORCENTAJE DE BIFOSFATO DE SODIO CON
6 % DE ÁCIDO SUCCÍNICO)**

Tabla AXIII. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 4 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	Peso TiO₂ retenido (g)	% TiO₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0055	0,79	0,0397	5,49	0,0027	0,35
	Algodón	0,0117	1,75	0,0547	7,52	0,0177	2,45
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0055	0,79	0,0493	7,18	0,0031	0,37
	Algodón	0,0117	1,75	0,0576	7,90	0,0177	2,38

Tabla AXIII. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	Peso TiO₂ retenido (g)	% TiO₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0072	1,04	0,0457	6,21	0,0036	0,53
	Algodón	0,0152	2,24	0,0586	7,99	0,0221	3,12
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0072	1,04	0,0518	7,10	0,0125	1,78
	Algodón	0,0152	2,24	0,0649	8,75	0,0304	4,29

Tabla AXIII. 3. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 8 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO₂ (g)	% TiO₂ incorporado	Peso TiO₂ retenido (g)	% TiO₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0063	0,91	0,0439	6,02	0,0061	0,90
	Algodón	0,0113	1,71	0,0539	7,39	0,0186	2,62
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0063	0,91	0,0469	6,43	0,0090	1,30
	Algodón	0,0113	1,71	0,0611	8,34	0,0293	4,17

ANEXO XIV

**RESULTADOS INCORPORACIÓN POR AGOTAMIENTO CON
PRETRATAMIENTO DE LAS TELAS CON DIÓXIDO DE TITANIO
(VARIACIÓN DEL PORCENTAJE DE ÁCIDO SUCCÍNICO CON
6 % BIFOSFATO DE SODIO)**

Tabla AXIV. 1. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 4 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0067	0,97	0,0425	5,83	0,0029	0,42
	Algodón	0,0139	2,06	0,0528	7,27	0,0196	2,76
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0067	0,97	0,0436	5,93	0,0085	1,22
	Algodón	0,0139	2,06	0,0576	7,89	0,0241	3,45

Tabla AXIV. 2. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 6 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0072	1,04	0,0438	6,00	0,0036	0,53
	Algodón	0,0152	2,24	0,0404	7,99	0,0221	3,12
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0072	1,04	0,0515	6,95	0,0125	1,78
	Algodón	0,0152	2,24	0,0646	8,75	0,0304	4,29

Tabla AXIV. 3. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 8 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0078	1,15	0,0451	6,26	0,0078	1,11
	Algodón	0,0162	2,38	0,0578	8,09	0,0240	3,44
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0078	1,15	0,0528	7,11	0,0152	2,17
	Algodón	0,0162	2,38	0,0641	8,70	0,0296	4,31

Tabla AXIV. 4. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 10 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0097	1,40	0,0467	6,35	0,0121	1,71
	Algodón	0,0195	2,88	0,0608	8,21	0,0288	4,13
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0097	1,40	0,0516	6,91	0,0191	2,69
	Algodón	0,0195	2,88	0,0644	8,70	0,0369	5,23

Tabla AXIV. 5. Porcentaje y peso obtenido en la incorporación y retención por agotamiento con pretratamiento 12 % spt ácido succínico, 6 % spt bifosfato de sodio y 1 g/L de dióxido de titanio

1 g/L dióxido de titanio		Peso de reactivos (g)	% peso reactivos	Peso TiO ₂ (g)	% TiO ₂ incorporado	Peso TiO ₂ retenido (g)	% TiO ₂ retenido
Dióxido alimenticio	Polialgodón	0,0097	1,42	0,0445	6,14	0,0125	1,78
	Algodón	0,0213	3,15	0,0595	8,09	0,0284	4,09
Dióxido técnico	Polialgodón	0,0097	1,42	0,0526	7,13	0,0188	2,66
	Algodón	0,0213	3,15	0,0659	8,88	0,0372	5,20

ANEXO XV

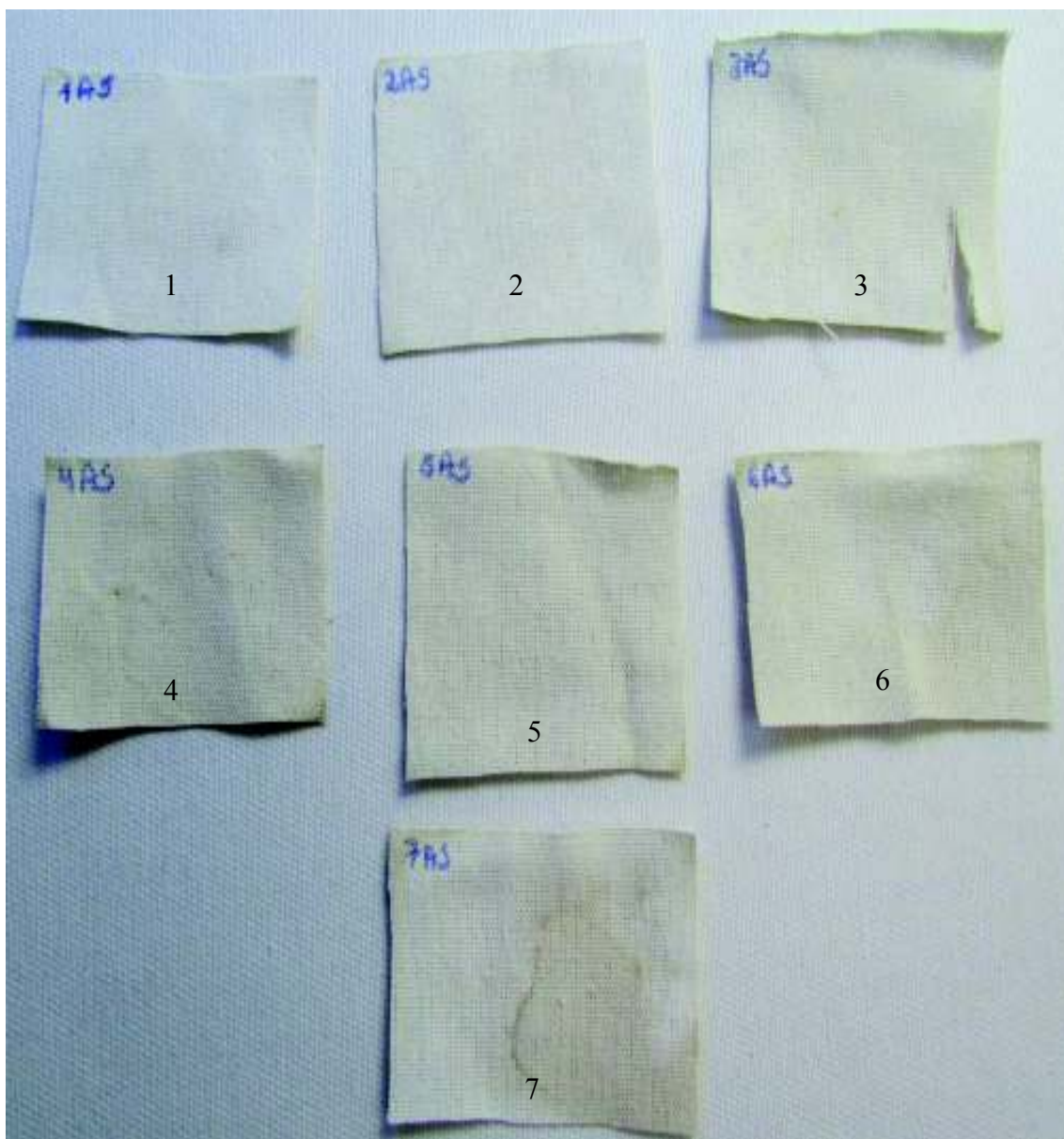
ESCALAS DE VALORACIÓN UTILIZADAS EN LA EVALUACIÓN
DE LA PROPIEDAD AUTOLIMPIABLE DE LAS TELAS

Figura AXV. 1. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Polialgodón con TiO_2 alimenticio

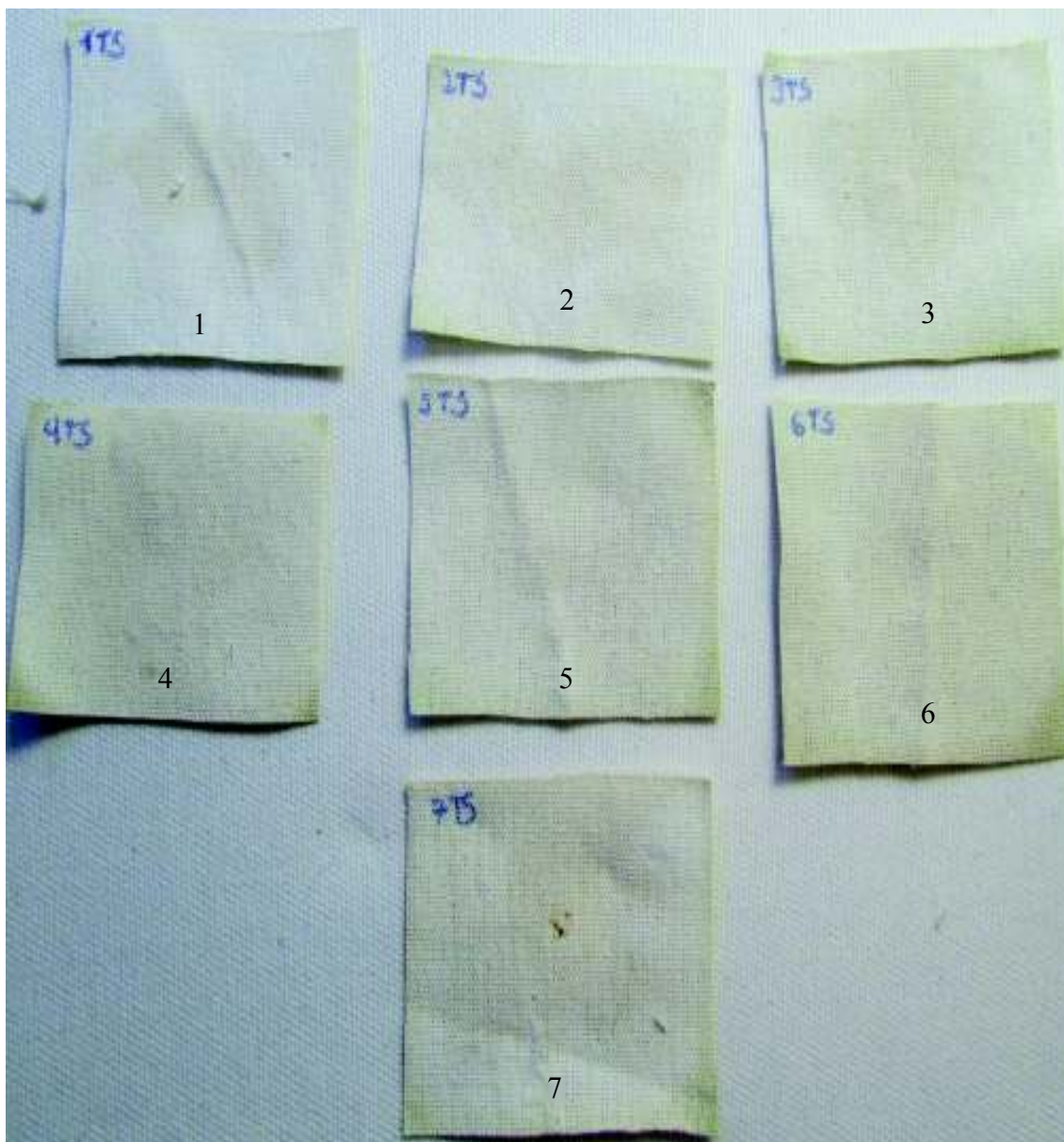


Figura AXV. 2. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Polialgodón con TiO_2 técnico

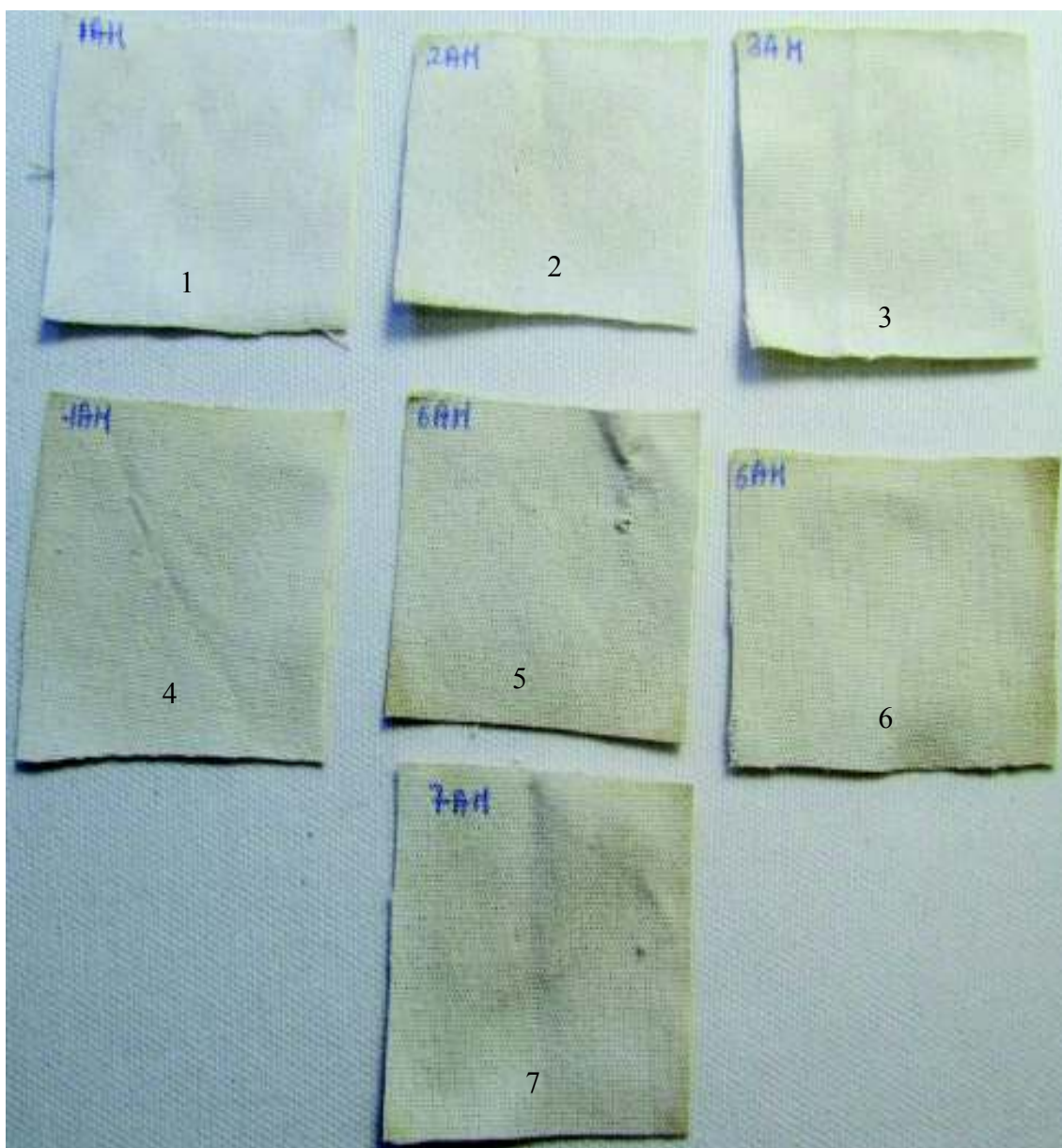


Figura AXV. 3. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Polialgodón con TiO_2 alimenticio

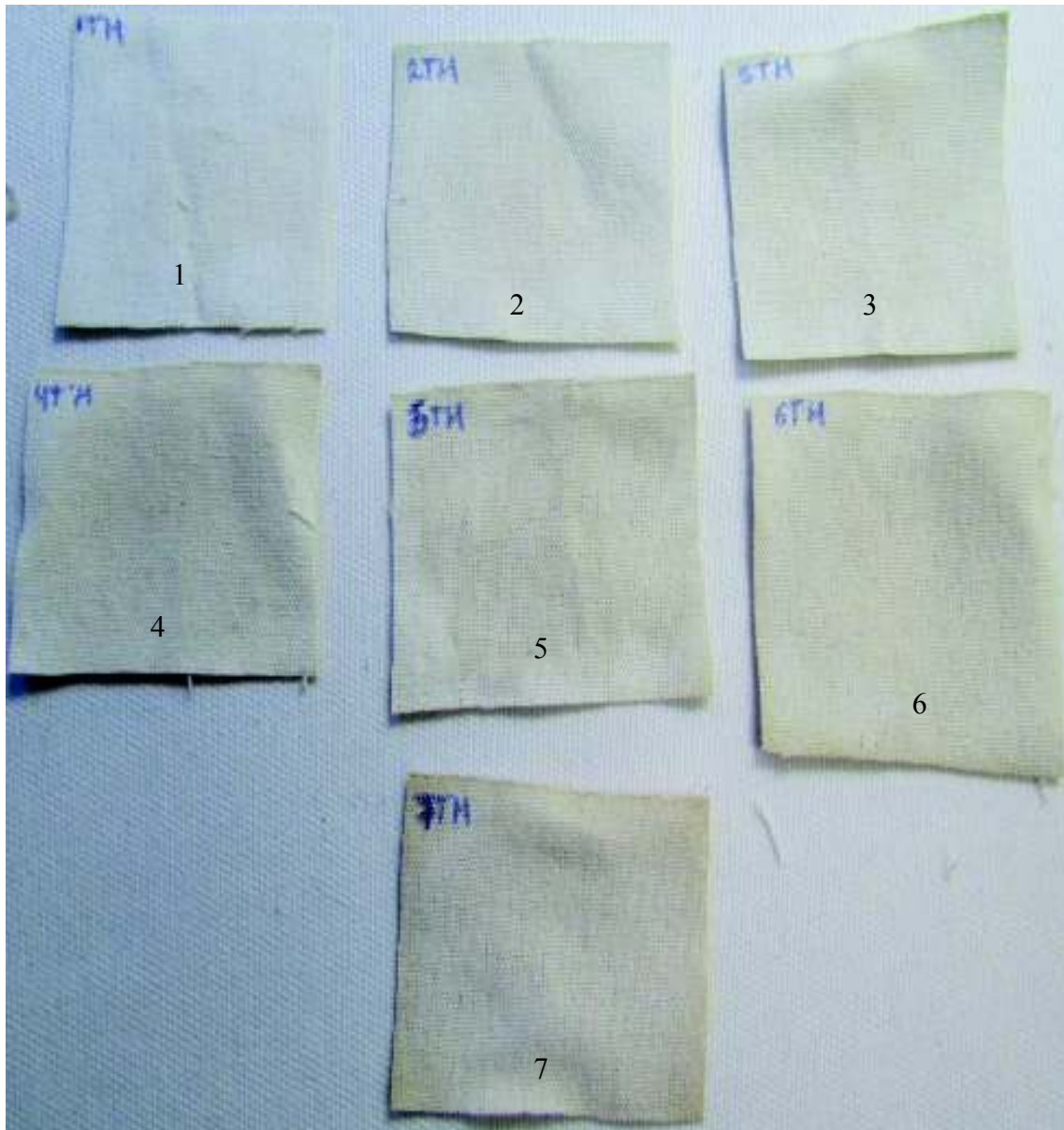


Figura AXV. 4. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Polialgodón con TiO_2 técnico

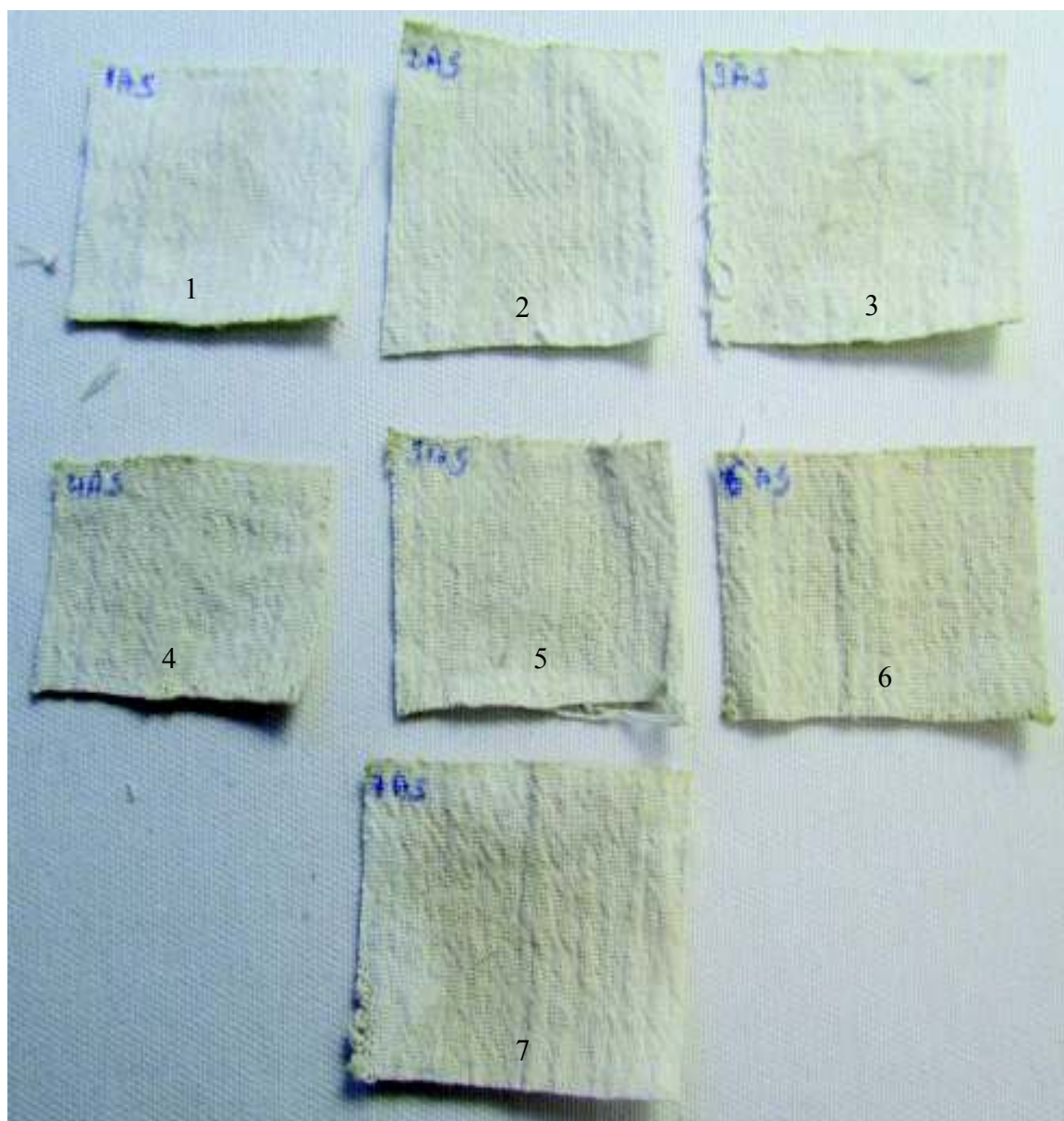


Figura AXV. 5. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento A. Algodón 100 % con TiO_2 técnico

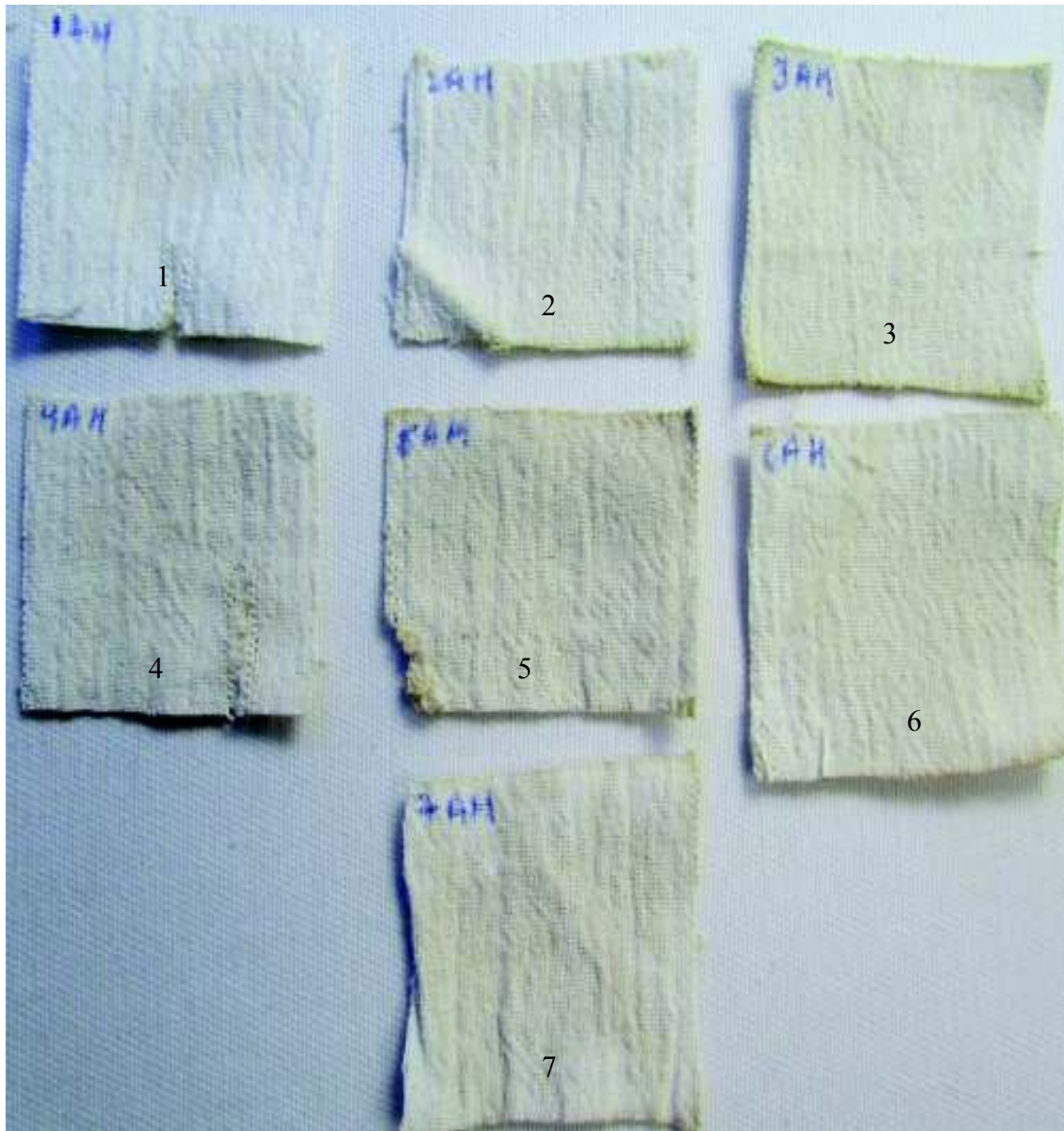


Figura AXV. 6. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Algodón 100% con TiO_2 alimenticio

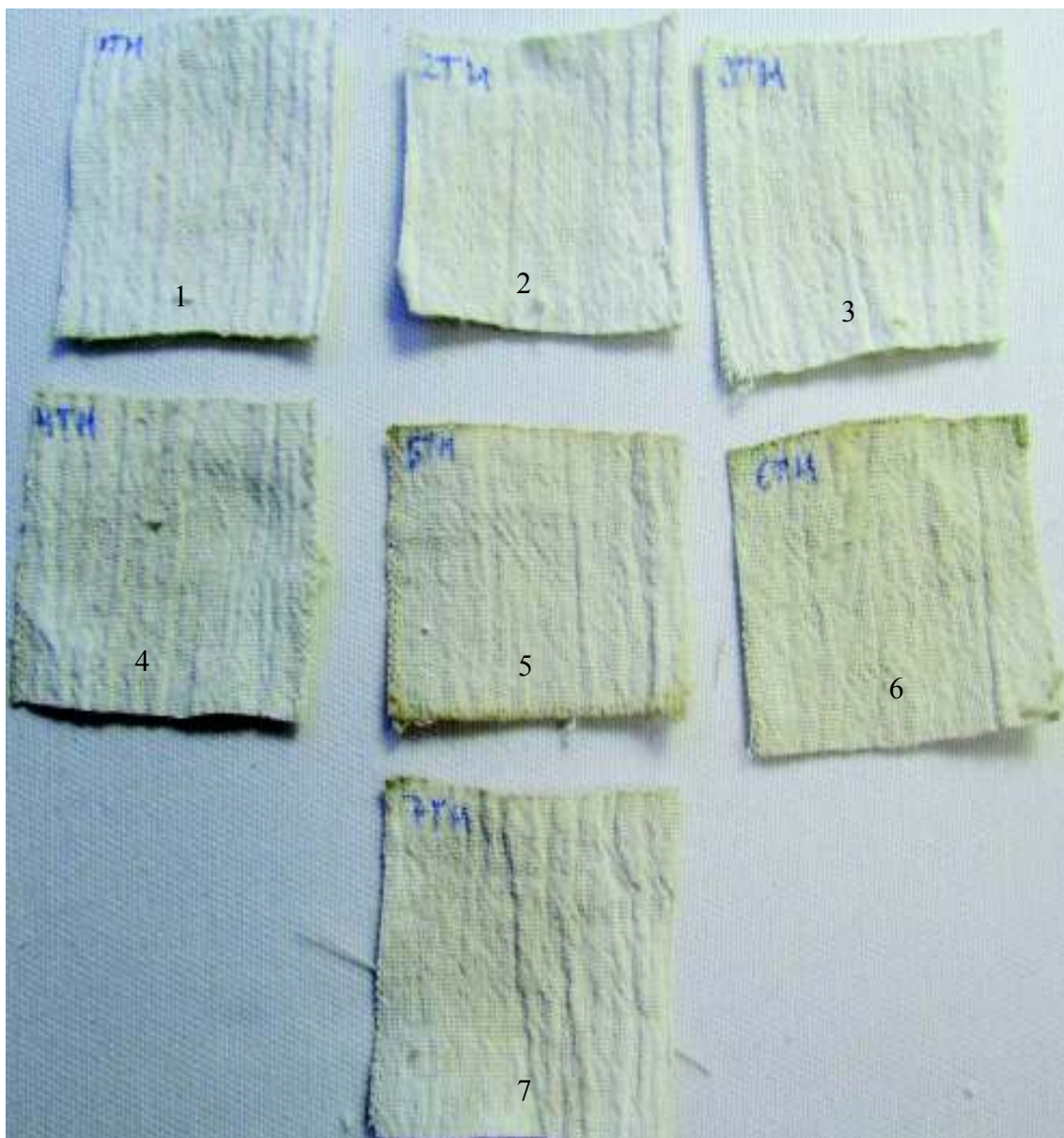


Figura AXV. 7. Escala de valoración de manchas con café soluble incorporación por agotamiento con pretratamiento B. Algodón 100% con TiO_2 técnico

ANEXO XVI

RESULTADOS OBTENIDOS EN EL SOFTWARE STATGRAPHICS

Tabla AXVI. 1. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de incorporación de TiO₂ por agotamiento con ligante acrílico

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Concentración TiO ₂	71,1624	1	71,1624	248,26	0,0001
B:Tipo de tela	24,055	1	24,055	83,92	0,0008
C:Tipo de TiO ₂	7,66401	1	7,66401	26,74	0,0066
AA	0,340817	1	0,340817	1,19	0,3368
AB	0,2592	1	0,2592	0,90	0,3955
AC	0,0722	1	0,0722	0,25	0,6421
BC	0,291408	1	0,291408	1,02	0,3704
Error total	1,1466	15	0,28665		
Total (corr.)	104,992	23			

Tabla AXVI. 2. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO₂ no incorporado por agotamiento con ligante acrílico

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Concentración de TiO ₂	1122,91	1	1122,91	2217,70	0,0000
B:Tipo de tela	18,6003	1	18,6003	36,73	0,0037
C:Tipo de TiO ₂	7,5843	1	7,5843	14,98	0,0180
AA	14,415	1	14,415	28,47	0,0059
AB	0,0392	1	0,0392	0,08	0,7946
AC	0,0722	1	0,0722	0,14	0,7249
BC	0,3072	1	0,3072	0,61	0,4795
Error total	2,02535	15	0,506338		
Total (corr.)	1165,95	23			

Tabla AXVI. 3. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO₂ incorporado por agotamiento con pretratamiento 6% spt ácido succínico y 4% spt sulfato de aluminio

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Concentración de TiO ₂	194,533	1	194,533	409,80	0,0000
B:Tipo de tela	55,48	1	55,48	116,87	0,0000
C:Tipo de TiO ₂	4,2757	1	4,2757	9,01	0,0090
AA	3,0351	1	3,0351	6,39	0,0232
AB	2,45706	1	2,45706	5,18	0,0380
AC	0,752556	1	0,752556	1,59	0,2272
BC	0,445537	1	0,445537	0,94	0,3480
bloques	0,0805042	1	0,0805042	0,17	0,6863
Error total	7,12048	15	0,474698		
Total (corr.)	268,18	23			

Tabla AXVI. 4. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO₂ incorporado por impregnación con ligante acrílico

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Tipo de tela	0,0055125	1	0,0055125	49,00	0,0060
B:Tipo de TiO ₂	0,0021125	1	0,0021125	18,78	0,0227
AB	0,0001125	1	0,0001125	1,00	0,3910
bloques	0,0000125	1	0,0000125	0,11	0,7608
Error total	0,0003375	3	0,0001125		
Total (corr.)	0,0080875	7			

Tabla AXVI. 5. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO₂ incorporado por impregnación con pretratamiento 6% spt ácido succínico y 4% spt sulfato de aluminio

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Tipo de tela	0,00245	1	0,00245	24,50	0,0158
B:Tipo de TiO ₂	0,005	1	0,005	50,00	0,0058
AB	0,00005	1	0,00005	0,50	0,5305
bloques	0,0002	1	0,0002	2,00	0,2522
Error total	0,0003	3	0,0001		
Total (corr.)	0,008	7			

Tabla AXVI. 6. Resultados de influencia de los factores sobre el porcentaje de TiO₂ incorporado por impregnación con ligante acrílico y pretratamiento de las telas

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
A:Tipo de tela	0,00765625	1	0,00765625	64,47	0,0000
B:Tipo de TiO ₂	0,00680625	1	0,00680625	57,32	0,0001
C:Metodo de incorporación	0,0232563	1	0,0232563	195,84	0,0000
AB	0,00000625	1	0,00000625	0,05	0,8243
AC	0,00030625	1	0,00030625	2,58	0,1470
BC	0,00030625	1	0,00030625	2,58	0,1470
bloques	0,00005625	1	0,00005625	0,47	0,5108
Error total	0,00095	8	0,00011875		
Total (corr.)	0,0393437	15			

Tabla AXVI. 7. Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO₂ por concentración de catalizador (sulfato de aluminio)

<i>Concentración de catalizador</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
8	8	7,40875	0,0762061	X
4	8	7,86375	0,0762061	X
6	8	7,95375	0,0762061	X
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>	
4 - 6		-0,09	0,225569	
4 - 8	*	0,455	0,225569	
6 - 8	*	0,545	0,225569	

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 8. Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO₂ por concentración de catalizador (bifosfato de sodio)

<i>Concentración de catalizador</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
8	8	7,0475	0,128556	X
4	8	7,07125	0,128556	X
6	8	7,5125	0,128556	X
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>	
4 - 6	*	-0,44125	0,380524	
4 - 8		0,02375	0,380524	
6 - 8	*	0,465	0,380524	

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 9. Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO₂ por concentración de catalizador (sulfato de aluminio)

<i>Concentración de catalizador</i>		<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4		4	1,3575	0,638532	X
8		4	3,4275	0,638532	X
6		4	3,7375	0,638532	X
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>		
4 - 6	*	-2,38	2,04278		
4 - 8	*	-2,07	2,04278		
6 - 8		0,31	2,04278		

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 10. Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO₂ por concentración de catalizador (bifosfato de sodio)

<i>Concentración de catalizador</i>		<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4		4	1,3875	0,216873	X
8		4	2,2475	0,216873	X
6		4	2,43	0,216873	X
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>		
4 - 6	*	-1,0425	0,725244		
4 - 8	*	-0,86	0,725244		
6 - 8		0,1825	0,725244		

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 11. Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO₂ por concentración ácido succínico (sulfato de aluminio)

<i>Concentración ácido succínico</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4	8	7,55875	0,379492	X
6	8	7,89125	0,379492	X
12	8	8,30875	0,379492	X
10	8	8,33125	0,379492	X
8	8	8,41125	0,379492	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
4 - 6		-0,3325	1,08953
4 - 8		-0,8525	1,08953
4 - 10		-0,7725	1,08953
4 - 12		-0,75	1,08953
6 - 8		-0,52	1,08953
6 - 10		-0,44	1,08953
6 - 12		-0,4175	1,08953
8 - 10		0,08	1,08953
8 - 12		0,1025	1,08953
10 - 12		0,0225	1,08953

Tabla AXVI. 12. Pruebas de múltiple rangos para % de incorporación de TiO₂ por concentración ácido succínico (bifosfato de sodio)

<i>Concentración de ácido succínico</i>		<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4		8	6,72875	0,0831901	X
10		8	7,4025	0,0831901	X
6		8	7,42	0,0831901	X
8		8	7,49625	0,0831901	X
12		8	7,5575	0,0831901	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
4 - 6	*	-0,69125	0,239358
4 - 8	*	-0,7675	0,239358
4 - 10	*	-0,67375	0,239358
4 - 12	*	-0,82875	0,239358
6 - 8		-0,07625	0,239358
6 - 10		0,0175	0,239358
6 - 12		-0,1375	0,239358
8 - 10		0,09375	0,239358
8 - 12		-0,06125	0,239358
10 - 12		-0,155	0,239358

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 13. Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO₂ por concentración ácido succínico (sulfato de aluminio)

Concentración de ácido succínico	Casos	Media LS	Sigma LS	Grupos Homogéneos
4	4	3,2875	0,119493	X
6	4	3,6225	0,119493	X
12	4	4,1675	0,119493	X
10	4	4,225	0,119493	X
8	4	4,4725	0,119493	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
4 - 6		-0,335	0,365077
4 - 8	*	-1,185	0,365077
4 - 10	*	-0,9375	0,365077
4 - 12	*	-0,88	0,365077
6 - 8	*	-0,85	0,365077
6 - 10	*	-0,6025	0,365077
6 - 12	*	-0,545	0,365077
8 - 10		0,2475	0,365077
8 - 12		0,305	0,365077
10 - 12		0,0575	0,365077

* Indica una diferencia significativa.

Tabla AXVI. 14. Pruebas de múltiple rangos para % de retención de TiO₂ por concentración ácido succínico (bifosfato de sodio)

<i>Concentración ácido succínico</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4	4	1,965	0,0640545	X
6	4	2,43	0,0640545	X
8	4	2,7575	0,0640545	X
12	4	3,4275	0,0640545	X
10	4	3,4625	0,0640545	X
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>	
4 - 6	*	-0,465	0,195701	
4 - 8	*	-0,7925	0,195701	
4 - 10	*	-1,4975	0,195701	
4 - 12	*	-1,4625	0,195701	
6 - 8	*	-0,3275	0,195701	
6 - 10	*	-1,0325	0,195701	
6 - 12	*	-0,9975	0,195701	
8 - 10	*	-0,705	0,195701	
8 - 12	*	-0,67	0,195701	
10 - 12		0,035	0,195701	

* Indica una diferencia significativa.