



## **Estudo e otimização de processos de acabamentos têxteis**

**ANA CRISTINA DIAS FERREIRA**

novembro de 2018

# Estudo e otimização de processos de acabamentos têxteis

Ana Cristina Dias Ferreira

Novembro 2018

Orientação: Engenheiro António Alfredo Crispim Ribeiro

Co-Orientação: Engenheira Ana Maria Silva



## Agradecimentos

Ao Senhor Engenheiro António Alfredo Crispim por me ter ajudado em tudo desde o primeiro momento e por me ter atendido fora de horas para esclarecer dúvidas. Muito Obrigado!

Ao Senhor José Santos por me ter aberto as portas da sua empresa, por me ter deixado desenvolver este trabalho tão importante para mim e ainda por me dar a oportunidade de desenvolver ainda o Estágio profissional na sua empresa. Muito Obrigado!

À Engenheira Ana Maria Silva ter aceitado desde o primeiro momento ser a minha orientadora na empresa, pela amizade construída e pelo tanto que me ajudou e que permitiu concluir este trabalho. Muito Obrigado!

À Margarida por todo o apoio, por me ter esclarecido muitas dúvidas também e pela amizade que ficou. Assim como agradeço ao David e à Natália por todo o apoio e amizade demonstrados. Sem dúvida que os três tornaram tudo muito mais agradável. Muito Obrigado!

A toda a equipa de funcionários, sem exceção, da Empresa Quinta & Santos Score - Lavandaria e Tinturaria, por me terem recebido tão bem e por estarem sempre disponíveis para ajudar a ultrapassar todos os desafios que foram aparecendo. Muito Obrigado!

Por último, um agradecimento especial aos meus pais, a toda a minha família e aos meus amigos. Sem eles nunca teria chegado aqui. Agradeço a todos o carinho e agradeço por nunca me terem deixado desistir dos meus sonhos e de todos os objetivos que quero alcançar. Muito Obrigado!



## Sumário

O trabalho descrito neste relatório foi desenvolvido no âmbito da unidade curricular de dissertação e estágio incluída no plano curricular do mestrado em Engenharia Química – ramo de Qualidade.

O estágio decorreu na empresa Quinta & Santos Score - Lavandaria e Tinturaria, que propôs o desafio de estudar e otimizar dois processos de acabamento em peça confeccionada existentes na empresa.

Foi estudado o processo *old dye* que se tratará de um processo realizado integralmente em máquina e que permite obter um efeito desgastado na peça. Este processo surge como uma alternativa ao *fade out* (outro processo de obtenção de desgaste), que é também descrito com rigor neste trabalho. O produto utilizado no processo *Old Dye* foi o *Nofelding RE*, sendo a concentração ótima de 10 g/L.

Outro processo estudado foi o aguarela que se trata de um processo manual que permite obter peças com um acabamento que se assemelha a gotas de água, criando dois contrastes de cor na peça. O desafio a ultrapassar neste processo foi o facto de se obterem maus resultados de solidez à fricção. Estes maus resultados foram ultrapassados utilizando o Fixamin PUK. Depois de realizados os testes, definiu-se que a concentração apropriada para melhorar a solidez à fricção sem comprometer outras características da peça foi de 30 mL de produto por litro de banho.

**Palavras chave:** reativo; pigmento; desgaste; solidez.



## Abstract

The work described in this report was developed within the curricular unit of dissertation and internship included in the curricular plan of the master's degree in Chemical Engineering - Quality. The internship was held at Quinta & Santos Score - Laundry and Dyeing, which proposed the challenge of studying and optimizing two existing finishing processes in the company.

Old dye is a process that is carried out integrally on machine and allows na old effect on the garment. This process appears as an alternative to fade out (another process of fade), which is also described with rigor in this work. The product used in the Old Dye process was Nofelding RE, the optimum concentration found was 10g of product per liter of bath.

Aquarela is a manual process that allows to obtain garments with na effect similar to drops of water, creating color contrast in the garment. The challenge to overcome in this process was that poor friction fastness results were obtained. These poor results were overcome using Fixamin PUK. After the tests were carried out, the appropriate concentration to improve friction fastness without compromising other characteristics of the part was defined as 30 ml of product per liter of bath.

**Key words:** reactive; pigments; fade; fastness.



# Índice

1.	Introdução.....	2
1.1	A Empresa .....	2
1.2	O setor têxtil .....	2
1.3	Objetivos do trabalho.....	3
1.4	Organização do trabalho escrito .....	4
2	Fundamentos teóricos.....	6
2.1	Fibras têxteis e a sua classificação .....	6
2.1.1	Fibras Celulósicas.....	7
2.1.2	Fibras Proteicas.....	11
2.1.3	Fibras sintéticas .....	12
2.2	Corantes e Pigmentos.....	15
2.2.1	Os pigmentos .....	16
2.2.2	Corantes ácidos.....	17
2.2.3	Corantes dispersos.....	18
2.2.4	Corantes diretos .....	19
2.2.5	Corantes Reativos.....	20
2.3	Interação corante – fibra .....	24
2.4	Métodos de Tingimento .....	25
2.5	Acabamentos Têxteis .....	27
2.6	Legislação e Controlo de Qualidade.....	28
2.6.1	REACH .....	28
2.6.2	Testes de Controlo de qualidade do Tingimento .....	29
2.6.3	Avaliação do rendimento de cor do tingimento .....	31
3	Processos a estudar .....	34
3.1	Processos de desgaste com corantes reativos .....	34
3.1.1	<i>Fade Out</i> .....	34
3.1.2	<i>Old Dye</i> .....	37
3.1.3	Tingimento com reserva localizada .....	39
3.2	Otimização do processo Agualela.....	40
4	Trabalho experimental .....	44
4.1	Processos de desgaste com corantes reativos .....	44
4.1.1	<i>Fade Out</i> : Tingimento.....	44
4.1.2	<i>Fade Out</i> : Acabamento.....	45
4.1.3	<i>Fade Out</i> : Neutralização e <i>Anti-pilling</i> .....	45

4.1.4	Otimização do processo <i>Old Dye</i> .....	45
4.1.5	<i>Old Dye</i> : Aplicação da resina .....	46
4.1.6	<i>Old Dye</i> : Fixação da resina .....	46
4.1.7	<i>Old Dye</i> : Tingimento .....	47
4.1.8	Tingimento com reserva localizada .....	47
4.2	Otimização do processo <i>Aquarela</i> .....	47
4.2.1	Tingimento .....	47
4.2.2	Acabamento .....	48
4.2.3	Fixação do ligante .....	50
4.3	Controlo de qualidade .....	50
4.3.1	Solidez à lavagem .....	50
4.3.2	Solidez à fricção .....	51
4.3.3	Avaliação do manchamento .....	52
4.3.4	Avaliação do rendimento da cor .....	53
5	Resultados e discussão .....	54
5.1	Otimização do processo <i>Old Dye</i> .....	54
5.1.1	<i>Fade Out</i> .....	54
5.1.2	<i>Old Dye</i> .....	55
5.1.3	Testes Controlo de Qualidade .....	58
5.1.4	Reserva localizada com corantes reativos .....	59
5.2	<i>Aquarela</i> .....	61
	Temperatura fixação do ligante .....	65
6	Conclusões e sugestões para trabalho futuro .....	72
	Referencias Bibliográficas .....	74
	Anexos .....	76
	Anexo A. Resultados testes solidez à lavagem para os processos de <i>Old Dye</i> e <i>Fade Out</i> ..	76
	Anexo B. Resultados dos testes realizados no espectrofotómetro .....	78
	B.1 Resultados de $\Delta E$ para os tingimentos obtidos com o processo <i>Old Dye</i> e com o processo de <i>Fade Out</i> .....	78
	B.2 Gráficos k/S para as diferentes quantidades de resina para o processo <i>old dye</i> .....	79
	B.3 Gráficos k/S para diferentes tempos em máquina para o processo de <i>fade out</i> .....	84

## Índice de Figuras

Figura 1: Imagens das instalações da empresa .....	2
Figura 2: Fibra de algodão na semente da planta de algodão [1].....	8
Figura 3: Comparação entre os gráficos tensão-deformação do algodão e da viscose [1] .....	10
Figura 4: Imagem representativa da estrutura da seda [4] .....	12
Figura 5: Processo extrusão fibras com o polímero fundido [5] .....	13
Figura 6: Chrysophenine G - Corante amarelo direto [2].....	15
Figura 7:Figura 6: Estrutura química do ácido pirico - corante ácido [2].....	15
Figura 8: Esquema representativo das interações entre os pigmentos, o ligante e as fibras celulósicas [2] .....	16
Figura 9: Estrutura molecular do corante ácido violeta [7] .....	17
Figura 10: Esquema representativo de um tingimento com corantes dispersos [8] .....	18
Figura 11: Exemplo da estrutura de um corante direto.....	19
Figura 12:Esquema representativo da ligação entre o corante direto Congo Red e uma fibra celulósica [2].....	19
Figura 13:Estrutura de um corante reativo [2] .....	20
Figura 14:Representação dos corantes reativos substantivos [2] .....	21
Figura 15: Interações entre corantes reativos com dois átomos de Cloro, a água e a celulose [2] .....	21
Figura 16: Interações entre corantes reativos (em cima) com um átomo de cloro e corantes Ramazol (em baixo), com a água e a celulose [2] .....	22
Figura 17: Reação que ocorre entre o corante reativo e a fibra celulósica com libertação de HCl [2] .....	23
Figura 18: Interação entre o corante (D) e os grupos amino da fibra da lã [5].....	24
Figura 19: Interação entre um corante reativo e grupos hidroxilo presentes na fibra de algodão [7] .....	25
Figura 20: Esquema de um tingimento típico por esgotamento [3] .....	25
Figura 21: Esquema representativo de um tingimento contínuo com corantes reativos [10] ...	26
Figura 22: Testemunho Multifibras.....	29
Figura 23: Escala de cinzentos para avaliação do manchamento .....	30
Figura 24: Esquema tingimento reativo .....	35
Figura 25: Perlita (à esquerda) e pedra pomes (à direita) utilizados na empresa para a realização do fade out. ....	36
Figura 26: Exemplo de aplicação, através de pincelado, da resina Nofelding RE .....	39
Figura 27: Máquina utilizada na realização do fade out .....	45
Figura 28: Máquina de laboratório utilizada para tingir e aplicar a resina nos testes do processo old dye.....	46
Figura 29: Acabamento aguarela realizado com água .....	48
Figura 30: Acabamento aguarela realizado apenas com sal .....	48
Figura 31: Acabamento aguarela realizado com o cationizador concentrado Mordiente M New .....	49
Figura 32: Acabamento aguarela realizado com o cationizador Elektrorep .....	49
Figura 33: Acabamento aguarela realizado com o cationizador Rialresin Fluo .....	49
Figura 34: Método de secagem ao ar ambiente para o processo aguarela.....	50
Figura 35: Gyrowash para a realização de ensaios de solidez à lavagem .....	51
Figura 36: Crockmeter para a realização de ensaios de solidez à fricção .....	52

Figura 37: Resultados testes realizados em fade out com perlita .....	54
Figura 38: Resultados testes realizados em fade out com pedra pomes .....	55
Figura 39: Peças manchadas obtidas com o processo old dye .....	55
Figura 40: Contraste obtido na peça para uma concentração de 5 g/L de Nofelding RE .....	56
Figura 41: Contraste obtido na peça para uma concentração de 7,5 g/L de Nofelding RE .....	56
Figura 42: Contraste obtido na peça para uma concentração de 10 g/L de Nofelding RE .....	56
Figura 43: Contraste obtido na peça para uma concentração de 12,5 g/L de Nofelding RE .....	57
Figura 44: Contraste obtido na peça para uma concentração de 15 g/L de Nofelding RE .....	57
Figura 45: Resultados da aplicação de 15 g/L de Nofelding RE.....	59
Figura 46: Resultados da aplicação de 30 g/L de Nofelding RE.....	59
Figura 47: Resultados da aplicação de 60 g/L de Nofelding RE.....	60
Figura 48: Resultados da aplicação de 80 g/L de Nofelding RE.....	60
Figura 49: Resultados da aplicação de 100 g/L de Nofelding RE .....	60
Figura 50: Resultado do teste com uma menor diferença de concentrações de corantes e 30 g/L de Nofelding RE .....	61
Figura 51: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com água.....	62
Figura 52: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com sal .....	62
Figura 53: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com Mordient M New.....	62
Figura 54: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com RialResin Fluo .....	63
Figura 55: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com Eletrorep .....	63
Figura 56: Resultados da aplicação das resinas com um pincel.....	64
Figura 57: Acabamentos manchados devido à elevada temperatura a que foram sujeitos durante a fixação.....	65
Figura 58: Testes de solidez à fricção realizados depois dos testes com 100,150 e 200 g de Ligante RFN por cada kg de malha .....	66
Figura 59: Testes de solidez efetuados depois da utilização do Asufix MF .....	68
Figura 60: Resultados teste de solidez à fricção a húmido .....	69
Figura 61: Tingimento vegetal e respetivos resultados de solidez à fricção depois da utilização de 40 ml/L de Fixamin PUK .....	70
Figura 62: Gráfico k/s para o teste com 5g/L de resina .....	79
Figura 63: Gráfico k/s para o teste com 7,5 g/L de resina.....	80
Figura 64: Gráfico k/s para o teste com 10 g/L de resina .....	81
Figura 65: Gráfico k/s para o teste com 12,5 g/L de resina .....	82
Figura 66: Gráfico k/s para o teste com 15 g/L de resina .....	83
Figura 67: Gráfico k/s para o teste de 3 minutos em máquina.....	84
Figura 68: Gráfico k/s para o teste de 6 minutos em máquina.....	85
Figura 69: Gráfico k/s para o teste de 9 minutos em máquina.....	85
Figura 70: Gráfico k/s para o teste de 12 minutos em máquina.....	85

## Índice de Tabelas

Tabela 1: Classificação das fibras quanto à sua origem [2].....	7
Tabela 2: Comparação da performance no tingimento de diferentes fibras [1] .....	7
Tabela 3: Composição química do algodão [1] .....	9
Tabela 4: Condições de tingimento por exaustão com corantes reativos [2].....	22
Tabela 5: Relação entre o tempo, a Temperatura e o número de esferas num teste de solidez à lavagem .....	51
Tabela 6: Resultados testes solidez à lavagem com os produtos concentrados .....	66
Tabela 7: Resultados testes de solidez à fricção sem aplicação de qualquer produto .....	67
Tabela 8: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 100g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção .....	67
Tabela 9: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 150g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção .....	67
Tabela 10: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 200g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção .....	67
Tabela 11: Resultados do teste de solidez depois do teste efetuado com o Asufix MF .....	68
Tabela 12: Resultados de solidez de acordo com diferentes concentrações de Fixamin .....	69
Tabela 13: Resultados teste de solidez à lavagem para diferentes concentrações de resina Nofelding RE .....	76
Tabela 14: Resultados teste de solidez à lavagem para diferentes tempos em máquina nos testes de desgaste com fade out .....	76
Tabela 15: Resultados de $\Delta E$ para as diferentes quantidades de resina aplicadas.....	78
Tabela 16: Resultados de $\Delta E$ para o processo de fade Out de acordo com os diferentes tempos passados em máquina.....	78



## 1. Introdução

O trabalho realizado nesta dissertação foi desenvolvido na empresa Quinta & Santos Score - Lavandaria e Tinturaria, no âmbito da unidade curricular de dissertação e estágio do 2º ano do Mestrado em Engenharia Química do Instituto Superior de Engenharia do Porto.

### 1.1 A Empresa

O trabalho realizou-se na empresa Quinta e Santos, situada na freguesia da Várzea, concelho de Barcelos. Esta empresa dedica-se ao tingimento, acabamento e lavagem de peças confeccionadas.

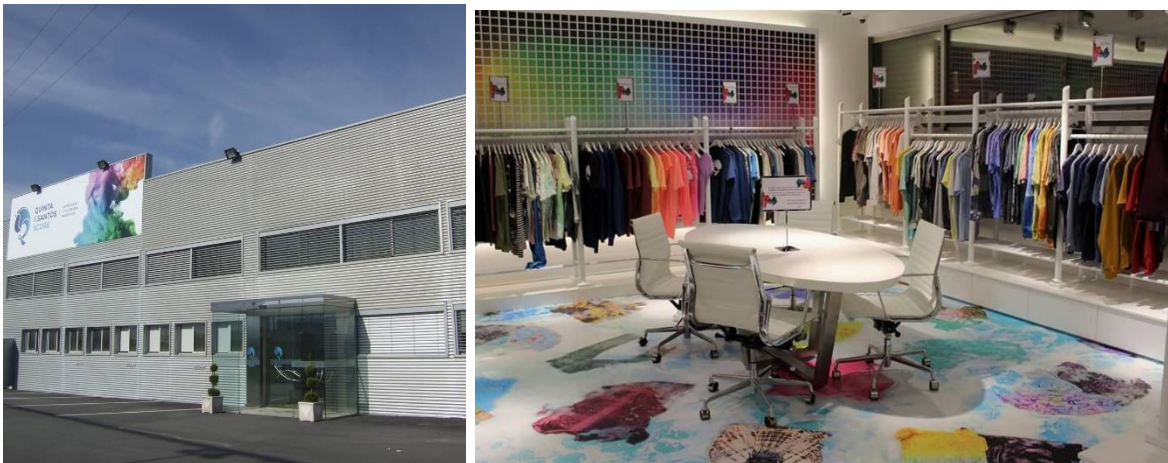


Figura 1: Imagens das instalações da empresa

A empresa tem como principal missão melhorar a eficácia, criatividade e competitividade dos seus clientes. Deste modo, a empresa procura criar serviços e soluções inovadoras que satisfaçam as necessidades dos clientes, assim como, prestar um serviço de qualidade que assente na maior competência, ao menor custo e com a maior simpatia.

### 1.2 O setor têxtil

A fileira têxtil, setor de atividade extenso e multifacetado, com apostas na criatividade e no conhecimento científico e técnico nos mais variados âmbitos, desenvolve e fabrica

produtos para aplicações tão diferenciadas quanto podem ser o têxtil-lar, o vestuário casual, os fornecimentos para o habitáculo automóvel e o fabrico de fibras de reforço estrutural de compósitos para a aeronáutica. Para concretizar aplicações e ter sucesso no mercado global e competitivo, a indústria têxtil tem de inovar quotidianamente em materiais, tecnologias, processos industriais e modelos de negócio.

Este setor de atividade predomina na região Norte do país. O grande polo da indústria têxtil encontra-se na região do Ave, embora existam outras com grande relevância, como as regiões do Cávado, Grande Porto, Tâmega e Grande Lisboa.

O processo produtivo têxtil é constituído fundamentalmente por 4 etapas: produção de fio, produção de tecido, ultimação e confeção.

A produção de fio inclui a preparação da matéria prima e a fiação.

A produção de tecido consiste no fabrico de malha a partir de fio cru ou tingido. Caso se proceda à fabricação de tecido ou malha com motivos a cores, é necessária a utilização de fio tingido, seguindo o tecido diretamente para a secção de acabamentos químicos ou mecânicos. Se o tecido ou malha a produzir for de uma só cor, a utilização de fio cru ou fio tinto é uma opção da empresa, que depende de inúmeros fatores como o tipo de encomenda, tipo de matérias primas, entre outras. Existe ainda dentro desta etapa o fabrico de tapetes e carpetes, existindo empresas dedicadas exclusivamente a este tipo de produção.

A ultimação envolve os mais diferenciados processos, como a preparação para o tingimento, o tingimento, a estamparia, os acabamentos químicos e os acabamentos mecânicos.

Na última etapa, a confeção, procede-se ao fabrico de têxteis lar, têxteis técnicos, vestuário, entre outras.

### 1.3 Objetivos do trabalho

Este trabalho foca-se apenas nas operações de tingimento e nos acabamentos que permitem que a peça tenha as características adequadas à sua utilização ou às características exigidas pelo cliente para obter um determinado efeito estético.

Sendo assim, estudaram-se dois processos de acabamento tendo em vista o seu melhoramento e otimização, nomeadamente o *old dye* e o aguarela que serão descritos com rigor ao longo do trabalho.

## 1.4 Organização do trabalho escrito

A dissertação está organizada em 6 capítulos.

No capítulo 1 é feita uma introdução breve que reúne informações sobre o âmbito e os objetivos deste trabalho, como também informações sobre a empresa onde foi realizado e o setor de atividade da indústria têxtil em geral.

No capítulo 2, apresentam-se os fundamentos teóricos relacionados com o tema, onde se descrevem as diferentes matérias primas da indústria têxtil, como os diferentes tipos de fibras, de corantes e de tingimentos. É referido também o modo como se efetua o controlo de qualidade e os diferentes tipos de testes.

No capítulo 3 descrevem-se com rigor os processos a estudar, os problemas encontrados e os objetivos do estudo.

No capítulo 4 é feita uma descrição do trabalho experimental a desenvolver tendo em conta os objetivos descritos no capítulo anterior.

No capítulo 5 apresentam-se os resultados do trabalho experimental e é feita uma discussão aos mesmos.

No capítulo 6 apresentam-se as conclusões do estudo e sugestões para trabalho futuro.



## 2 Fundamentos teóricos

Neste capítulo do trabalho apresenta-se uma breve contextualização sobre as matérias primas utilizadas na indústria têxtil, nomeadamente os principais tipos de fibras e de corantes, assim como um enquadramento legal e uma explicação relativa ao modo como se efetua o controlo de qualidade em tinturaria.

### 2.1 Fibras têxteis e a sua classificação

As fibras têxteis podem ser definidas como sendo matérias primas têxteis geralmente caracterizadas por terem flexibilidade, baixa espessura, e uma elevada razão comprimento-espessura. Os processos utilizados para produzir materiais têxteis podem ser subdivididos em 4 grupos principais [1]:

- Produção de fibras que podem ser naturais ou feitas pelo Homem;
- Produção de fio com técnicas diferentes consoante o tipo de fibra;
- Fabrico de tecidos, malhas e não tecidos, tapetes, teias e outros materiais em folha;
- Acabamentos têxteis incluindo branqueamento, tingimento, estampagem e tratamentos especiais que visam dar ao produto final propriedades específicas como repelência à água e antibacteriana e propriedades retardantes da chama, entre outras.

As fibras são normalmente classificadas em duas classes principais: naturais e feitas pelo homem. Todas as fibras provenientes de fontes naturais (animais, plantas e minerais) e que não requerem formação ou reformação de fibras são classificadas como naturais.

As fibras sintéticas e as fibras regeneradas têm ambas a intervenção humana, uma vez que o homem está envolvido no processo de formação da fibra, ao passo que as fibras naturais são providas pela natureza na forma com que vão ser utilizadas.

As fibras naturais incluem as proteicas como a lã e a seda, as fibras de celulose como o algodão e o linho, e as fibras minerais de amianto.

As fibras regeneradas incluem o rayon, os acetatos de celulose, as proteínas regeneradas, fibras de vidro e borracha.

As fibras sintéticas incluem as poliamidas, os poliésteres, as fibras acrílicas e as fibras elastoméricas.

A tabela 1 contém uma síntese desta classificação que vai sendo continuamente renovada, principalmente devido aos avanços verificados na produção de fibras feitas pelo Homem [2].

A montagem individual no fio que é seguida pela conversão do fio num tecido e malha é importante para o tingimento e afeta o seu rendimento e as características do produto final. Na tabela 2 pode-se ver uma comparação de algumas propriedades para as fibras de algodão, viscose e poliéster.

Tabela 1: Classificação das fibras quanto à sua origem [2]

<b>Fibras Naturais</b>			<b>Fibras Artificiais</b>	
<b>Proteínas</b>	<b>Celulose</b>	<b>Mineral</b>	<b>Regeneradas</b>	<b>Sintéticas</b>
Lã	Algodão	Amianto	Viscose	Nylon ou Poliamida
Seda	Linho		Acetato de Celulose	Poliéster
			Proteínas Regeneradas	Acrílico

Tabela 2: Comparação das propriedades de diferentes fibras [1]

<b>Propriedades</b>	<b>Algodão</b>	<b>Viscose</b>	<b>Poliéster</b>
<b><u>Conforto</u></b>			
Absorção de água	Bom	Muito Bom	Pobre
Proteção térmica	Boa	Muito Boa	Pobre
Permeabilidade ao ar	Muito boa	Boa	Pobre
Suavidade	Pobre	Boa	Muito boa
Dissipação de eletricidade estática	Boa	Muito Boa	Pobre
<b><u>Estética</u></b>			
Brilho	Pobre	Muito bom	Muito bom
Recuperação do vinco	Pobre	Pobre	Muito boa
Uniformidade	Pobre	Muito boa	Boa
<b><u>Performance</u></b>			
Resistência ao pilling	Boa	Muito Boa	Pobre
Resistência à lavagem	Boa	Pobre	Muito boa

### 2.1.1 Fibras Celulósicas

A celulose é o principal constituinte de todos os tipos de vegetação, como tal, um grande número de plantas é fonte de fibras celulósicas [3].

As fibras celulósicas são conhecidas por absorverem grandes quantidades de água (cerca de 25-30%, a 100% de humidade relativa e 25°C). A celulose possui na sua constituição partes cristalinas e partes amorfas. O elevado peso molecular e a cristalinidade da celulose são

responsáveis pelas suas boas propriedades mecânicas e as estruturas fibrilares e amorfas conferem carácter hidrofílico e absorvidade.

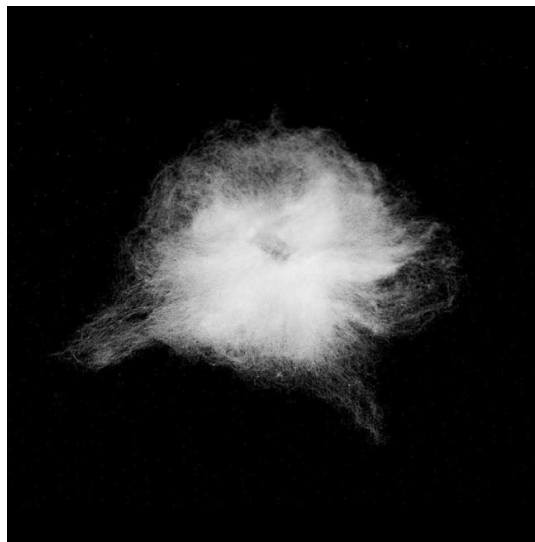
As fibras celulósicas são suscetíveis a hidrólise por soluções quentes de ácidos minerais. Devido a esta sensibilidade, estes tipos de fibras nunca são tingidos a um pH abaixo de 3-4 e nunca devem ser aquecidas, secas ou armazenadas quando contém resíduos de ácidos. Depois do tratamento do material celulósico com uma solução alcalina, o ácido acético é o mais utilizado para a sua neutralização. Este é um ácido fraco que irá vaporizar durante o tingimento, antes que a sua concentração atinja o ponto a que o pH seja suficientemente baixo para hidrolisar a celulose [3].

- **Algodão:**

O algodão e a viscose são constituídos maioritariamente por celulose, no entanto, possuem propriedades físicas muito diferentes devido ao facto de terem morfologias e arranjos moleculares distintos.

A fibra de algodão é uma das fibras têxteis mais importantes de origem vegetal e representa cerca de 1/3 da produção mundial de fibras têxteis.

As fibras de algodão crescem na superfície das sementes da planta do algodão (Figura 2) que cresce em climas tropicais. Esta fibra contém cerca de 90-95% de celulose [1].



*Figura 2: Fibra de algodão na semente da planta de algodão [1]*

A fibra de algodão também contém ceras, pectinas, ácidos orgânicos e substâncias inorgânicas que produzem cinzas quando a fibra é queimada. Na Tabela 3 encontra-se a composição típica da fibra de algodão.

A fibra de algodão contém partes amorfas e partes cristalinas na sua estrutura e o seu grau de cristalinidade medido utilizando raios-X encontra-se entre 70 e 80 %.

Tabela 3: Composição química do algodão [1]

Componente	Quantidade relativa (%)
Celulose	86.8
Óleos, ceras	0.7
Pectinas	1.0
Hidratos de Carbono	0.5
Proteínas	1.2
Sais	1.0
Água	3.8
Outros	2.0

O algodão é resistente a bases e materiais branqueadores, mas pode ser facilmente danificado por ácidos fortes concentrados, como o ácido clorídrico e o ácido sulfúrico, e oxidantes fortes como o permanganato de potássio e hipoclorito de sódio.

O algodão pode ser tingido utilizando corantes diretos e corantes reativos [1].

- **Outras Fibras celulósicas Naturais**

Tal como o algodão existem outras fibras celulósicas Naturais como por exemplo o linho. É necessária um elevado número de processos para produzir fibras de linho limpas. Os materiais de linho tendem também a enrugam facilmente. Para o acabamento com produtos químicos resistentes ao vinco, a mercerização do linho ajuda a minimizar a diminuição da resistência à abrasão [3].

O Rami é outra fibra vegetal usada em têxteis. Estes diferentes tipos de fibras celulósicas têm morfologias diferentes do algodão e são uma forma menos pura de celulose, contendo uma menor quantidade de celulose. Têm um comportamento de tingimento semelhante, mas não tingem com a mesma profundidade de cor que o algodão com uma determinada quantidade de mesmo corante [3].

- **Fibras regeneradas de celulose**

A Viscose é uma das fibras regeneradas de celulose mais utilizadas e é produzida pelo rearranjo das moléculas da celulose natural obtida a partir da madeira [1].

A celulose regenerada possui um grau de polimerização e de cristalinidade muito menores que os do algodão. Sendo assim, a viscose é muito menos rígida e mais plástica do que o algodão como demonstrado nos gráficos tensão-deformação da Figura 3. Neste gráfico

podemos ver que a viscose é menos resistente à tensão que as fibras de algodão, especialmente quando húmida.

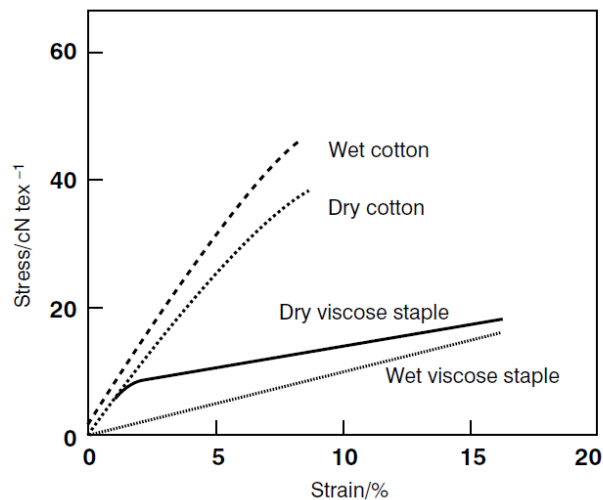


Figura 3: Comparação entre os gráficos tensão-deformação do algodão e da viscose [1]

O baixo grau de polimerização e de cristalinidade fazem da viscose, uma fibra com maior acessibilidade para a água e para soluções químicas que o algodão. Como tal, a viscose, é capaz de absorver água, fazendo-a inchar, permitindo um aumento da sua extensibilidade em 20%. Esta propriedade da viscose é contrastante com o algodão, uma vez que o algodão incha apenas ligeiramente em contacto com a água. As fibras de algodão são mais resistentes que a viscose, mesmo quando húmidas.

Como é essencialmente constituída por celulose, a viscose tem as mesmas propriedades químicas que o algodão, no entanto irá ter a capacidade de reagir quimicamente mais rápido que o algodão e tende a ser reativa em condições para as quais o algodão é normalmente estável.

Também por serem quimicamente semelhantes, a viscose pode ser tingida com os corantes utilizados para tingir algodão, no entanto, a velocidade do tingimento e a quantidade de corante absorvido variam. Se tentarmos tingir uma mistura viscose/algodão com um corante utilizado tipicamente para tingir algodão, será de esperar que a viscose tenha um maior rendimento, uma vez que possui maior acessibilidade para as soluções [3].

As peças feitas com fibras de viscose são geralmente macias, confortáveis em ambientes quentes e húmidos, são boas absorventes e fáceis de tingir. Por outro lado, as fibras de viscose têm baixa estabilidade dimensional e tendem a alargar [1].

### 2.1.2 Fibras Proteicas

O pêlo animal é constituído por proteínas complexas, sendo que o pelo das ovelhas e das cabras é particularmente importante para a indústria têxtil. Em termos de quantidade, a lã é a fibra proteica mais utilizada industrialmente, no entanto a *cashmere* e o *mohair* são também significantes pelo seu valor comercial. Esta classe de fibras também inclui a seda, um filamento duplo segregado pelo bicho da seda. O consumo mundial de fibras proteicas é de apenas 6% em relação a outras fibras têxteis, sendo que esta proporção ainda acaba por ser mais reduzida, devido ao facto de as fibras sintéticas estarem acessíveis mais facilmente.

- **Lã**

A lã é constituída por diferentes polipéptidos com diferentes massas moleculares e diferentes aminoácidos, cuja quantidade depende da parte da fibra analisada, da espécie de ovelha e da sua alimentação e a influência de diferentes fatores combinados como o calor, a humidade e exposição das fibras à luz. No entanto, a principal proteína existente nas fibras da lã é a  $\alpha$ -queratina. As moléculas na cadeia polipeptídica estão ligadas por ligações covalentes entre o grupo COOH e o grupo NH<sub>2</sub> das moléculas resultando num grupo funcional CONH, designado por ligação peptídica [3].

A lã possui uma boa resistência à tensão e uma boa elasticidade, sendo que pode voltar ao seu tamanho original depois de um alongamento até 30%. O seu alongamento à rutura é de cerca de 35% em condições secas e 45% em condições húmidas, embora a sua resistência à tensão diminui 10-20% quando humedecida.

Esta fibra absorve bem humidade e pode reter uma quantidade de água de até 30% do seu peso seco. Esta propriedade faz dela uma fibra fácil de tingir.

Os tratamentos alcalinos podem danificar a lã, tornando-a menos resistente e correndo o risco de amarelecer. Por outro lado, a lã é resistente a ácidos diluídos, que são usados para remover impurezas da fibra. No entanto, ácidos concentrados podem desintegrar a estrutura da lã.

A lã pode ser tingida usando corantes diretos, reativos, complexos metálicos e ácidos, sendo os últimos os mais utilizados [1].

- **Seda**

A seda é uma fibra proteica produzida como um filamento contínuo pela larva de algumas espécies de insetos e aranhas, sendo a mais comum a que é produzida pelo bicho-da-

seda, que produz seda na forma de dois filamentos que contêm maioritariamente fibroína e que são mantidos juntos por uma proteína designada por sericina (Figura 4: Imagem representativa da estrutura da seda).

A seda é uma fibra natural valiosa devido à sua elevada resistência à tensão, elevado alongamento à rutura e fácil manuseio.

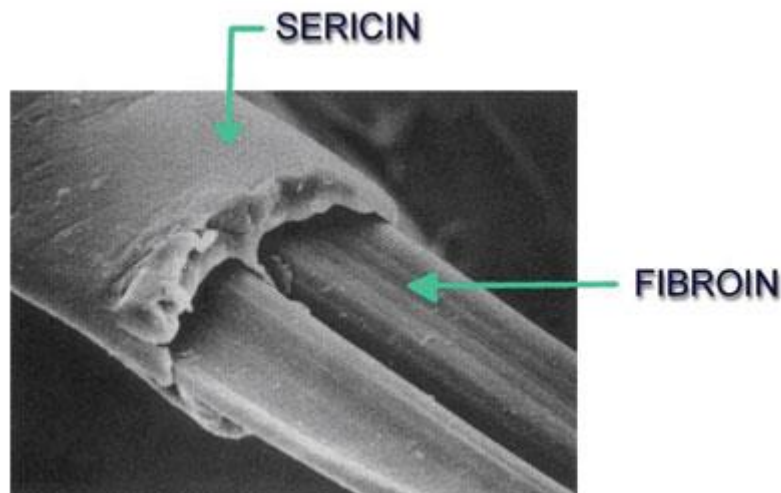


Figura 4: Imagem representativa da estrutura da seda [4]

### 2.1.3 Fibras sintéticas

As fibras sintéticas são produzidas a partir de substâncias orgânicas simples, normalmente derivadas do petróleo e são muito distintas das fibras naturais e das fibras regeneradas de polímeros naturais, como a celulose. Em particular, o tingimento de fibras sintéticas é muito diferente das fibras naturais e o progresso no desenvolvimento de fibras sintéticas tem envolvido novas tecnologias de tingimento.

Os principais polímeros usados em fibras sintéticas são a poliamida (nylon), o poliéster e o poliácronitrilo, mais conhecido como acrílico. Os dois primeiros são sintetizados por reações de policondensação e o último por adição de radicais.

As fibras sintéticas têm excelentes propriedades e compreendem cerca de 40% das fibras produzidas mundialmente.

Todas as fibras sintéticas são produzidas pela extrusão de filamentos contínuos, quer do polímero fundido quer da sua solução num solvente, através de pequenos orifícios numa placa de metal. A placa de metal é designada por *spinneret* e a extrusão é designada por *spinning*. Na fiação por fusão, os filamentos de polímero são obtidos por arrefecimento suave do polímero

fundido extrudido (Figura 5: Processo extrusão fibras com o polímero fundido [5] ), enquanto no processo de solução, os filamentos formam-se após evaporação do solvente, ou coagulação num banho de substâncias químicas adequadas [3].

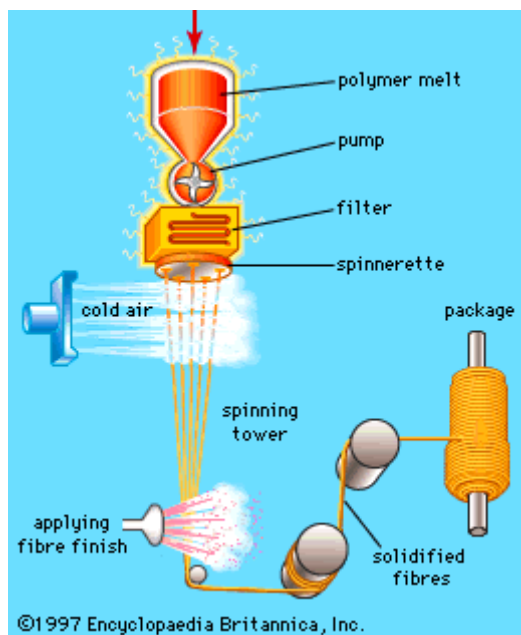


Figura 5: Processo extrusão fibras com o polímero fundido [5]

- **Poliamida (nylon)**

As fibras de poliamida são polímeros lineares com unidades estruturais ligadas por grupos funcionais de amida (NHCO). Estas fibras não são totalmente hidrofóbicas e absorvem água à temperatura ambiente [1].

Normalmente as poliamidas são tingidas com corantes aniônicos ácidos numa solução ácida pouco concentrada. Estas fibras estão suscetíveis à hidrólise por soluções ácidas concentradas. Por esta razão, raramente o tingimento é efetuado a valores de pH abaixo de 3.

As poliamidas são fibras resistentes e moderadamente elásticas, mesmo depois de tingir, podendo, as suas propriedades mecânicas variar consideravelmente devido a alterações nas condições de polimerização e processamento. Por exemplo, o seu aquecimento a temperaturas acima da temperatura de transição vítrea provoca o rearranjo das cadeias moleculares, aumentando a estabilidade dimensional do material, a resistência ao desgaste e à lavagem [3].

- **Poliéster**

O poliéster (PET) é uma fibra hidrofóbica, mesmo acima da temperatura de transição vítrea, a penetração de água é mínima. Sendo assim, esta fibra não é sensível a soluções aquosas

de corantes iónicos. As numerosas ligações éster fazem com que esta fibra seja ligeiramente polar e que possa ser tingida com corantes dispersos não iónicos. Depois de serem tingidas, normalmente estas fibras são sujeitas a temperaturas elevadas para assegurar que o corante ficou fixado à fibra [3].

As fibras de PET são resistentes à ação de ácidos diluídos, soluções alcalinas e solventes orgânicos, mas podem ser danificadas a elevadas concentrações [1].

As cadeias poliméricas do PET são extensas e relativamente rígidas devido à existência de anéis benzénicos. Os filamentos de PET têm maior módulo de elasticidade que o nylon e são menos extensíveis e flexíveis. Permitem obter fibras de boa estabilidade dimensional, resistência ao vinco e retenção da forma, mesmo quando molhada.

Como o PET é um material termoplástico, deformações permanentes podem ser adquiridas por elevada pressão a quente.

As fibras de PET são resistentes, fáceis de secar e estáveis nas condições de processamento. Estas fibras permitem obter produtos 100% poliéster e misturas algodão/poliéster com excelentes propriedades têxteis.

- **Fibras Acrílicas**

As fibras acrílicas são fibras sintéticas que contem poliácrlonitrilo (PAN) contendo pelo menos 85% em peso de unidades de acrlonitrilo. A presença de outros tipos de monómeros destrói a regularidade da estrutura, diminui a cristalinidade do polímero e aumenta a capacidade de difusão do corante na fibra.

As fibras acrílicas são hidrofóbicas e também podem ser tingidas com corantes dispersos, mas com piores resultados de solidez.

Apesar de as fibras acrílicas estarem muito aquém do consumo de poliéster e poliamidas, estas fibras proporcionam tecidos com um toque macio e quente que proporciona um bom isolamento térmico. Por este motivo, e por não precisarem de muitos cuidados no manuseamento, as fibras acrílicas podem substituir a lã.

O grande número de possíveis variações no seu processamento, tem resultado num grande número fibras acrílicas comerciais com diferentes propriedades. A maior parte dos produtos têm baixa cristalinidade, mas têm um elevado grau de orientação da cadeia polimérica, boas propriedades mecânicas e excelente resistência à luz, mostrando pouco ou nenhum amarelecimento quando expostos à luz.

As fibras acrílicas são normalmente inertes e têm boa resistência a químicos incluindo soluções diluídas ácidas e alcalinas.

## 2.2 Corantes e Pigmentos

Os corantes e os pigmentos são substâncias capazes de transmitir a sua cor para um dado substrato em que estão presentes [6].

Os pigmentos podem ser coloridos, sem cor ou fluorescentes e de origem orgânica ou inorgânica. Estão normalmente dispersos na forma de cristal ou pó no seu meio de aplicação. As propriedades de cor dependem do tamanho da partícula e da forma do pigmento. Os pigmentos tendem a ser estáveis ao calor, resistentes a solventes, à luz e têm pouco brilho [6].

Os corantes devem ser solúveis no seu meio de aplicação, normalmente a água. Alguns tipos também exibem alguma substantividade com o material a ser tingido e possuem 3 partes essenciais na sua estrutura: o cromóforo, o cromogéneo e o auxocromo.

O cromóforo é um grupo insaturado que absorve e reflete luz, que permite obter um tom. O cromogénio retém o cromóforo e é importante para determinar o tom final e a afinidade do corante para a fibra, solidez e estabilidade. O auxócromo contém um grupo ácido ou básico na sua estrutura para intensificar a profundidade da sombra.

A adição de substituintes à estrutura do corante depende da sombra e a sua profundidade varia com o aumento do peso molecular do corante [2].

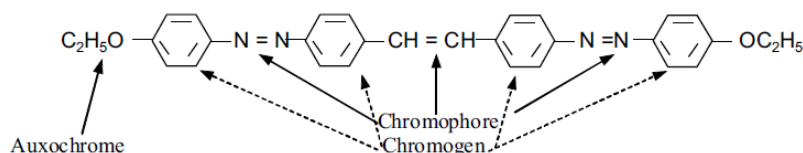


Figura 6: Chrysofenine G - Corante amarelo direto [2]

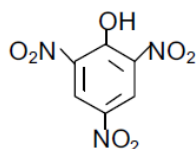


Figura 7: Estrutura química do ácido pirídico - corante ácido [2]

Na Figura 6, é apresentada a estrutura química do corante amarelo direto, cujos cromóforos são  $-N=N-$  e  $-CH=CH-$ , o auxocromo é um grupo  $-OC_2H_5$  de ambos os lados e o cromogéneo é a parte que contém os 3 cromóforos.

Na Figura 7 encontra-se a estrutura química do ácido pirídico, um corante ácido que tem na sua estrutura 3 cromóforos que são grupos nitrosos e o auxocromo é o grupo hidroxilo.

### 2.2.1 Os pigmentos

Os pigmentos são aplicados no têxtil com um ligante sintético, normalmente uma resina com propriedades adesivas, e um catalisador ácido que desenvolve o pH requerido a elevada temperatura para que a resina possa polimerizar.

Os pigmentos não possuem afinidade para a fibra, sendo assim, o ligante viscoso utilizado retém os pigmentos e reage com a fibra, ficando os pigmentos bloqueados entre a camada de ligante e a fibra [2].

Na Figura 8 está um esquema representativo da interação entre o ligante e a fibra, onde também é possível observar a retenção dos pigmentos entre o ligante e a fibra.

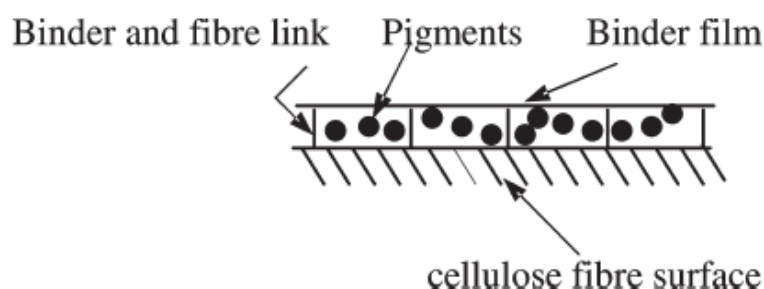


Figura 8: Esquema representativo das interações entre os pigmentos, o ligante e as fibras celulósicas [2]

O ligante deve ser resistente à abrasão e elástico, pelo que se trata, na maior parte das vezes, de um co-polímero de dois monómeros, um dos quais que lhe confere resistência, e outro que lhe dá elasticidade.

No final do tingimento com o pigmento e o ligante, seca-se e depois sobe-se a temperatura para polimerizar o ligante entre 120-150°C.

Atualmente, encontram-se no mercado resinas auto-polimerizáveis que dispensam a utilização do catalisador indicado acima.

A longevidade da cor final depende da força da ligação química entre a fibra e o ligante. Quanto mais forte a interação, maior a longevidade da cor e maior a solidez.

Como referido anteriormente, os pigmentos podem ser de origem orgânica e inorgânica.

Devido à falta de afinidade para a fibra, os pigmentos inorgânicos são desenvolvidos *in situ*. Os pigmentos inorgânicos podem incluir pós brancos de ZnO, ZnS, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (castanho avermelhado). A combinação de pigmentos inorgânicos também pode ser útil para encontrar outras cores.

Os pigmentos orgânicos são aplicados através de um banho concentrado para tingir, ou de uma pasta para estampar. Para uma coloração eficiente, os pigmentos devem apresentar boa

solidez à lavagem, à luz, a solventes e à fricção. No entanto, a estabilidade da pasta ou do banho dependem do tamanho da partícula e da sua distribuição, dispersão, absorção de óleo, reologia, carga elétrica, estrutura cristalina, solubilidade, pureza, entre outras características. A solidez à luz aumenta com o tamanho da partícula, no entanto o aumento das partículas irá fazer diminuir o rendimento da cor [1].

Tingir com pigmentos permite vantagens e desvantagens. Como vantagens pode-se enumerar o facto de poder ser aplicado a qualquer tipo de fibra, têm um baixo custo e permite a eliminação de lavagens finais. Como desvantagens, os pigmentos conferem um toque áspero à peça e baixa solidez à fricção.

### 2.2.2 Corantes ácidos

Os corantes ácidos são principalmente sais de ácido sulfúrico ou ácido carboxílico e são aplicados a partir de um banho ácido, daí terem o nome de "corante ácido".

Estes corantes caracterizam-se por substâncias com estrutura química baseada em compostos azo, antraquinona, triarilmetano, azina, xateno, entre outros, que oferecem uma faixa ampla de coloração e grau de fixação [7].

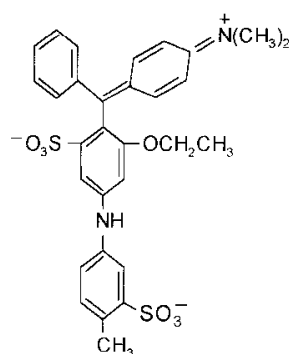
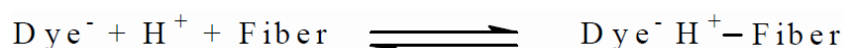


Figura 9: Estrutura molecular do corante ácido violeta [7]

Os corantes ácidos possuem afinidade a fibras proteicas como a lã e a seda e algumas fibras sintéticas como o nylon e o acrílico.

Com a adição do ácido ao banho, a natureza catiónica da lã aumenta com a geração de mais grupos  $-NH_3^+$ . Quando o corante é adicionado ao banho que contem a lã cationizada, o corante, de natureza aniónica, cria uma ligação iónica com a fibra, ficando então agarrado a ela.

O processo de tingimento é reversível e pode ser descrito pela seguinte reação:



As propriedades de solidez variam com a constituição química e com a fibra a que o corante vai ser aplicado [2].

### 2.2.3 Corantes dispersos

Os corantes dispersos são eletricamente neutros e insolúveis em água. No entanto, estes corantes possuem substantividade para fibras hidrofóbicas como o poliéster e o acetato de celulose, sendo usados para tingi-las.

As fibras de poliéster possuem uma estrutura muito cristalina e têm uma temperatura de transição vítrea,  $T_g$ , muito elevada, por isso, esta fibra requer uma temperatura muito elevada para que possa ser tingida. Para tingir a esta temperatura, pode ser utilizado o método HTHP (High Temperature High Pressure) que requer equipamento especializado para se atingirem estas condições. Como alternativa, as fibras podem ser tingidas num banho quente à Pressão Atmosférica, na presença de plastificantes, que vão baixar a  $T_g$  do poliéster [1].

Os corantes são transferidos no seu estado molecular do banho para a fibra através de um processo de deposição de superfície, absorção e difusão [2].

A inclusão de um agente dispersante no banho é um fator crucial na aplicação dos corantes dispersos, uma vez que provocará a formação de micelas, que estão aptas para solubilizar as moléculas do corante disperso, conferindo-lhe uma maior solubilidade aparente (Figura 10). O corante é transferido para a fibra através das micelas que, quando largam o corante, se regeneram e dissolvem mais corante.

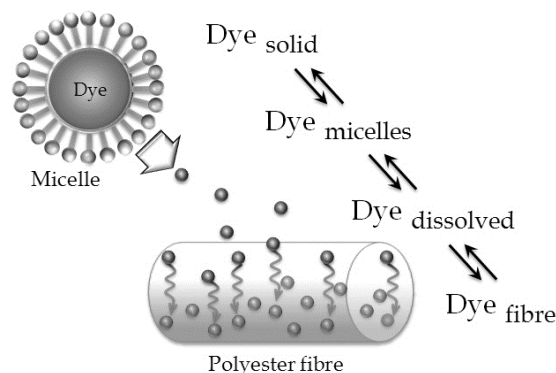


Figura 10: Esquema representativo de um tingimento com corantes dispersos [8]

## 2.2.4 Corantes diretos

Os corantes diretos podem ser definidos como corantes aniônicos que possuem substantividade para o algodão e outras fibras celulósicas, quando aplicados a partir de um banho aquoso que contem um eletrólito [8], sendo o sal o mais utilizado [3]. No entanto, os corantes diretos são ainda capazes de tingir outras fibras como as poliamidas, a lã e a seda.

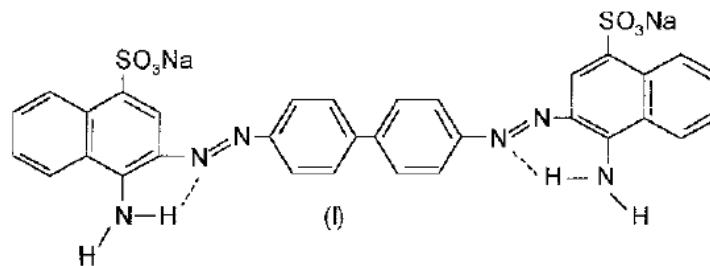


Figura 11: Exemplo da estrutura de um corante direto

Apesar de terem estruturas semelhantes aos corantes ácidos, os corantes diretos têm geralmente maiores pesos moleculares e cadeias moleculares mais extensas. No entanto, não há nenhuma demarcação clara entre corantes ácidos e diretos. Alguns diretos tingem fibras proteicas e poliamidas, no entanto poucos corantes ácidos são capazes de tingir algodão [3].

As interações corante-fibra podem acontecer de diversas formas. Com o algodão formam-se pontes de hidrogénio e interações de Van der Waals, com o nylon, a lã e a seda formam-se ligações iónicas.

A celulose adquire carga negativa na sua imersão em água, isto faz com que as moléculas aniónicas do corante sejam repelidas. Isto pode ser contrariado pela elevada concentração de iões sódio. Sendo assim o eletrólito facilita a aproximação do corante à fibra, tornando as ligações de hidrogénio ou as forças de Van der Waals mais eficientes [9]. A Figura 12 mostra um esquema da ligação entre o corante direto e uma fibra de celulose. A aplicação de calor também facilita o processo de aproximação do corante à fibra [2].

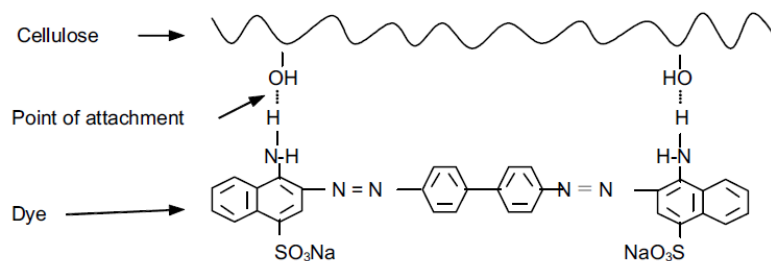


Figura 12: Esquema representativo da ligação entre o corante direto Congo Red e uma fibra celulósica [2]

### 2.2.5 Corantes Reativos

Os corantes reativos formam ligações covalentes com o algodão através de mecanismos de adição ou de substituição nucleofílica. Devido à existência de fortes interações corante-fibra, as propriedades de solidez são normalmente boas, exceto a solidez à lavagem que é mais baixa devido à natureza hidrolítica dos corantes.

Este tipo de corantes será descrito com maior rigor, uma vez que são os utilizados no processo a estudar no decorrer deste trabalho.

No geral, a estrutura de todos os corantes reativos pode ser representada por C-B-A, onde C representa o cromógeno, B representa a ponte formada entre o grupo reativo e o Cromóforo e A representa o grupo reativo da molécula do corante.

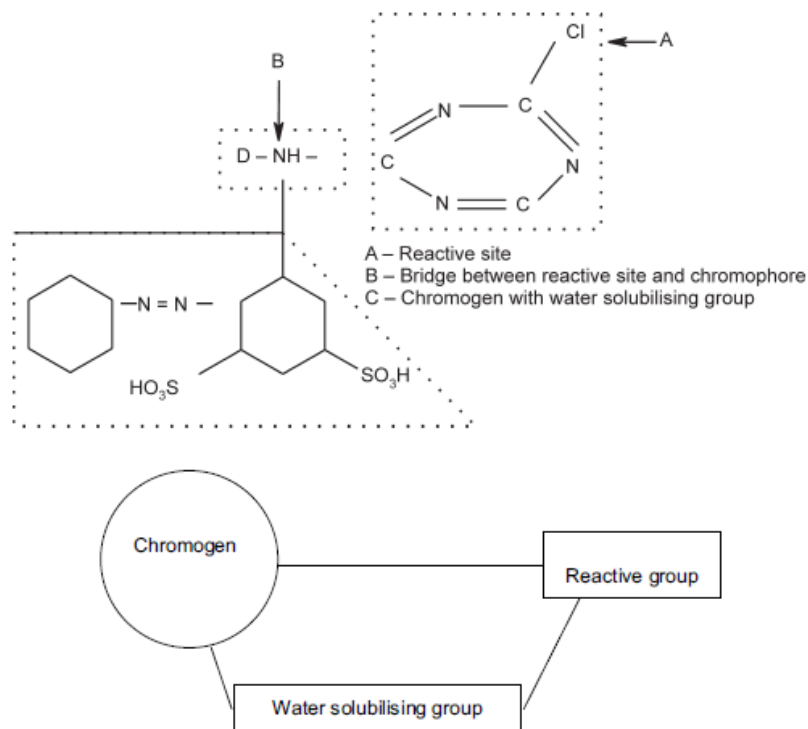


Figura 13: Estrutura de um corante reativo [2]

Os corantes reativos substantivos podem possuir no grupo reativo 1 ou 2 átomos de Cloro. Os corantes que possuem dois átomos de Cloro reativos são chamados *cold brand* ou *M dyes* e aplicados à temperatura ambiente, enquanto que os que possuem apenas um átomo, são chamados *hot brands* ou *H dyes*. A sua estrutura esta representada na Figura 13 [2].

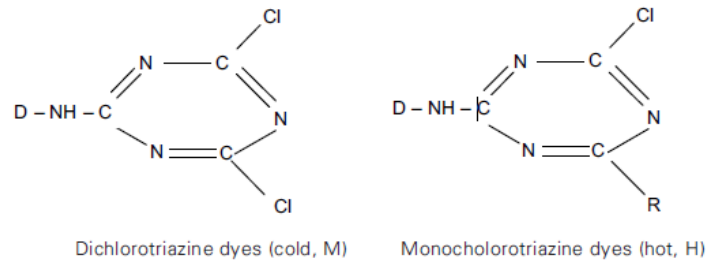


Figura 14: Representação dos corantes reativos substantivos [2]

Os corantes reativos aditivos incluem principalmente corantes de vinil sulfona (corantes de ramazol) possuindo uma fórmula geral  $DSO_2CH=CH_2$ . Estes corantes não dão qualquer subproduto durante a reação com algodão ou água, seguem um mecanismo de adição nucleofílica e são aplicados através da aplicação de calor. A fixação química ocorre em pH alcalino [2].

Os corantes reativos são geralmente solúveis em água, no entanto, tem pobre afinidade ao algodão, necessitando de tingimento por tempo prolongado na presença de excesso de sal.

Como são muito reativos devido à presença de dois átomos de cloro, os *M dyes* estão mais suscetíveis à hidrólise, uma vez que um átomo reage com o algodão e o outro reage com a água (Figura 14), resultando em resultados de solidez piores, uma vez que o corante hidrolisado pode ser removido da fibra. Por outro lado, *H dyes* e *ramazol dyes*, como têm apenas um átomo de cloro e um sitio ativo, respetivamente, ou são hidrolisados e simplesmente não se ligam a fibra, ou reagem com a fibra (Figura 15), dando melhores resultados de solidez [2].

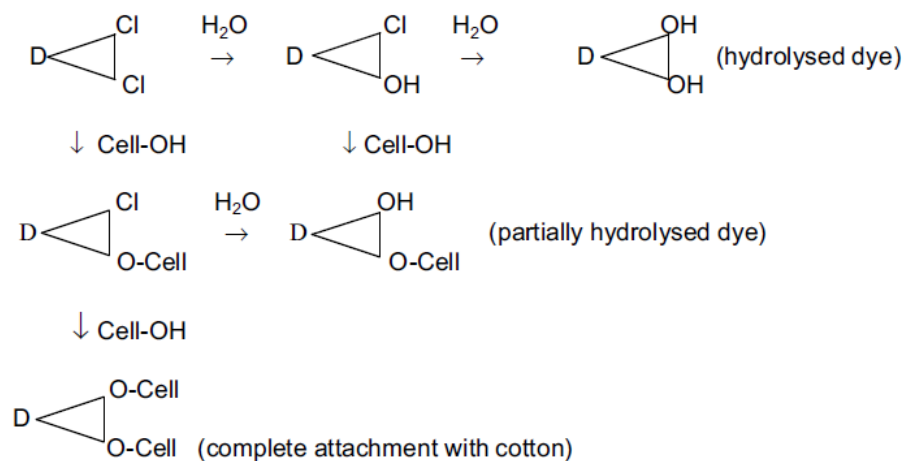


Figura 15: Interações entre corantes reativos com dois átomos de Cloro, a água e a celulose [2]

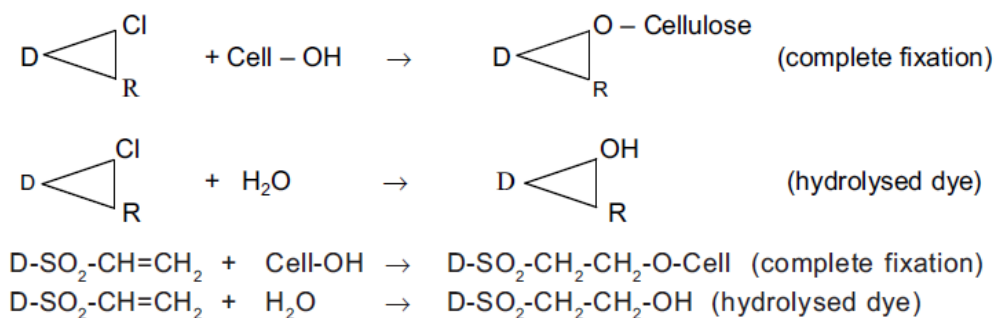


Figura 16: Interações entre corantes reativos (em cima) com um átomo de cloro e corantes Ramazol (em baixo), com a água e a celulose [2]

Para tingir com corantes reativos pode ser aplicado um método de tingimento em contínuo ou por exaustão, sendo o último o mais utilizado. Na Tabela 4, encontram-se as condições de tingimento utilizadas no método de exaustão para corantes reativos [2].

Tabela 4: Condições de tingimento por exaustão com corantes reativos [2]

	M-Brands (% shade)				H-Brands (% shade)			
	≤ 0.5	0.5-2.0	2.0-4.0	≥ 4.0	≤ 0.5	0.5-2.0	2.0-4.0	≥ 4.0
Starting Temperature(°C)		30				40		
Dyeing before salt addition (min)	15	20	25	30	15	20	25	30
Salt (g/l)	20	30	40	50	50	60	75	100
Time of salt treatment (min)	30	30	45	60	30	45	60	60
Temperature of salt treatment (°C)		40-45				75-85		
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g/l) and NaOH (g/l)	5	6	8	10	6	6	8	10
Temperature for fixation (°C)		40-45				70-80		
Time of fixation (min)		45				45		
Washing		Thorough and repeated				Moderate		

Os auxiliares utilizados no tingimento reativo são o sal e carbonato de sódio ou hidróxido de sódio, consoante a reatividade dos corantes utilizados.

Na presença de água, o algodão torna-se aniónico, tal como os corantes reativos que são de natureza aniónica, criando-se então uma grande diferença de potencial entre os dois. O sal adicionado permite diminuir esta diferença de potencial, aproximando o corante da fibra e impulsionando-o a deixar o banho, estabelecendo-se então melhores resultados de exaustão.

Durante a fixação do corante liberta-se ácido clorídrico no banho. A adição de grupos alcalinos ao banho, permite a neutralização do HCl formado. Caso este HCl não seja removido, ocorrerá a reação inversa, promovendo a libertação do corante da fibra (Figura 17). A substância a ser aplicada para fornecer os grupos alcalinos depende da reatividade do corante a ser utilizado. Os *M dyes* são mais reativos, então deve ser utilizado o carbonato de sódio para

controlar a velocidade de fixação e reduzir a velocidade de hidrólise. Os *H dyes* e os *Ramazol* apresentam uma reatividade menor, sendo que o que se costuma utilizar uma combinação entre o carbonato de sódio e o hidróxido de sódio. O pH deve ser mantido até um máximo de 11, uma vez que a partir deste valor, a exaustão diminui e o excesso de alcalinidade promove a hidrólise do corante [2].

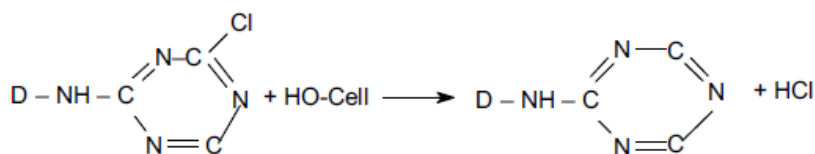


Figura 17: Reação que ocorre entre o corante reativo e a fibra celulósica com libertação de HCl [2]

Depois da etapa de tingimento, deve ocorrer a remoção completa do corante hidrolisado, para que se possam obter melhores resultados de solidez. Esta remoção é feita através do ensaboamento, que é dificultado quando os corantes retidos na fibra também estão hidrolisados (no caso dos *M dyes* que se mantêm na fibra mesmo depois de várias lavagens).

Todos os tingimentos reativos revelam o seu verdadeiro tom na ausência de grupos alcalinos, sendo que deve ser feita uma neutralização com  $\text{CH}_3\text{COOOH}$  depois da fixação e antes do ensaboamento.

Durante o tingimento, existem vários fatores que podem influenciar o seu rendimento, como a relação de banho, a temperatura, o eletrólito, o pH, natureza da fibra e tempo de tingimento.

A afinidade dos corantes reativos é diretamente proporcional à sua estrutura molecular. Corantes com uma estrutura molecular mais pequena, terão menor afinidade e estarão menos propícios a sofrer hidrólise e vice-versa. A solidez do tingimento irá depender da extensão até à qual os corantes hidrolisados foram total ou parcialmente removidos.

Atualmente existem corantes reativos bifuncionais, isto é, corantes com dois grupos funcionais, que podem ser iguais ou formados por compostos diferentes.

Corantes bifuncionais com dois grupos reativos e de reatividade diferente em relação ao algodão, que possuem diferentes condições de fixação ótimas, proporcionam um grau de fixação mais uniforme numa faixa mais ampla de temperatura e pH de fixação do corante, do que os corantes que contêm dois grupos reativos idênticos.

Estes tipos de corantes reativos proporcionam rendimentos de fixação bastante altos e, portanto, menos cor no efluente do tingimento, resultando em menos desperdício de corante.

## 2.3 Interação corante – fibra

A forma de fixação da molécula do corante a essas fibras geralmente é feita em solução aquosa e pode envolver basicamente 4 tipos de interações: ligações iónicas, de hidrogénio, de Van der Waals e covalentes.

- **Interações Iónicas**

São tingimentos baseados em interações mútuas entre o centro positivo dos grupos amino e carboxilatos presentes na fibra e a carga iónica da molécula do corante ou vice-versa. Exemplos característicos deste tipo de interação são encontrados no tingimento da lã, seda e poliamida [7].

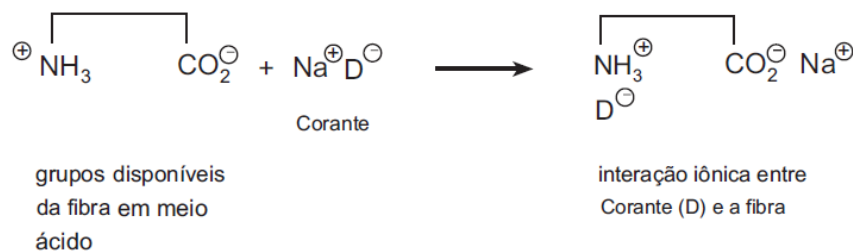


Figura 18: Interação entre o corante (D) e os grupos amino da fibra da lã [5]

- **Interações de Van der Waals**

São tingimentos baseados na interação proveniente da aproximação máxima entre orbitais  $\pi$  do corante e da molécula da fibra, de tal modo que as moléculas do corante são ancoradas firmemente sobre a fibra por um processo de afinidade, sem formar uma ligação propriamente dita.

Esta atração é especialmente efetiva quando a molécula do corante é linear/longa e/ou achatada e pode assim aproximar o máximo possível da molécula da fibra.

Exemplos característicos deste tipo de interação são encontrados no tingimento de lã e poliéster com corantes com elevada afinidade para a celulose [7].

- **Interações de hidrogénio**

São tingimentos provenientes da ligação entre átomos de hidrogénio covalentemente ligados no corante e pares de eletrões livres de átomos dadores em centros presentes na fibra. Exemplos característicos deste tipo de interação são encontradas na tintura de lã, seda e fibras sintéticas como acetato de celulose [7].

- **Interações covalentes**

São provenientes da formação de uma ligação covalente entre a molécula do corante contendo grupo reativo (grupo eletrofílico) e resíduos nucleofílicos da fibra. Exemplos característicos deste tipo de interação são tinturas de fibra de algodão com corantes reativos.

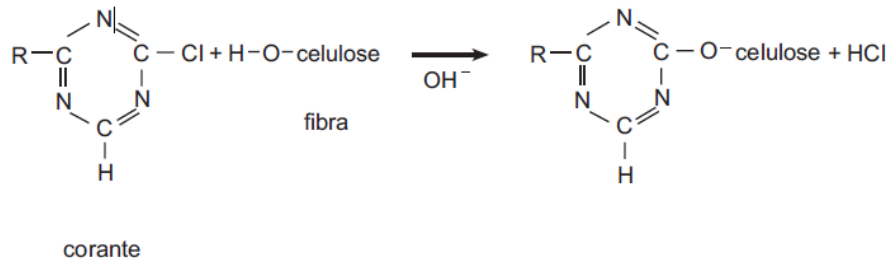


Figura 19: Interação entre um corante reativo e grupos hidroxilo presentes na fibra de algodão [7]

## 2.4 Métodos de Tingimento

O tingimento pode ser realizado de forma contínua ou descontínua.

O processo descontínuo, também conhecido por “processo por esgotamento”, é constituído por três fases importantes: adsorção, difusão e tratamento final. Neste tipo de tingimento, o corante é total ou parcialmente solúvel no banho e é transportado para a superfície da fibra pelo movimento do banho ou pelo movimento da fibra. O corante é adsorvido na superfície da fibra e idealmente difunde-se no seu interior. A maior parte dos tingimentos por esgotamento envolvem um gradiente de temperatura em que o tingimento começa à temperatura ambiente e aumenta para uma temperatura final que depende do tipo de corante a ser utilizado (Figura 20).

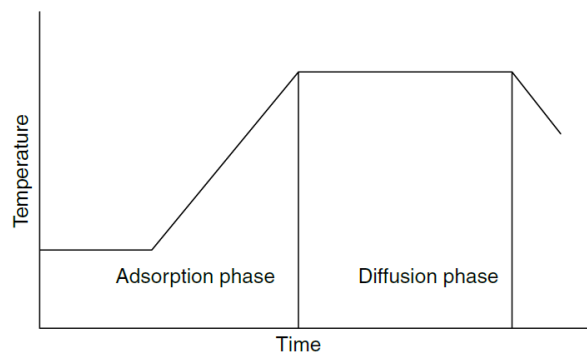


Figura 20: Esquema de um tingimento típico por esgotamento [3]

O tingimento acabará eventualmente numa situação de equilíbrio em que a concentração de corante na fibra e no banho não mudam significativamente.

Após o tingimento existe a necessidade de retirar o corante hidrolisado, ou seja, corante que não reagiu com a fibra, mas com a água. Esta é a etapa onde o consumo de água é maior.

As receitas típicas de tingimento por esgotamento, incluem auxiliares numa percentagem mássica em relação ao substrato que está a ser tingido. Normalmente introduzem-se os auxiliares antes do corante para que a sua concentração esteja uniforme ao longo de toda a fibra. A igualização em toda a fibras das concentrações de auxiliar e de corante é importante para que se possa aumentar o rendimento do tingimento.

Este processo é indicado para lotes com metragens menores, ou pouca produção. Na mesma máquina podem ser feitos todos os processos de preparação, tingimento e lavagem [10].

No processo contínuo, o tingimento e a fixação do corante ocorrem continuamente e numa operação simultânea (Figura 21). Este processo é feito recorrendo a uma linha de produção, onde as unidades são montadas em linha com passos do processamento consecutivos, podendo incluir pré-tratamento e pós-tratamento.

À medida que vai passando nos banhos, o excesso de humidade é retirado quando passa através de cilindros que exercem uma determinada pressão. O corante é de seguida fixado através de ar quente e seco ou vapor, ou por um processo de repouso até que a humidade seja eliminada de forma natural.

A principal desvantagem deste método é que quando existe qualquer avaria numa máquina, o tecido pode ficar danificado por permanecer muito tempo numa máquina enquanto a que avariou é concertada. Este cuidado é especialmente importante em máquinas com elevada temperatura, uma vez que o tecido pode descolorar ou queimar.

Este processo é indicado para grandes produções ou lotes com maior metragem.

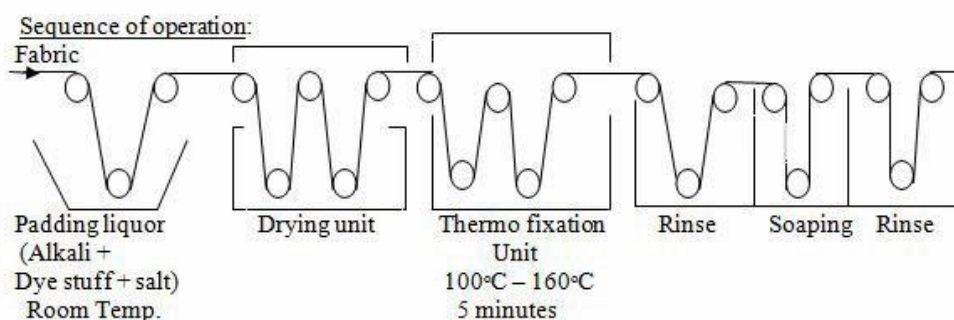


Figura 21: Esquema representativo de um tingimento contínuo com corantes reativos [10]

Os métodos de tingimento podem ainda ser divididos de outra forma: tingimento em fibra, tingimento em fio e tingimento em tecido.

O tingimento em fibra é utilizado para fibras longas como a lã e para filamentos. No caso de artigos sintéticos, pode-se conseguir as cores com a adição de pigmentos antes mesmo da fabricação do filamento.

Para o tingimento em fio, o processo mais comum é o tingimento em bobina, mas também é possível durante outros processos da fiação. Sendo apropriado para tecidos listrados ou xadrez, o tingimento em fios fornece cores mais igualizadas, porém tem o inconveniente de ter de verificar alguns processos que representam gastos de tempo e mão de obra.

O tingimento em tecido tem sido desenvolvido nos últimos anos devido a muitas vantagens, como maior igualização em todo o comprimento da peça, menor desperdício de corante, menor quantidade de processos, já que está juntos das operações de beneficiamento de tecidos. Produz um tecido com cor uniforme [10].

## 2.5 Acabamentos Têxteis

Os acabamentos têxteis consistem em operações efetuadas após a preparação, tingimento ou estampagem, destinadas a tornar o substrato têxtil mais adequado ao fim a que se destina.

O utilizador espera que as peças de vestuário, além do fator moda lhe permitam obter um estilo próprio, conforto, alto desempenho, segurança, funcionalidade e fácil conservação e limpeza.

Os acabamentos têxteis dividem-se em dois grandes grupos: os acabamentos mecânicos e os acabamentos químicos, sendo os últimos mais utilizados em tinturaria.

Os acabamentos químicos permitem, através da introdução de uma gama muito variada de produtos, conferir diversas características finais ao produto, que se podem traduzir numa maior estabilidade dimensional do tecido bem como um aumento da resistência a agressões externas, que melhoram o aspeto, toque e brilho [10].

A maioria dos acabamentos mecânicos ocorrem na fibra, alterando as características desta conforme o produto final que se deseja obter. Alguns exemplos destes acabamentos são a mercerização, cardação, esmerilagem e calandragem.

## 2.6 Legislação e Controlo de Qualidade

### 2.6.1 REACH

O Regulamento (CE) n.º 1907/2006 relativo ao registo, avaliação, autorização e restrição de substâncias químicas (REACH) foi aprovado com o objetivo de melhorar a proteção da saúde humana e do ambiente face aos riscos que podem resultar dos produtos químicos e simultaneamente, de fomentar a competitividade da indústria química da União Europeia.

As restrições são uma ferramenta para proteger a saúde humana e o ambiente dos riscos inaceitáveis provocados por produtos químicos. As restrições podem limitar ou proibir o fabrico, a colocação no mercado ou utilização de uma substância.

No Anexo XVII deste regulamento podemos encontrar uma série de restrições ao fabrico, colocação no mercado e utilização de certas substâncias químicas perigosas, misturas e artigos. De momento as substâncias restritas em artigos têxteis são:

- Compostos organoestanhados (DBT, TBT, DOT, TPhT);
- Cadmio em plásticos e em metal;
- Níquel em acessórios metálicos;
- Corantes Azo (aminas proibidas);
- Ftalatos em brinquedos e artigos de puericultura (DBP, BBP; DEHP);
- Ftalatos em brinquedos e artigos de puericultura que se destinam (ou que podem) a ser colocados na boca (DNOP, DINP; DIDP);
- Dimetilfumarato;
- Retardantes de Chama.

Algumas substâncias podem ter efeitos graves e muitas vezes irreversíveis na saúde humana e no meio ambiente pelo que podem ser identificadas como substâncias de elevada preocupação (SVHC). O REACH visa assegurar que os riscos provocados pela utilização destas substâncias são controlados e que elas são substituídas sempre que possível.

A identificação de uma substância de elevada preocupação (SVHC) e a sua inclusão na lista de candidatos é o primeiro passo do processo de autorização referido no REACH. As empresas sejam elas importadoras, produtoras ou fornecedoras têm obrigações legais imediatas a partir do momento em que a substância passa a estar incluída nessa lista (que é

atualizada semestralmente) e se ela se encontrar nos seus artigos numa concentração superior a 0,1% [11].

## 2.6.2 Testes de Controlo de qualidade do Tingimento

Antes das malhas serem entregues ao cliente devem ser efetuados testes de controlo de qualidade, nomeadamente testes de solidez à lavagem, à água, ao suor ácido e alcalino, à fricção e à luz e testes de pH. Alguns clientes podem ainda exigir nos seus cadernos de encargos testes de formaldeído e testes de solidez à saliva no caso de encomendas de peças tingidas para tamanhos de bebé. A aprovação dos resultados ocorre se estes estiverem conforme os valores exigidos pelo cliente e descritos no seu caderno de encargos.

Os testes de solidez à lavagem, à água, ao suor ácido e alcalino e à saliva são realizados com uma amostra de malha tingida (provete) com dimensões definidas, 2x5 cm, cosida por uma das extremidades a um testemunho Multifibra.



Figura 22: Testemunho Multifibras

O testemunho Multifibra é composto por várias fibras (lã, acrílico, poliéster, poliamida, algodão e acetato), como mostra a Figura 21. No final do teste o testemunho Multifibra pode apresentar uma tonalidade diferente da inicial. Esta diferença de tonalidade é comparada com uma escala de cinzentos, que permite determinar um grau de manchamento do testemunho multifibras.

O grau de manchamento é avaliado de acordo com a norma EN 20 105 – A03.

De acordo com esta norma, a escala básica de cinco graus corresponde a 5 tiras de padrões de cor cinzenta, neutra ou branca, cada uma das quais representando diferenças visuais

de cor correspondentes aos índices de solidez 5, 4, 3, 2 e 1, podendo ainda existir índices intermédios:  $4/5$ ,  $3/4$ ,  $2/3$  e  $1/2$ .

A primeira tira nos diferentes pares de cor é branca e a segunda tira do par correspondente ao índice de solidez 5 também é branca. A segunda tira dos pares restantes tem um intensidade cada vez mais escura, resultando em contraste sucessivamente maiores até ao nível 1. Sendo assim, uma classificação com 5 corresponde ao melhor resultado possível (sem manchamento) e com 1 corresponde ao pior resultado possível.

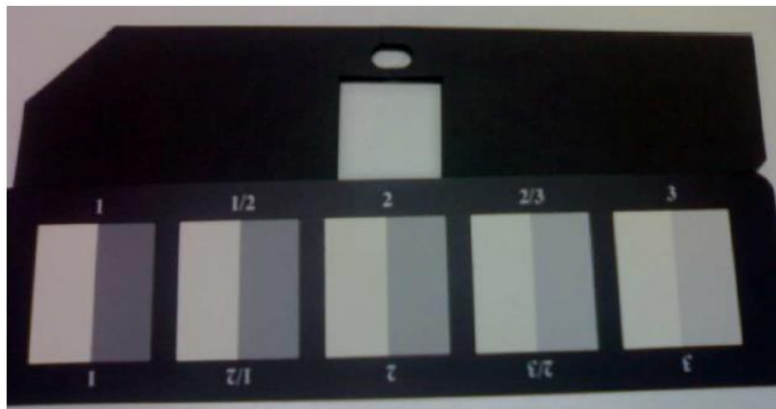


Figura 23: Escala de cinzentos para avaliação do manchamento

Os testes de solidez permitem às marcas dar uma garantia ao cliente de que as peças que vestem são seguras para o utilizador

Existem várias normas que devem ser seguidas para a realização destes testes de qualidade, tais como:

- NP EN 20105 – A03 (1995) – Utilização da escala de cinzentos para avaliar o manchamento
- ISO 105 – X18 – 2017 – Amarelecimento Fenólico
- ISO 14184 – 1 (1998) – Teste de Formaldeído
- DIN V 5316 – 1:2002 – 10 – teste de solidez à saliva
- ISO 3071:2005 – Determinação do pH do extrato aquoso
- ISO 105 – X16:2001 – Solidez à fricção
- ISO 105 – E01: 2013 - Solidez à água
- ISO 105 – E04: 2013 - Solidez ao suor ácido e alcalino
- ISO 105 – 108:2001 – Solidez à lavagem
- NP EN ISO 105 – B02 – Solidez à luz artificial

### 2.6.3 Avaliação do rendimento de cor do tingimento

As medições espectrofotométricas das amostras tingidas de fibras têxteis fornecem uma descrição numérica da sua reflexão e transmissão de luz. Um espectrofotómetro de reflexão ou transmissão fornece a fração de luz incidente que um objeto reflete ou transmite em função do comprimento de onda.

Os materiais têxteis podem apresentar variações consideráveis na textura e na cor, que são uma consequência do seu processo de produção. Para efetuar a medição da cor, uma amostragem correta é de extrema importância. Várias amostras devem ser retiradas de diversos pontos do material e o espectro de reflexão é medido diversas vezes, sendo que é obtido um espectro de reflexão médio.

Para as medições da refletância é importante que a amostra seja opaca para que não haja luz a ser transmitida através do material e refletida de novo a partir do porta-amostras. Para evitar este problema, a amostra a medir deve ser dobrada em várias camadas e usando um suporte de feltro preto nas costas da amostra para absorver alguma luz que seja transmitida.

Alguns têxteis apresentam texturas diferentes nas partes interiores e exteriores do material, sendo assim, as medições de refletância devem ser efetuadas na mesma face do material para evitar discrepâncias entre amostras.

As medições de refletância são também particularmente sensíveis as condições de temperatura e humidade da amostra. Para uma melhor reprodutibilidade, deve ter-se especial cuidado no acondicionamento das amostras a condições de temperatura e humidade constantes.

Alguns corantes têxteis podem possuir fluorescência que é ativada pela absorção de luz ultravioleta ou visível. A sua fluorescência é incluída na refletância em espectrofotómetros adaptados onde são medidos todos os comprimentos de onda simultaneamente, sendo naturalmente equipamentos mais caros.

O rendimento da cor das fibras tingidas é dado pelo valor de Kubelka-Munk (K/S). O valor de K/S é obtido através da equação de Kubelka-Munk:

$$K/S = (1-R)^2 / 2R$$

Onde K representa a absorção de luz da fibra tingida, S tem em conta a dispersão da luz e R representa a refletância das fibras tingidas.

O valor de  $K/S$  é muito importante na formulação de receitas utilizando um software de cores e para a percepção do rendimento de um tingimento, sendo que, valores de  $K/S$  elevados representam cores mais escuras e mais saturadas.

Os valores de  $K/S$  são normalmente calculados no comprimento de onda de absorção máxima numa curva de refletância, embora também possa ser implementado um cálculo ao longo de toda a região do visível que se pode traduzir num gráfico.

Para verificar se um tingimento foi ou não bem-sucedido, pode também ser utilizado o valor de  $\Delta E$ . Segundo a norma EN ISO 105 – A08:2001, que define o vocabulário utilizado na medição da cor,  $\Delta E$  é definido como o número que define a diferença total de cor entre um provete a ensaiar e o provete de referência. Quanto maior for este valor, maior é a diferença verificada entre duas cores compostas pela mesma tricromia de corantes.

O valor máximo padrão de  $\Delta E$  aceitável na indústria têxtil é 1. Assim, este parâmetro de avaliação pode ser usado como critério de aceitação ou não para uma cor que o cliente queira reproduzir, sendo que o valor de  $\Delta E$  entre a amostra de cor pedida e a amostra realizada deve ser menor que 1.



### 3 Processos a estudar

O principal objetivo desta dissertação é a otimização de processos de acabamento em peça realizados na empresa em que o trabalho foi desenvolvido. Estes acabamentos são realizados em peças com dois tipos diferentes de tingimento, um reativo e um tingimento vegetal (recorrendo a pigmentos), utilizados no acabamento *Old Dye* e no acabamento em aguarela, respetivamente.

O acabamento *Old Dye* tem como objetivo a criação de uma aparência “velha” e desgastada de um lado da peça (interior ou exterior) e de uma aparência nova e brilhante do outro lado da peça.

O acabamento em Aguarela tem como objetivo dar às peças um efeito de pingas de água, criando um contraste de cor entre o interior da pinga e a cor base da peça. Por ser um processo manual, não se pode garantir uma uniformidade das peças no seu todo, ou seja, as peças terão diferenças umas em relação às outras, nomeadamente na localização das gotas de água.

Ambos os processos serão descritos no desenrolar deste capítulo com maior rigor.

#### 3.1 Processos de desgaste com corantes reativos

Os processos de desgaste são muito procurados na indústria têxtil, com o objetivo de criar peças com uma aparência mais gasta, mas atrativa para o cliente, sendo que este compra uma peça nova, mas com uma aparência de uma peça já velha, similar ao desgaste que se obtém com as sucessivas lavagens domésticas.

Como descrito no capítulo anterior existem diversos tipos de desgaste. O processo mais utilizado para desgaste na empresa é o *fade out*. Este processo consiste na utilização de permanganato e materiais utilizados na construção civil, como a perlita e a pedra pomes para causar desgaste mecânico, quando em contacto com as peças. Este processo será descrito com maior rigor ao longo do capítulo.

##### 3.1.1 *Fade Out*

Como dito anteriormente, o *fade Out* é um processo de desgaste mecânico, onde se utilizam materiais característicos da área da construção civil, como a perlita e a pedra pomes, juntamente com uma solução de Permanganato para obter o desgaste pretendido.

O *fade out* é um processo mais eficiente para corantes diretos, uma vez que estabelecem apenas uma reação de substantividade com a fibra do algodão. Já os corantes reativos

estabelecem com a fibra do algodão uma ligação covalente, que é quimicamente mais forte e mais difícil de quebrar com desgaste mecânico, como é o caso do processo *fade out*.

Este processo pode dividir-se em três fases importantes: o tingimento, o desgaste e uma última fase que compreende a neutralização do pH da fibra, a fixação dos corantes e o *anti-pilling*.

### Tingimento:

O tingimento com corantes reativos inicia-se com a introdução das peças na máquina e de seguida introduz-se a quantidade de sal indicada na receita. Estando o sal e as peças dentro da máquina, introduz-se a água numa relação de banho de 1:10 em relação ao peso total das peças, descontando 60 L que corresponde à quantidade de água necessária para diluir o corante e o carbonato que serão introduzidos ao longo do processo de tingimento

Depois da introdução da água, dissolve-se a quantidade de corante indicada na receita, introduz-se a solução de corante preparada e aumenta-se a temperatura até aos 60°C. Quando esta temperatura é atingida doseia-se o carbonato, que tornará o banho alcalino para que ocorra a fixação do corante.

A fixação do corante na fibra ocorre então durante 60 minutos a 60°C. Decorrido este tempo, procede-se à neutralização do tingimento com ácido acético que permite baixar o pH das peças.

Este processo encontra-se esquematizado na Figura 24.

Seguidamente, ocorre o ensaboamento das peças a 80°C de modo a retirar o excesso de corante que ficou hidrolisado na superfície da fibra e que pode provocar problemas de solidez.

Por último, as peças são amaciadas e secas a 80°C.

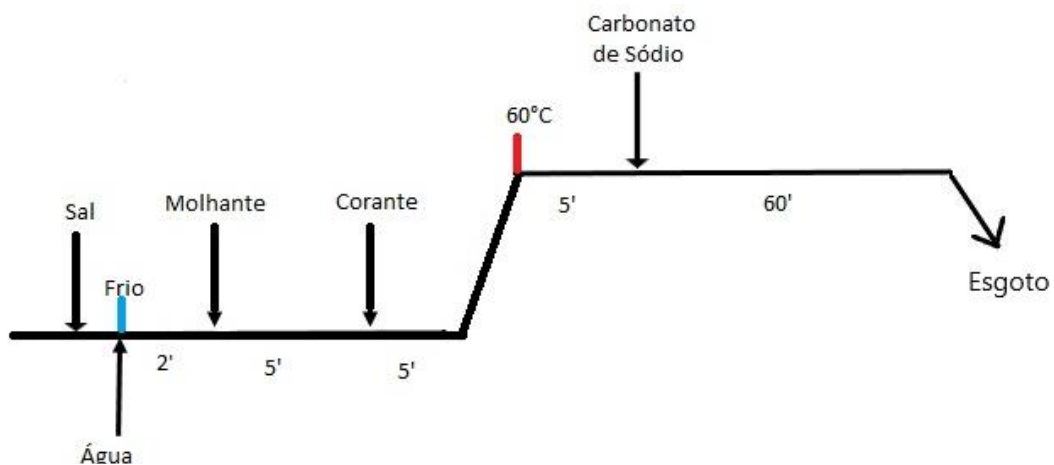


Figura 24: Esquema tingimento reativo

### Desgaste:

A etapa de desgaste é desempenhada em máquinas apropriadas para o efeito. A dimensão da pedra, o tempo em máquina e a concentração das soluções de permanganato são variáveis que dependem do efeito final pretendido pelo cliente.

Depois de secas, as peças são introduzidas no tambor juntamente com a perlita e a pedra pomes (Figura 25), dependendo do tipo de Fade Out a aplicar. O permanganato é aplicado no tambor e inicia-se a rotação.

A pedra pomes tem uma maior dimensão que a perlita e pode ser utilizada e por isso dá às peças um efeito mareado, sendo este designado como *fade out* mareado.

Já a perlita tem uma dimensão menor e permite obter peças com um desgaste mais uniforme em toda a peça.

A concentração das soluções de permanganato e o tempo em máquina influenciam a intensidade do desgaste, ou seja, quanto mais tempo as peças passarem em máquina e quanto maior for a concentração de permanganato mais notório será o desgaste e o contraste com a tonalidade do tingimento.



Figura 25: Perlita (à esquerda) e pedra pomes (à direita) utilizados na empresa para a realização do fade out.

### Neutralização, Fixação e Antipilling

Esta etapa do processo também é de grande importância para a obtenção de bons resultados nos testes de controlo de qualidade a efetuar.

A neutralização do pH e a fixação do corante são realizadas numa mesma lavagem utilizando 0,5 g/L de ácido acético e um fixador apropriado para fibras de algodão.

A neutralização assegura bons resultados a nível dos testes de controlo do pH final das peças e a fixação do corante é realizada com o objetivo de melhorar os resultados de solidez à lavagem, à água e ao suor ácido e alcalino.

A lavagem *anti-pilling* é realizada recorrendo a enzimas que nas condições ótimas de funcionamento eliminam o borboto que se acumula nas peças com o contacto das peças umas com as outras devido à rotação da máquina.

Depois desta etapa as peças são amaciadas e secas à temperatura normal (80°C). O amaciador confere às peças um toque mais macio e agradável, sendo também a sua quantidade adaptável ao gosto do cliente.

O processo de *fade out* com corantes reativos apresenta alguns inconvenientes como:

- maus resultados de solidez, que mesmo com a fixação do corante são difíceis de ultrapassar.
- Não é um processo estável, ou seja, o desgaste pode não ser uniforme em toda a peça, desgastando mais umas partes em detrimento de outras, não garantindo que uma produção saia com todas as peças iguais em termos de desgaste;
- Peças com estruturas muito finas têm tendência a ficar com quebras ou vincos com o efeito abrasivo das pedras;
- É um processo com um elevado impacto ambiental devido à utilização de compostos com elevada toxicidade, como o permanganato.

### 3.1.2 Old Dye

Tendo em conta a dificuldade de criar efeitos de desgaste com corantes reativos, mas tirando proveito do brilho e intensidade de cor que se verifica com o tingimento com estes corantes, surge a ideia de criar um aspeto desgastado fazendo uma reserva ao tingimento através da utilização de resinas.

A escolha dos produtos para criar um efeito de reserva foi feita junto de fornecedores de produtos químicos da empresa. Para obter um efeito de reserva ao tingimento reativo, temos de criar as condições opostas às condições normais de tingimento. Sendo assim, escolheu-se uma resina com um pH ácido e de natureza iónica negativa, uma vez que os corantes reativos se fixam à fibra em meio alcalino e possuem carga iónica positiva.

Ao ser aplicada na fibra, a resina ficará à superfície, e como tem as condições contrárias às condições de tingimento, será feita a reserva ao tingimento, sendo que, quanto maior for a quantidade de resina maior será a sua capacidade de reserva.

A resina utilizada inicialmente implicava a utilização de grandes quantidades, entre 100 e 150 g/L, implicando maiores custos. Neste trabalho irá ser testada uma outra, Nofelding RE, com as mesmas características, mas que permite uma grande redução da quantidade de produto a utilizar no processo.

Este processo pode também ser dividido em 3 fases importantes: a aplicação da resina, a termofixação e o tingimento.

### **Aplicação da resina**

A aplicação da resina de reserva é feita previamente ao tingimento, como uma preparação da malha. A resina é aplicada numa lavagem a frio durante 10 minutos com uma relação de banho de 1:10 em relação ao peso da malha.

Neste trabalho será encontrada a quantidade ótima de resina a ser utilizada, tendo em conta aspetos como a intensidade do contraste, a solidez à lavagem e a solidez à fricção.

### **Termofixação**

Depois de aplicada a resina, as peças são secas à temperatura normal (80°C). Quando já estão secas seguem para um outro secador onde são sujeitos à temperatura de 130°C onde será feita a termofixação da resina.

Esta etapa é muito importante para que o processo seja bem-sucedido. À temperatura de 130°C, ocorre a reticulação da resina e a sua fixação na superfície da fibra. Caso esta etapa não seja bem-sucedida, pode resultar em peças manchadas e pouco uniformes, devido à má fixação da resina.

### **Tingimento**

Depois da aplicação da resina ocorre o tingimento reativo normal, tal como foi descrito anteriormente.

O tingimento reativo é efetuado tal como descrito para o processo de *fade out*, seguido as mesmas etapas, incluindo a secagem a 80°C.

Depois de tingidas as peças podem ainda ser sujeitas a lavagens anti-pilling e amaciadoras, para melhorar o aspeto final da peça.

### 3.1.3 Tingimento com reserva localizada

A ideia para este processo surge como uma variante do processo Old Dye, mas com o objetivo de criar dois tons de cor na mesma peça.

Assim, o novo processo proposto começa com um tingimento reativo normal, depois aplica-se a resina com um pincel, podendo ser desenhadas quaisquer formas. A Figura 26 representa um exemplo de aplicação da resina.



Figura 26: Exemplo de aplicação, através de pincelado, da resina Nofelding RE

Deixa-se secar as peças ao ar ambiente, uma vez que se entrarem no secador, com a rotação as peças estarão umas em contacto com as outras e ocorrerá migração e contaminação da resina, destruindo a forma original do pincelado.

Depois têm de ser sujeitas a 130°C no secador, permitindo a polimerização da resina e efetuar o efeito de reserva.

De seguida efetua-se o novo tingimento reativo, que não vai fixar nas locais da peça onde atuou a resina, ficando a peça com dois tons limpos e brilhantes, como é característica dos corantes reativos.

Tal como na figura anterior, o tingimento base a efetuar será em tom rosa e o segundo tingimento será feito com azul marinho.

### 3.2 Otimização do processo Aguarela

A ideia base para este processo surgiu a partir de um ‘acidente’ que ocorreu em produção com a queda de gotas de água por cima de peças tingidas recorrendo a pigmentos de estamperia.

Estes pigmentos são insolúveis no seu meio de aplicação e não podem penetrar ou ficar facilmente fixos na fibra, sendo necessário um adesivo polimérico para impregnar os pigmentos à fibra. No caso deste tingimento utiliza-se o ligante RFN. Este produto trata-se de uma emulsão de polímeros auto-reticulável a elevada temperatura. A queda da água nas peças foi suficiente para ficar uma mancha, uma vez que o polímero ainda não foi sujeito à temperatura indicada para reticular a resina e fixar o tingimento.

Para criar um produto que fosse diferenciador e esteticamente atrativo, as manchas precisavam de ser mais intensas e espalhadas de uma forma diferente de modo a melhorar o aspeto da peça para que não parecessem apenas manchas.

Para o acabamento que se pretende, os produtos a escolher para efetuar o manchamento, terão de ter uma natureza iónica contrária à do ligante, uma vez que quando os produtos com cargas opostas se encontram, provoca-se a sua separação, sendo eles incompatíveis.

Sendo assim, tentou-se escolher produtos catiónicos, como o sal e resinas catiónicas, uma vez que o ligante RFN possui uma carga iónica negativa. No local onde cai o produto catiónico gera-se uma separação entre ele e o ligante, ou seja, uma migração de produtos que fica marcada na forma de gota de água.

O acabamento deve ser feito antes de ocorrer a fixação do ligante a 130°C para que se obtenha o efeito pretendido. Assim, o processo de aguarela pode ser dividido em três etapas importantes: o tingimento, o acabamento e a termofixação do ligante.

#### **Tingimento com pigmentos**

O processo de tingimento com pigmentos inicia-se com a elaboração da receita de corantes e o acerto da cor pedida pelo cliente. Nesta fase, dilui-se o corante em 5 litros de banho e vai-se molhando a malha pretendida e adicionando corante até que se obtenha a cor que o cliente pretende.

Depois de aprovada a cor, passa-se para o tingimento em produção, com cargas que podem ir até aos 110 litros de banho e 40 kg de peças.

Este tipo de tingimento é feito a frio. A mistura do corante e do ligante é feita no balseiro da máquina. Só depois de agitado é que o banho é introduzido na máquina e entra em contacto com as peças.

O tingimento ocorre a frio e com agitação durante 8 minutos. No final deste tempo, vaza-se o banho e centrifugam-se as peças.

Como o pretendido é a realização do acabamento em aguarela, as peças são centrifugadas e depois encaminhadas para a secção de acabamentos, onde será feito o aguarela.

### **Acabamento**

O acabamento em aguarela é realizado com as peças húmidas. As peças saem do hidro onde foram centrifugadas e são dispostas abertas e esticadas em plásticos onde recorrendo à utilização de pincéis se irão pingar os produtos.

Depois de pingadas, as peças são postas em cruzetas de ferro e penduram-se na vertical para secarem à temperatura ambiente. Como estão dispostas na vertical, ocorrerá a migração dos produtos através da peça dando a percepção visual de gotas de água a escorrer.

### **Fixação do ligante**

Depois de secas à temperatura ambiente, as peças são encaminhadas para um secador onde ocorre a fixação da resina a 130°C. Esta etapa é muito importante para o processo pois permite uma melhoria nos resultados dos testes de solidez do tingimento. Caso a resina esteja mal fixada, os resultados de solidez pioram, quer para a lavagem quer para a fricção.

Este tipo de tingimento apresenta alguns inconvenientes como:

- maus resultados de solidez à fricção que mesmo com a fixação da resina são difíceis de ser ultrapassados;
- as peças ficam com um toque muito áspero precisando inevitavelmente de ser amaciadas no final da fixação do ligante, o que implica mais uma lavagem para o processo;
- por ser um processo de acabamento manual e feito em plásticos, podem ocorrer contaminações com maior facilidade. Quando se pretende que o acabamento seja feito

nas costas e na frente das peças, ao serem viradas no mesmo plástico, a parte que ficará em contacto com o plástico terá uma maior contaminação.

- Também por ser um processo manual, não há garantias de que as peças saiam iguais entre elas, tornando o aguarela num processo pouco uniforme e pouco homogéneo, embora este facto possa ser visto como um inconveniente ou como um fator diferenciador no mercado.



## 4 Trabalho experimental

Neste capítulo descreve-se com rigor todo o trabalho experimental desenvolvido durante o estágio na empresa Quinta & Santos e que permitiu levar a cabo o objetivo desta dissertação.

### 4.1 Processos de desgaste com corantes reativos

Como descrito anteriormente, o processo de *fade out* pode ser dividido em 3 fases importantes: o tingimento, o desgaste e uma última fase que compreende a neutralização, fixação e anti-pilling. Neste subcapítulo, irão ser descritas as condições em que os testes de Fade Out foram realizados para as diferentes fases do processo.

O processo *Old Dye* surge para colmatar alguns inconvenientes do processo de *fade out*. Neste subcapítulo também terá lugar uma descrição dos testes realizados para otimizar o processo *old dye*, nomeadamente a determinação de uma concentração ótima de resina.

#### 4.1.1 *Fade Out*: Tingimento

A fibra utilizada para estes testes foi um Jersey 100% algodão em meio branco e a receita de tingimento foi escolhida do arquivo da empresa e reproduzida na secção de amostras. Esta opção permitiu que todos os painéis fossem tingidos todos de uma só vez. Esta opção permitiu que não fossem introduzidas mais variáveis no estudo e que os painéis fossem submetidos ao processo de *Fade Out* nas mesmas condições.

O tingimento foi executado tal como descrito no ponto 3.1.1 deste trabalho com todas as etapas incluídas: o tingimento propriamente dito, a neutralização e o ensaboamento a 80°C durante 5 minutos e a secagem dos painéis a 80°C, realizada também na secção de amostras.

Depois de efetuado o tingimento, os testes de *Fade Out* foram realizados na secção apropriada.

#### 4.1.2 *Fade Out*: Acabamento

Para os testes de *fade out*, fizeram-se variar dois parâmetros, o tamanho da pedra que efetua o desgaste mecânico e o tempo que os testes passam em máquina.

Os tempos utilizados na máquina de desgaste foram 3, 6, 9 e 12 minutos para os dois tipos de pedra, a perlita e a pedra pomes com uma solução de permanganato de potássio numa concentração de 500 g/L. A máquina utilizada foi a da Figura 27.



Figura 27: Máquina utilizada na realização do *fade out*

#### 4.1.3 *Fade Out*: Neutralização e *Anti-pilling*

Depois de realizada a etapa de desgaste, os testes foram devidamente neutralizados com ácido acético (0,5 g/L) e foram aplicadas as enzimas para a realização do *antipilling*. Esta parte do trabalho foi realizada nas máquinas da secção de lavagens da empresa.

#### 4.1.4 Otimização do processo *Old Dye*

Os testes para o acabamento *old dye* foram realizados em laboratório, utilizando uma máquina de tingir de pequenas dimensões que pretende alcançar em laboratório condições próximas das observadas nas máquinas de tingir da produção. Como dito anteriormente, o processo este processo pode ser dividido em três fases importantes: a aplicação da resina, a fixação e o tingimento.



Figura 28: Máquina de laboratório utilizada para tingir e aplicar a resina nos testes do processo old dye

#### 4.1.5 Old Dye: Aplicação da resina

Inicialmente realizaram-se testes com a resina Nofelding RE, para várias concentrações de produto, nomeadamente 5 g/L, 7,5 g/L, 10 g/L, 12,5 g/L e 15 g/L. Utilizou-se também um catalisador, Katalin MO, de modo a acelerar a ligação entre a resina e a fibra. Para o catalisador, utilizou-se uma quantidade de 30% do total de resina da receita.

O procedimento realizado foi o indicado na ficha técnica do produto e utilizaram-se painéis de jersey 100% algodão em meio branco. Para cada teste, introduziu-se um painel na máquina e utilizou-se uma relação de banho de 1:10. Introduziu-se então água descontando a necessária para diluir o produto e deixou-se atuar durante 10 minutos a frio.

#### 4.1.6 Old Dye: Fixação da resina

Depois de ser aplicada a resina, as peças foram encaminhadas para o secador da secção de amostras. Foram inicialmente secas a 80°C e depois sujeitas à temperatura de 130°C para que ocorra a fixação da resina.

#### **4.1.7 Old Dye: Tingimento**

Esta etapa foi novamente realizada na máquina do laboratório para aproximar o tingimento às condições de produção. O tingimento reativo foi realizado de acordo com o procedimento descrito em 3.1.1, incluindo as etapas de ensaboamento e secagem.

#### **4.1.8 Tingimento com reserva localizada**

Os testes foram realizados para diferentes concentrações de resina e uma temperatura de fixação de 130°C, utilizando painéis de jersey 100% algodão em meio branco.

Os resultados encontram-se descritos no capítulo 5.

Inicialmente tingiu-se a cor base com 0,1% de vermelho, ficando com uma tonalidade rosa, seguindo o processo de tingimento reativo normal, tal como explicado anteriormente neste trabalho.

Estando o painel já seco, pincelou-se a resina nas concentrações de 15, 30, 60, 80 e 100 g/L. Deixou-se secar ao ar ambiente e no final levou-se para um secador onde esteve sujeita a uma temperatura de 130°C para que ocorresse a termofixação da resina à fibra.

Depois disto, ocorreu o segundo tingimento com 2% de marinho, também seguindo o procedimento de tingimento com corantes reativos descrito anteriormente. Os resultados destes testes estão descritos no capítulo seguinte.

## **4.2 Otimização do processo Aguarela**

O processo aguarela pode dividir-se em três fases importantes (tingimento, acabamento e fixação do ligante), sendo que o tingimento e a fixação ocorreram em produção e o acabamento para os testes iniciais foi feito em laboratório.

### **4.2.1 Tingimento**

Escolheu-se uma malha Jersey 100% algodão com ½ branqueação, fechou-se a malha em forma de saco e o tingimento foi realizado na secção de amostras com as receitas existentes no próprio dia. As cores foram então tingidas em banhos de 5 litros como explicado na secção 3.2 e torcidas à mão.

#### 4.2.2 Acabamento

Os primeiros testes foram realizados com água, sal, e três resinas cationizadoras diferentes, o *Mordiente M New*, o *Eletrorep* e o *RialResin*.

No primeiro teste, a água e as resinas foram aplicadas na sua forma concentrada e foram pingadas na superfície da fibra recorrendo a uma pipeta de Pasteur.

Neste teste com sal, depositaram-se pequenos montinhos em várias zonas do painel.

Nos testes com resinas cationizada, estas foram aplicadas com uma pipeta de Pasteur.

Nas figuras 29 a 33 estão algumas imagens representativas do processo.



Figura 29: Acabamento aguarela realizado com água



Figura 30: Acabamento aguarela realizado apenas com sal

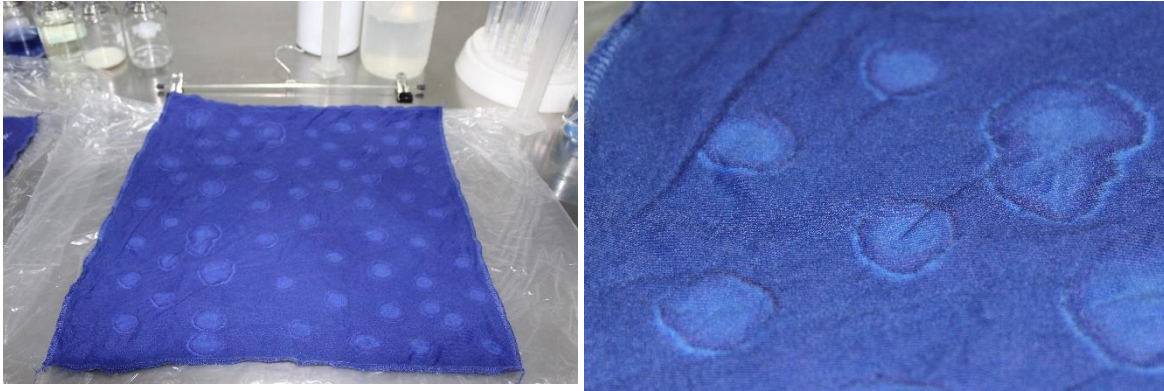


Figura 31: Acabamento aguarela realizado com o cationizador concentrado Mordiente M New

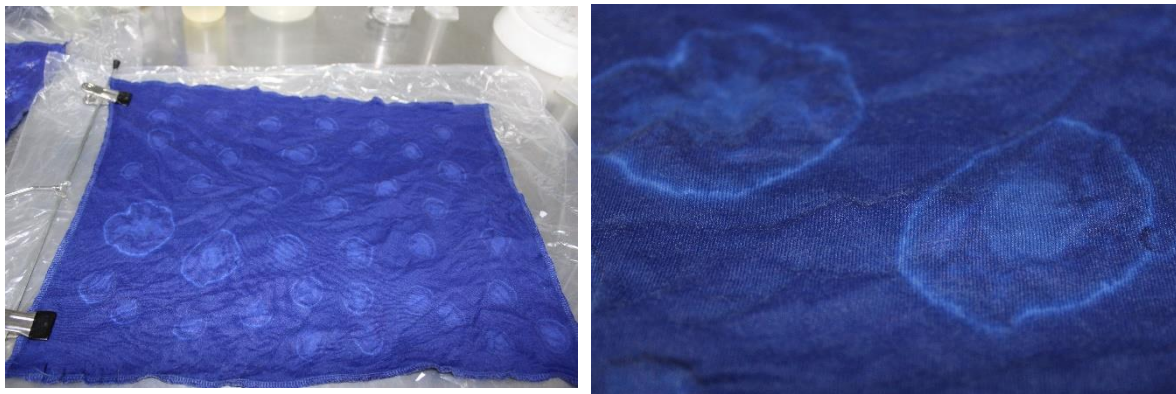


Figura 32: Acabamento aguarela realizado com o cationizador Elektroprep

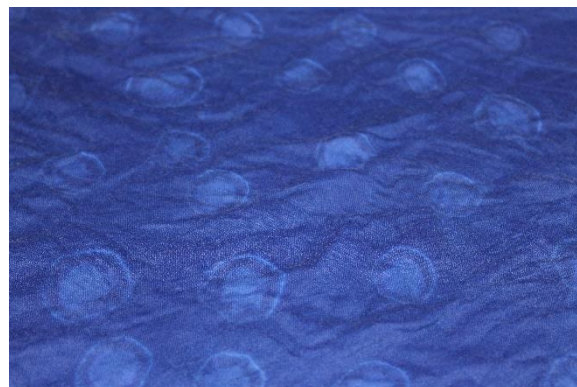


Figura 33: Acabamento aguarela realizado com o cationizador Rialresin Fluo

Depois de aplicados os produtos, os painéis foram pendurados em cruzetas de ferro e secaram ao ar ambiente durante duas horas (figura 34).



Figura 34: Método de secagem ao ar ambiente para o processo aguarela

### 4.2.3 Fixação do ligante

Depois de secos ao ar ambiente, os painéis foram encaminhados para um secador na secção de amostras onde ficaram sujeitas a uma temperatura de 130°C, tendo em vista a polimerização do ligante para que possa ocorrer a fixação da cor.

## 4.3 Controlo de qualidade

Todos os acabamentos foram sujeitos a testes de controlo de qualidade e de avaliação do rendimento da cor, com o objetivo de avaliar a qualidade do acabamento.

Os testes de qualidade efetuados foram de solidez à lavagem e de solidez à fricção para os diferentes tipos de tingimento constantes neste trabalho.

### 4.3.1 Solidez à lavagem

Para os testes de solidez à lavagem seguiu-se o procedimento de acordo com a norma EN ISO 105 – C08/2005.

De acordo com esta norma, para a determinação da solidez à lavagem deve utilizar-se um testemunho multifibras, tal como o da Figura 22 com uma dimensão de (100 x 40) mm e um provete da malha a testar com as mesmas dimensões. O provete e o testemunho multifibras vão ser inseridos no mesmo tubo de ensaio e são unidos cosendo uma das extremidades mais pequenas, de 40 mm.

A solução de lavagem é preparada para um volume de 1L, contendo 4 g de detergente de referência indicado pela norma e 1 g de perborato de sódio tetra-hidratado.

Os provetes são colocados nos tubos da máquina preparada para a realização dos testes de lavagem (figura 35). Nos tubos é ainda colocada a solução de lavagem e as esferas metálicas, sendo o volume de solução variável com o peso do provete, conforme se pode ver na tabela seguinte.

Tabela 5: Relação entre o tempo, a Temperatura e o número de esferas num teste de solidez à lavagem

Temperatura	Volume de Solução (mL/g de provete)	Tempo à temperatura (min)	Nº de esferas de aço
40	50	30	10
50	50	30	15
60	50	30	20
95	50	30	25



Figura 35: Gyrowash para a realização de ensaios de solidez à lavagem

#### 4.3.2 Solidez à fricção

Para a determinação da solidez à fricção, recorreu-se ao procedimento utilizado na norma ISSO 105 – X12.

Segundo esta norma devem cortar-se dois provetes com dimensões de (50 x 140) mm, um com o lado mais comprido paralelo aos fios da teia e outro com o lado mais comprido paralelo aos fios da trama.

O teste é realizado com um aparelho apropriado, constituído por um bloco de fricção com um cilindro de 16 mm de diâmetro que se desloca num movimento retilíneo de vai e vem num comprimento de 104 mm e exercendo uma força para baixo de 9 N.

Podem ser feitos testes de solidez a seco e a húmido.

Para a solidez à fricção a seco, fixa-se o provete nas garras do aparelho e coloca-se o tecido de fricção seco paralelamente à direção da cavilha de fricção. A uma velocidade de 1 ciclo por segundo, fricciona-se 20 vezes sobre o provete, 10 movimentos para um lado e 10 para o outro.

Para avaliar a solidez à fricção a húmido, o quadrado de tecido de fricção deve ser previamente pesado e depois humedecido em água destilada, e em seguida é novamente pesado com o objetivo de garantir 95 a 100% de retenção de água. O procedimento do teste propriamente dito é igual ao da solidez à fricção a seco.

Para a avaliação do manchamento no tecido de fricção utiliza-se uma escala de cinzentos, sob as condições apropriadas de iluminação descritas de seguida.

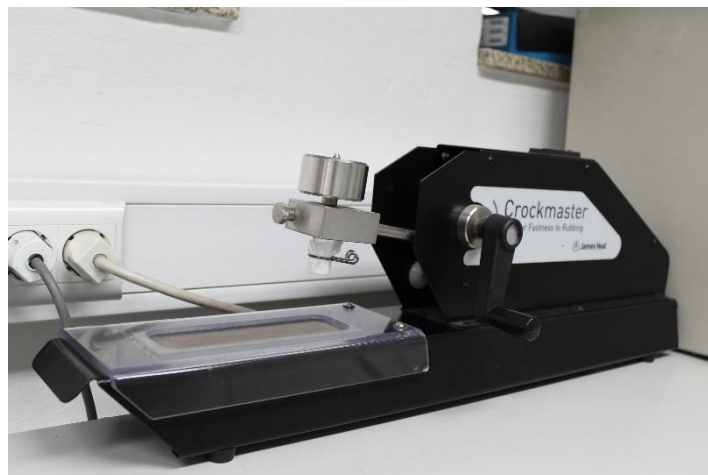


Figura 36: Crockmeter para a realização de ensaios de solidez à fricção

### 4.3.3 Avaliação do manchamento

Para avaliação de manchamento e posterior classificação dos testes de solidez, utilizou-se uma escala de cinzentos, seguindo o procedimento da norma NP EN 20105 – A03.

Assim, colocou-se lado a lado e num mesmo plano um testemunho não submetido a ensaio (original) e o que foi submetido a ensaio. Coloca-se ainda a escala de cinzentos no mesmo plano. A luz que ilumina as amostras deve ter um ângulo de incidência de aproximadamente 45° e a observação deve ser feita perpendicularmente ao plano das superfícies.

Compara-se a diferença visual entre o testemunho original e o testemunho ensaiado com as diferenças representadas pela escala de cinzentos.

A norma recomenda ainda uma comparação de todos os pares de testemunhos que se avaliou com o mesmo índice. Isto dá uma boa indicação da coerência das avaliações, pois qualquer erro é assim evidenciado, devendo ser reavaliado e corrigido.

#### **4.3.4 Avaliação do rendimento da cor**

Relativamente ao rendimento da cor, obtiveram-se gráficos  $k/S$  e valores de  $\Delta E$  através da medição da intensidade da cor, recorrendo ao espectrofotómetro.

Os resultados estão apresentados nos anexos deste trabalho e analisados no capítulo seguinte.

Os testes foram realizados no espectrofotómetro disponível no laboratório da empresa.

Sendo necessário definir um padrão, utilizou-se o lado do avesso para todos os testes tanto para o processo old dye como para o fade out, uma vez que no primeiro caso a resina foi aplicada do lado direito do painel e no segundo caso, a perlita esteve diretamente em contacto também com o lado direito do painel.

Assim, será possível obter uma comparação da intensidade da cor entre os dois lados da peça, sendo o objetivo inicial do estudo criar um processo que permitisse um contraste evidente entre ambos os lados da peça. Antes da medição, as amostras foram dobradas em quatro de modo a evitar que a luz seja transmitida através do material, melhorando a opacidade.

## 5 Resultados e discussão

Neste capítulo encontram-se descritos os resultados dos testes propostos no capítulo 4, juntamente com uma breve discussão dos mesmos.

### 5.1 Otimização do processo *Old Dye*

Como descrito anteriormente, os efeitos de desgaste com corantes reativos podem ser obtidos de duas formas completamente diferentes. Neste capítulo encontram-se os testes realizados para os dois processos e uma breve discussão acerca dos prós e contras encontradas para um e outro.

#### 5.1.1 *Fade Out*

As imagens das figuras 37 e 38 mostram os testes com a perlita e a pedra pomes em máquina durante 3, 6, 9 e 12 minutos, respetivamente.



Figura 37: Resultados testes realizados em fade out com perlita



Figura 38: Resultados testes realizados em fade out com pedra pomes

### 5.1.2 Old Dye

Relativamente ao processo *old dye*, os primeiros painéis que se tentaram tingir saíram muito manchados e muito pouco igualizados, como se pode ver nas figuras seguintes.



Figura 39: Peças manchadas obtidas com o processo *old dye*

A solução encontrada foi aumentar o peso e o número de painéis que se tingiu para que se conseguisse mais batimento e uma maior igualização do produto em todo o painel, principalmente na fase de aplicação da resina e polimerização, que são as mais críticas em todo o processo.

Os resultados obtidos para as diferentes concentrações de resina estão representados nas figuras 40 a 44.



Figura 40: Contraste obtido na peça para uma concentração de 5 g/L de Nofelding RE



Figura 41: Contraste obtido na peça para uma concentração de 7,5 g/L de Nofelding RE



Figura 42: Contraste obtido na peça para uma concentração de 10 g/L de Nofelding RE



Figura 43: Contraste obtido na peça para uma concentração de 12,5 g/L de Nofelding RE



Figura 44: Contraste obtido na peça para uma concentração de 15 g/L de Nofelding RE

Nas figuras 40 a 44 referentes aos resultados dos testes realizados para as diferentes concentrações da resina Nofelding RE, é possível verificar que com as quantidades de resina de 5 g/L e 7,5 g/L não foram muito eficientes porque o contraste obtido não foi o suficiente para chegar ao objetivo pretendido.

Para as concentrações de 12,5 g/L e 15 g/L, devido às grandes quantidades de resina aplicadas, os painéis já ficaram manchados de ambos os lados, não se revelando alternativas viáveis.

Assim, o melhor resultado foi obtido para uma quantidade de 10 g/L de resina. Com esta quantidade de produto, os painéis ficaram menos manchados, ficando o tingimento com uma aparência mais homogénea e com um contraste de cor razoável e visível a olho nu.

### 5.1.3 Testes Controlo de Qualidade

Os resultados dos testes de solidez à lavagem estão representados no anexo A. Como se pode observar, tanto o processo de fade out como o *old dye* tiveram bons resultados de solidez à lavagem e que normalmente são aceites com facilidade pelos clientes na indústria têxtil, com resultados entre 4/5 e 5, de acordo com a classificação utilizando uma escala de cinzentos.

No anexo B podem ser observados os resultados dos testes espectrofotométricos realizados para as diferentes quantidades de resina aplicadas. Nas figuras 62 a 66 é possível observar que quanto maior for a quantidade de resina maior é a distância entre as curvas k/S, indicando um contraste de cor cada vez maior entre os dois lados da peça, devido a uma diminuição da intensidade da cor provocada pela reserva realizada pela resina, tal como seria de esperar e foi demonstrado nas imagens 40 a 44.

Ao analisar os gráficos de k/S para o processo de desgaste de *fade out* (Figuras 67 a 70), podemos ver que o valor de k/S máximo que se obteve com o processo de *old dye* foi muito maior que para o processo de *fade out*. De referir ainda que para o processo de *fade out*, o valor de k/S máximo obtido, vai diminuindo cada vez mais com o aumento do tempo passado em máquina. Com estes resultados, podemos concluir que o processo de fade out permite obter um efeito desgastado muito acentuado, diminuindo muito a intensidade da cor, no entanto não se consegue muito contraste entre o lado interior e exterior da peça, sendo que acaba por se desgastar a cor de ambos os lados da peça. De referir ainda que não é possível obter tons intensos e brilhantes com a realização de *fade out* para desgastar a peça.

No mesmo anexo consta ainda uma tabela com valores crescentes de  $\Delta E$ , de acordo (tabela 15) com a quantidade de resina, indicando também uma maior diferença de tonalidade cada vez maior, comprovando que quanto maior a concentração de resina, maior é a capacidade de reserva ao tingimento reativo.

Já com os valores de  $\Delta E$  para o processo de *fade out* (tabela 16), podemos verificar que o valor máximo de  $\Delta E$  obtido é muito menor para este processo, revelando um menor contraste de tonalidade entre o interior e o exterior do painel, tal como seria de esperar dada a pequena distância entre as curvas de k/S, sendo que a curva vermelha representa o lado interior do painel e a curva azul representa o lado exterior, onde foi diretamente aplicado o *fade out*.

#### 5.1.4 Reserva localizada com corantes reativos

Os resultados para estes testes com dois tingimentos reativos, sendo um deles reservado, encontram-se representados nas figuras 45 a 49.



Figura 45: Resultados da aplicação de 15 g/L de Nofelding RE



Figura 46: Resultados da aplicação de 30 g/L de Nofelding RE



Figura 47: Resultados da aplicação de 60 g/L de Nofelding RE



Figura 48: Resultados da aplicação de 80 g/L de Nofelding RE



Figura 49: Resultados da aplicação de 100 g/L de Nofelding RE

O efeito pretendido, ou seja, o de se notarem ambos os tons, o claro e o escuro na mesma peça foi conseguido apenas com concentrações de resina de 80 e 100 g/L. Para as concentrações mais baixas o tom rosa acabou por não ser muito notório, uma vez que a capacidade de reserva não foi suficiente e o tingimento com marinho acabou por sujar muito a cor.

Para concentrações muito elevadas de resina verificou-se uma perda muito grande da resistência da fibra nos locais onde foi aplicada a resina, rasgando muito facilmente.

A grande quantidade de resina foi necessária, uma vez que a diferença de concentrações de corante para um tingimento e para outro era muito grande, sendo que uma das cores era muito escura e outra era muito clara.

Assim, para concentrações acima dos 60 g/L (inclusive) a perda de resistência é muito acentuada. Não se podendo usar concentrações muito elevadas desta resina, não se consegue obter o efeito pretendido para tonalidades muito diferentes.

Assim, tentou-se o mesmo processo para tonalidades mais próximas, utilizando 0.5% de corante amarelo para a base e 0.5% de corante laranja para o segundo tingimento. Reduziu-se a concentração de resina novamente para 30 g/L. Os resultados podem ver-se na figura seguinte.



*Figura 50: Resultado do teste com uma menor diferença de concentrações de corantes e 30 g/L de Nofelding RE*

## 5.2 Agualela

Nas figuras 51 a 55 estão apresentados os resultados da aplicação das resinas concentradas, do sal e da água. Estes painéis estão devidamente secos, ou seja, depois de sujeitos à temperatura de 130°C.



Figura 51: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com água

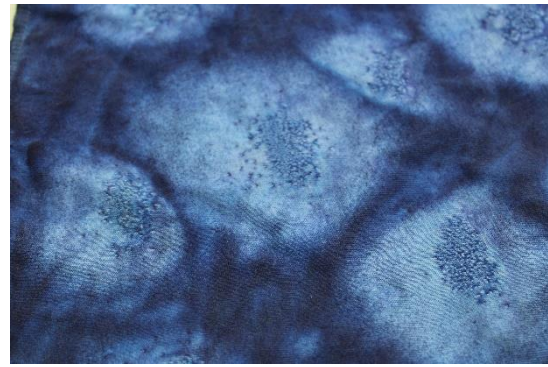


Figura 52: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com sal

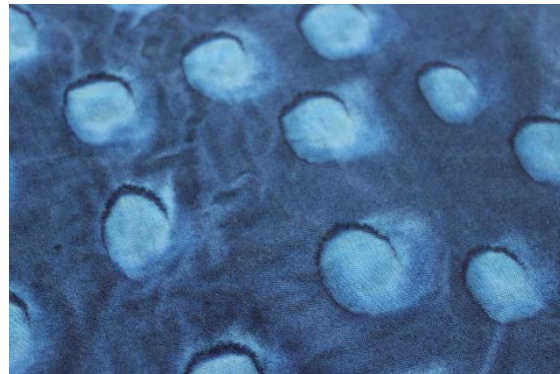


Figura 53: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com Mordient M New



Figura 54: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com RialResin Fluo



Figura 55: Resultado do acabamento aguarela realizado apenas com Eletrorep

A aplicação do sal para o efeito aguarela foi bem-sucedida em termos de cor e efeito, no entanto, não se revelou muito prática numa situação de produção, uma vez que é necessário esperar até que todo o sal se dissolva para secar. Por outro lado, as resinas são aplicadas no estado líquido e o painel pode ser imediatamente posto a secar, sendo um processo mais prático e mais rápido em situações de produção.

Relativamente à água, verificou-se que o efeito no painel ficou muito pouco evidente e que com a aplicação do sal e das resinas, o efeito ficou mais evidente e próximo daquilo que era desejado.

Quanto às três resinas, nos testes de solidez não foi possível identificar diferenças muito evidentes entre as três. Quanto ao resultado estético, o *elektrorep* foi o que permitiu um efeito mais bonito, permitindo abrir mais tons claros em volta das gotas, marcando bem a diferença entre a tonalidade do tingimento base e do interior da gota.

Tendo em vista melhorar o aspeto visual do tingimento, testou-se também outra forma de aplicação da resina, pingando-a recorrendo a um pincel, como se pode ver na figura 56.



*Figura 56: Resultados da aplicação das resinas com um pincel*

No decorrer dos testes foram-se encontrando alguns problemas que são enumerados seguidamente.

### Temperatura fixação do ligante

Depois de saírem do secador onde foram sujeitas a 130°C, algumas gotas ficaram ligeiramente amarelas, sendo que provavelmente foram queimadas pela elevada temperatura, como se pode ver na Figura 57.

Estas manchas amarelas podem indicar que o efeito aguarela esta a ser sujeito a temperaturas muito elevadas, sendo assim, realizaram-se testes em que as peças foram sujeitas a temperaturas de fixação de apenas 80°C.



Figura 57: Acabamentos manchados devido à elevada temperatura a que foram sujeitos durante a fixação

## Controlo de Qualidade

Relativamente ao controlo de qualidade no processo aguarela, os resultados dos testes de solidez à lavagem das peças sujeitas à temperatura de fixação de 80°C, representados na tabela abaixo, foram satisfatórios para todas as fibras, podendo então dizer que este processo permite obter bons resultados de solidez à lavagem.

Tabela 6: Resultados testes solidez à lavagem com os produtos concentrados

Zona Multifibras	Sal	Mordiente	Eletoprep	Rialresin
Lã	4/5	4/5	4/5	4/5
Acrílico	4	4/5	4/5	4/5
Poliéster	4	4	4/5	5
Poliamida	4/5	5	4/5	5
Algodão	4/5	5	4/5	5
Acetato	4/5	4/5	4/5	4/5

Sobre este processo, é necessário referir que se obtiveram maus resultados nos testes de solidez à fricção, como se pode ver na Tabela 7.

Para tentar colmatar estes resultados, a solução encontrada foi a aplicação de mais um banho de ligante a frio durante 10 minutos para tentar obter uma melhor fixação do corante à fibra e assim tentar melhorar os resultados dos testes de solidez à fricção. A quantidade de Ligante RFN utilizada foi de 100, 150 e 200 g de produto por cada kg de malha a testar. Seguidamente, o teste foi secar e termofixar a 130°C. Os testes de solidez à fricção foram repetidos, mas não se verificou nenhuma melhoria evidente. Os resultados dos testes de solidez à fricção antes e depois da aplicação do ligante estão nas tabelas 8 a 10 representados na figura 58.



Figura 58: Testes de solidez à fricção realizados depois dos testes com 100,150 e 200 g de Ligante RFN por cada kg de malha

Tabela 7: Resultados testes de solidez à fricção sem aplicação de qualquer produto

Orientação das Fibras	Sal	Mordiente	Elektoprep	Rialresin
HS	3	2/3	3	2/3
HH	1/2	1	1/2	1

Tabela 8: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 100g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção

Orientação das Fibras	Sal	Mordiente	Elektoprep	Rialresin
HS	3	3	3	2/3
HH	2	1	1/2	1

Tabela 9: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 150g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção

Orientação das Fibras	Sal	Mordiente	Elektoprep	Rialresin
HS	3	3	2/3	3
HH	1/2	1	1/2	1/2

Tabela 10: Resultados dos testes de solidez depois da aplicação de 200g/kg de ligante RFN para melhorar a solidez à fricção

Orientação das Fibras	Sal	Mordiente	Elektoprep	Rialresin
HS	2/3	3	2/3	2/3
HH	2	1	1/2	1

Como se pode ver na figura 58, não se verificou nenhuma melhoria significativa na solidez à fricção utilizando mais um banho de ligante a frio. No entanto, mesmo que se notasse uma melhoria, a solução não seria viável devido à elevada temperatura a que se deve submeter o tingimento, para que a resina possa polimerizar (130°C).

Como o novo banho de ligante acabou por não resolver o problema de solidez à fricção, experimentou-se um novo produto, o *Asuffix MF*. Este produto foi recomendado pelo fornecedor e é indicado para a melhoria da solidez à fricção em peças tingidas recorrendo a pigmentos de estamparia, como o caso deste estudo.

Seguiu-se a receita indicada na ficha técnica do produto. Utilizaram-se 3 g/L de produto (máximo recomendado na ficha técnica), numa relação de banho de 1:20. Como o produto atua em meio ácido, utilizou-se ácido acético para baixar o pH para 4.

De seguida realizaram-se os testes de solidez à fricção a húmido, que se podem ver na figura 59.

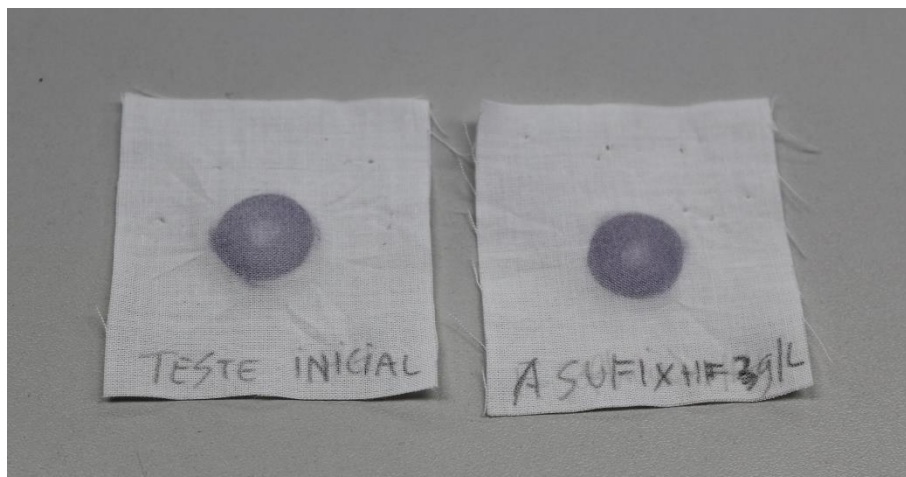


Figura 59: Testes de solidez efetuados depois da utilização do Asuffix MF

Estes resultados encontram-se classificados na tabela 11.

Tabela 11: Resultados do teste de solidez depois do teste efetuado com o Asuffix MF

Orientação das Fibras	Teste inicial	Asuffix MF
HS	3	3
HH	2	1/2

Como se pode ver na classificação da tabela 11, o produto não foi eficiente, dando ainda a impressão de que piorou ligeiramente a solidez a húmido.

Na tentativa de encontrar um produto que fosse capaz de permanecer na superfície do tingimento, utilizou-se uma cola que é utilizada normalmente na empresa na secção de acabamentos para colar glitter.

Normalmente o produto é utilizado numa proporção de 1:1, utilizando a mesma quantidade de resina e de água para diluí-la. Neste caso, vão ser utilizadas menores quantidades de resina, uma vez que este produto atribuí um toque muito seco e duro à peça.

Assim, realizaram-se testes para concentrações de 20 mL/L, 30 mL/L, 40 mL/L e 50 mL/L de *Fixamin PUK*.

O produto é aplicado num banho a frio. Depois da peça permanecer no banho por 10 minutos, torceu-se para retirar o excesso de água e secou-se a 60°C. Quando seco, efetuaram-se os testes de solidez à fricção. Para a realização destes testes, o efeito aguarela foi efetuado utilizando o *elektroprep*. Os resultados destes testes estão efetuados na tabela seguinte.

Tabela 12: Resultados de solidez de acordo com diferentes concentrações de *Fixamin*

Concentração de produto	Orientação das Fibras	Resultado do teste de solidez
Sem adição de produto	HS	2/3
	HH	½
20 mL/L	HS	3
	HH	2
30 mL/L	HS	3
	HH	3
40 mL/L	HS	3/4
	HH	3
50 mL/L	HS	3/4
	HH	3/4



Figura 60: Resultados teste de solidez à fricção a húmido

A utilização do Fixamin PUK numa concentração de 50 mL/L de banho permitiu uma melhoria de 2 pontos nos resultados dos testes de solidez, como se pode verificar na tabela anterior e na figura 59. No entanto, não se revelou a melhor solução, uma vez que atribuiu à peça um toque muito seco.

Assim sendo, pode-se considerar que uma concentração de 30 ml/L de produto é a melhor opção, uma vez que um resultado de 3 na solidez à fricção a húmido já é considerado aceitável pelos cadernos de encargos de diversas marcas e permite obter uma textura mais agradável na peça.

A solução apresentada para este problema do processo aguarela pode ser também utilizada no tingimento vegetal uniforme, permitindo melhorar o processo uma vez que para cores escuras, origina problemas de solidez, tal como o processo aguarela.



Figura 61: Tingimento vegetal e respetivos resultados de solidez à fricção depois da utilização de 40 ml/L de Fixamin PUK



## 6 Conclusões e sugestões para trabalho futuro

O objetivo principal deste trabalho foi otimizar dois processos que se realizam na empresa Quinta & Santos Score - Lavandaria e Tinturaria. Os processos a otimizar foram o *old dye* e o aguarela.

O processo *old dye* pretende a criação de peças com efeito de desgaste e surge como uma alternativa ao *fade out*, que corresponde a uma forma mais “tradicional” de desgaste, utilizando perlita ou pedra pomes para efetuar o desgaste físico na peça.

Relativamente ao processo *old dye*, podemos concluir que 10 g/L é a concentração de produto que revelou um melhor resultado visual, permitindo um aspeto mais limpo, sem manchas, que se verificaram para concentrações superiores. No entanto, deve ter-se em conta que o cliente é sempre quem decide qual o aspeto desejado, mais limpo ou mais manchado, apesar de o aspeto liso ser o mais comum, por se diferenciar do *fade out*.

O *old dye* diferencia-se do *fade out* pelo aspeto liso que confere no lado em que a peça é desgastada e pelo aspeto brilhante e novo que se consegue do outro lado pela utilização de corantes reativos. O *old Dye* constitui um processo que exige menos lavagens e menos mão-de-obra. Como é um processo realizado integralmente em máquina existirá a garantia de uma maior estabilidade e igualização de todas as peças, podendo assim produzir partidas de peças todas iguais. Este acabamento permite a obtenção de peças com bons resultados de solidez e pode ser aplicado numa vasta gama de cores.

O tingimento com reserva localizada surgiu neste trabalho como uma ideia de uma variação ao processo *Old Dye* descrito. É um processo com uma componente manual, mas isto não constitui necessariamente um inconveniente, uma vez que a empresa possui uma secção vocacionada para este tipo de trabalhos. Este processo contém algumas limitações como a quantidade de resina a ser utilizada, sendo que, por este motivo a cor de base (1º tingimento) não deve ter uma concentração de corante muito inferior à concentração utilizada no 2º tingimento, pois será necessária uma quantidade de resina mais elevada para efetuar a reserva. Como mostrado no capítulo 5, quantidades muito elevadas de resina, fazem com que a fibra se torne muito frágil e quebradiça, rasgando com muita facilidade.

O objetivo de criar uma peça com duas cores sem afetar a resistência da fibra foi conseguindo, utilizando uma combinação de cores com concentrações de corante mais aproximada e a utilização de 30 g/L de *Nofelding RE*.

O processo aguarela também constitui um produto inovador no mercado, apresentando uma peça em que predominam duas tonalidades diferentes, a que se encontra no interior da pinta e a do tingimento base da peça, com a utilização de pigmentos de estamparia. Por se tratar de um acabamento manual, este processo não garante a existência de duas peças iguais, sendo também um fator diferenciador no mercado.

No decorrer do trabalho foi apresentada uma proposta de resolução do problema de solidez do processo aguarela que se revelou eficaz, melhorando em 1 ponto a solidez à fricção das peças tingidas com corantes de estamparia. Este resultado foi conseguido pela utilização de um banho a frio usando Fixamin PUK na concentração de 30 mL/L. Esta solução revelou-se eficaz não só para o processo aguarela, mas também para o processo vegetal por si só, que apresenta os mesmos problemas de solidez, por se utilizar o mesmo tipo de pigmentos.

Quanto às sugestões para trabalho futuro, podem ser exploradas as potencialidades do produto Nofelding RE, nomeadamente para gamas de corantes e pigmentos que tinjam em meio ácido. Como se trata de uma resina com pH ácido, pode vir a aumentar os rendimentos de cor dos tingimentos, uma vez que cria na fibra as condições exatas de tingimento, que não desaparecem durante o tingimento, como ocorre por exemplo com o ácido acético devido a elevadas temperaturas do tingimento.

Quanto à aplicação desta resina para efeitos de reserva existem diversas formas de aplicação. Neste trabalho desenvolveu-se uma variação utilizando a aplicação com pincel. No entanto, pode-se experimentar por exemplo o spray, que permitirá outros efeitos também atrativos.

Quanto ao processo aguarela podem-se tentar fazer estudos nouro tipo de fibras que não as celulósicas, uma vez que estes tipos de pigmentos não interagem quimicamente com as fibras celulósicas, ficando à superfície. Do mesmo modo, também podem ficar à superfície de outras fibras e consequentemente tingi-las.

Quanto ao setor da tinturaria em geral, existem inúmeros desafios relacionados com o seu impacto ambiental. Os corantes são muito poluentes e não são biodegradáveis no meio ambiente. Outro desafio seria postar na redução dos consumos de água e energia inerentes a esta indústria.

## Referencias Bibliográficas

- [1] W. P. Limited, *Related titles*. 2015.
- [2] J. N. Chakraborty, *Fundamentals and practices in colouration of textiles*. 2009.
- [3] H. H. Epps, “Basic principles of textile coloration,” *Color Res. Appl.*, vol. 28, no. 3, pp. 230–231, 2003.
- [4] “Structure of silk.” [Online]. Available: [http://www.dermasilk.co.nz/content.php?view=HEALTHCARE\\_PROFESSIONALS](http://www.dermasilk.co.nz/content.php?view=HEALTHCARE_PROFESSIONALS). [Accessed: 28-Mar-2018].
- [5] “Yarn manufacturing.” [Online]. Available: [textilebd-yarn.blogspot.pt/2011/07/melt-spinning-process.htm](http://textilebd-yarn.blogspot.pt/2011/07/melt-spinning-process.htm). [Accessed: 28-Mar-2018].
- [6] A. Gürses, M. Açıkyıldız, K. Güneş, and M. S. Gürses, “Dyes and Pigments,” 2016.
- [7] C. C. I. Guaratini and V. B. Zanoni, “Fixação do Corante A forma de fixação da molécula do corante a essas fibras geralmente é feita em solução aquosa e pode envolver basicamente,” *Quim. Nova*, vol. 23, no. 1, pp. 71–78, 1999.
- [8] S. P. Esche, “Direct dyes - Their application and uses,” *AATCC Rev.*, vol. 4, no. 10, pp. 14–17, 2004.
- [9] C. De Tecnologia, “Processos químicos têxteis,” vol. III, 2008.
- [10] Troficolor, “Ultimação,” *Processos têxteis*. pp. 22–59.
- [11] CITEVE, “Estudo das dificuldades das empresas do setor têxtil e vestuário no cumprimento de legislação ambiental,” p. 52, 2012.



## Anexos

### Anexo A. Resultados testes solidez à lavagem para os processos de *Old Dye* e *Fade Out*

Nas tabelas seguintes encontram-se os resultados dos testes de solidez à lavagem, cujo procedimento foi realizado de acordo com a norma ISO 105 – 108:2001.

A classificação foi feita utilizando uma escala de cinzentos e seguindo o procedimento descrito na norma NP EN 20105-A03 (1995).

Tabela 13: Resultados teste de solidez à lavagem para diferentes concentrações de resina Nofelding RE

Tipo de Fibra	Classificação de acordo com a concentração resina Nofelding RE				
	5 g/L	7,5 g/L	10 g/L	12,5 g/L	15 g/L
Lã	5	4/5	4/5	4/5	4/5
Acrílico	5	5	5	4/5	5
Poliéster	5	5	5	5	5
Poliamida	5	4/5	4/5	5	5
Algodão	4/5	4/5	5	4/5	5
Acetato	4/5	5	5	5	5

Tabela 14: Resultados teste de solidez à lavagem para diferentes tempos em máquina nos testes de desgaste com *fade out*

Tipo de Fibra	Classificação de acordo com o tempo passado em máquina			
	3 minutos	6 minutos	9 minutos	12 minutos
Lã	5	4/5	5	4/5
Acrílico	5	5	4/5	5
Poliéster	5	5	5	5
Poliamida	5	4/5	4/5	5
Algodão	4/5	4/5	4/5	5
Acetato	5	5	4/5	5



## Anexo B. Resultados dos testes realizados no espectrofotómetro

No anexo A encontram-se os resultados dos testes para avaliar os parâmetros  $k/S$  e  $\Delta E$  para os tingimentos obtidos para o processo Old Dye e para o processo de desgaste com fade out, tendo em vista uma comparação e discussão destes parâmetros para ambos os processos.

### B.1 Resultados de $\Delta E$ para os tingimentos obtidos com o processo *Old Dye* e com o processo de *Fade Out*

Tabela 15: Resultados de  $\Delta E$  para as diferentes quantidades de resina aplicadas

Quantidade de Resina (g/L)	$\Delta E$
5	0,54
7,5	1,08
10	1,87
12,5	2,44
15	3,01

Tabela 16: Resultados de  $\Delta E$  para o processo de fade Out de acordo com os diferentes tempos passados em máquina

Tempo em máquina (min)	$\Delta E$
3	0,46
6	0,8
9	0,93
12	1,08

## B.2 Gráficos k/S para as diferentes quantidades de resina para o processo *old dye*

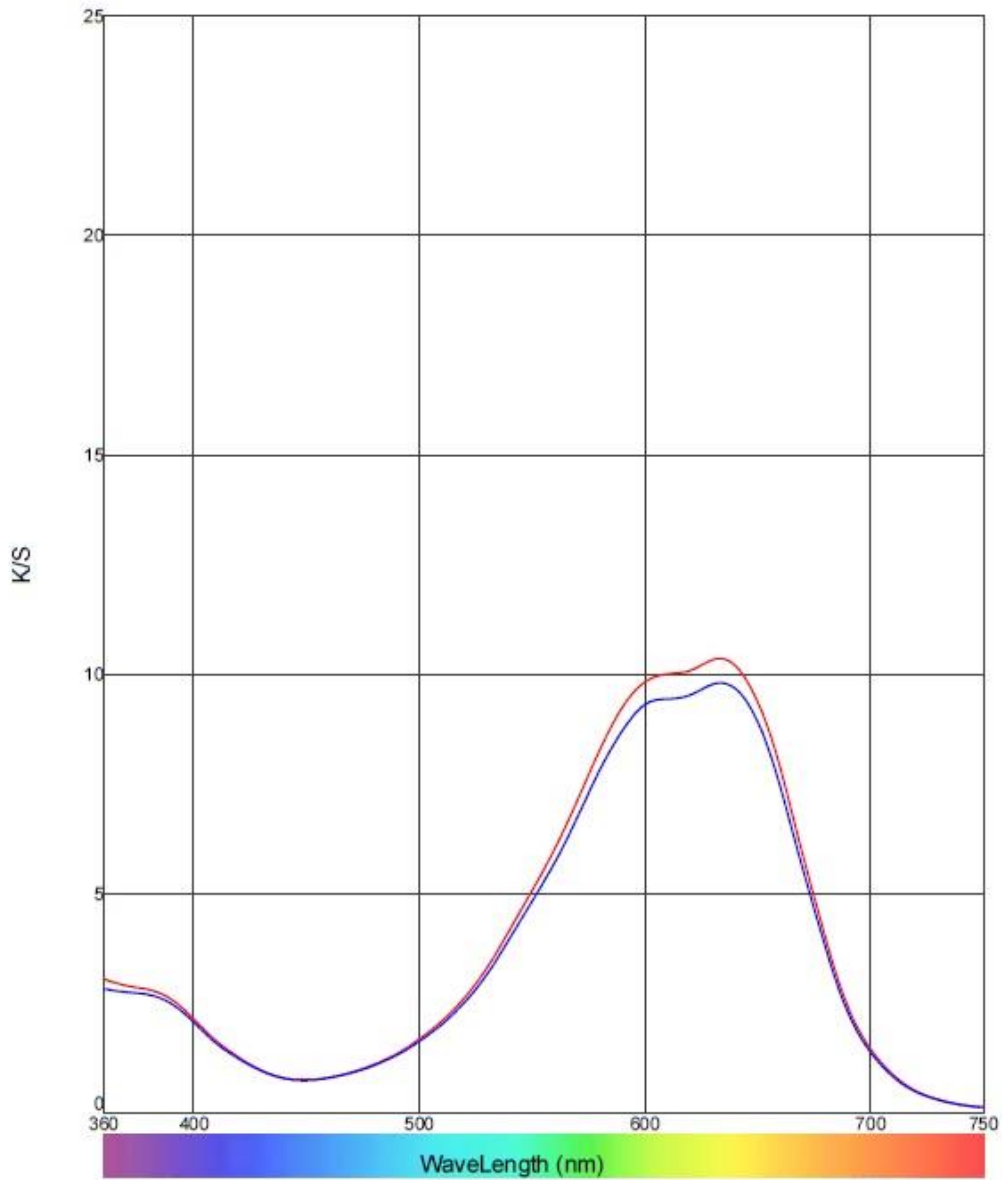
Gráfico Espectral

22/08/2018 09:31:20

**5 g/L**

e-Tarefa1.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]

- lado sem resina - lado com resina



© 2018

Color iMatch (Versão 9.4.50)

1

Figura 62: Gráfico k/s para o teste com 5g/L de resina

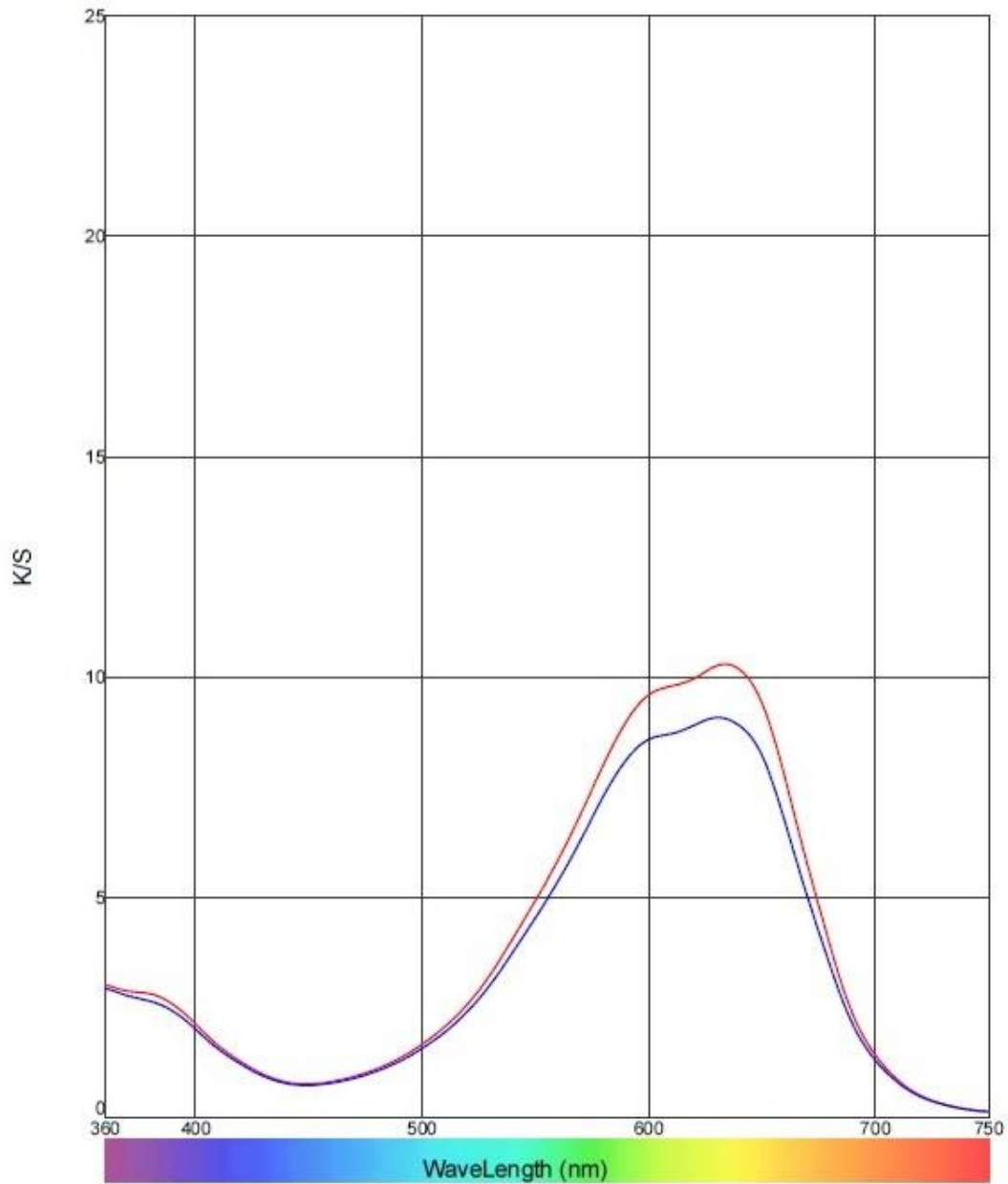
Gráfico Espectral

21/08/2018 17:21:42

**7,5 g/L**

**e-Tarefa1.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**

- lado sem resina - lado com resina



© 2018

Color iMatch (Versão 9.4.50)

1

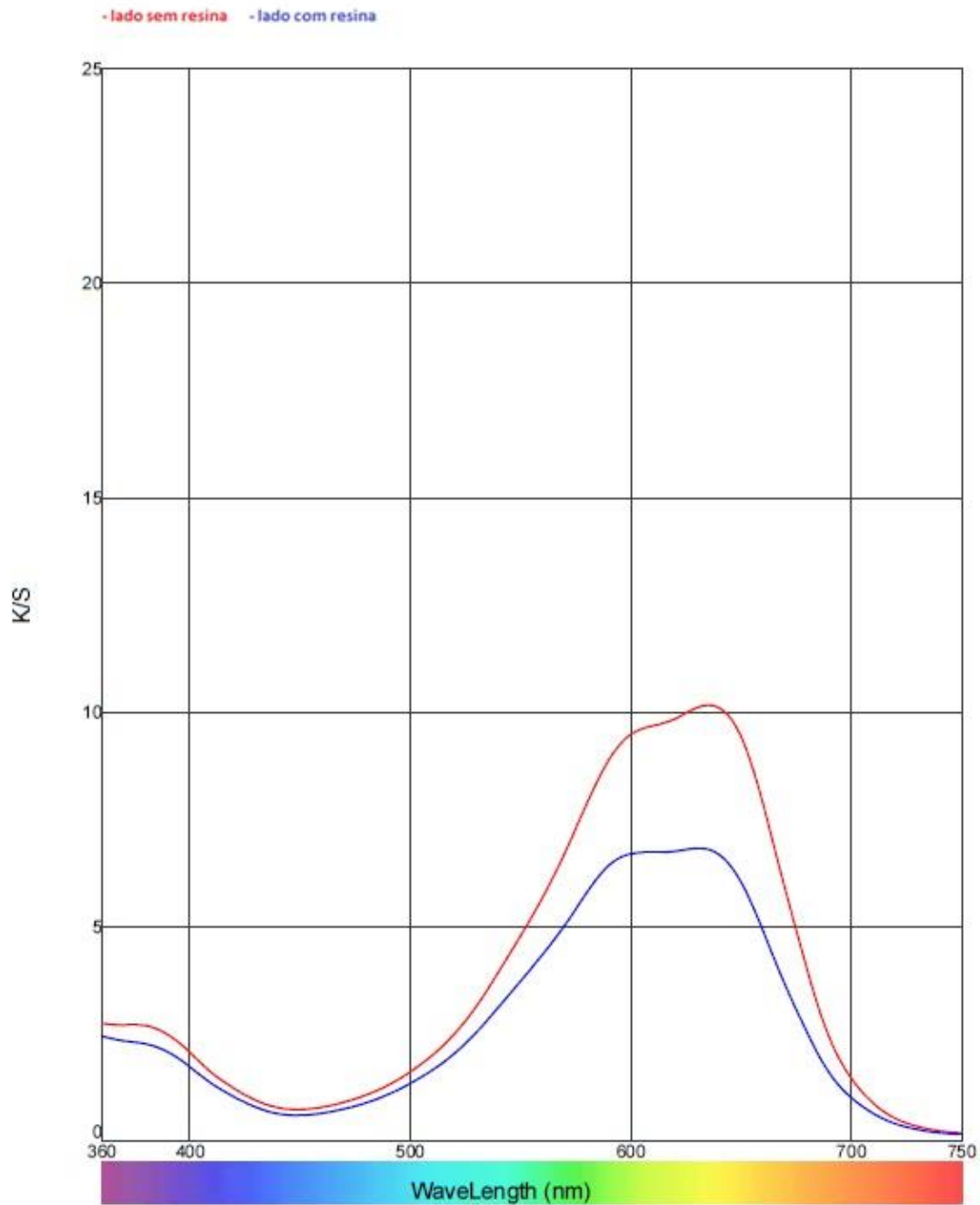
Figura 63: Gráfico k/s para o teste com 7,5 g/L de resina

Gráfico Espectral

21/08/2018 10:34:25

**10 g/L**

**e-Tarefa1.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**



iluvite

Color iMatch (Versão 9.4.59)

1

Figura 64: Gráfico k/s para o teste com 10 g/L de resina

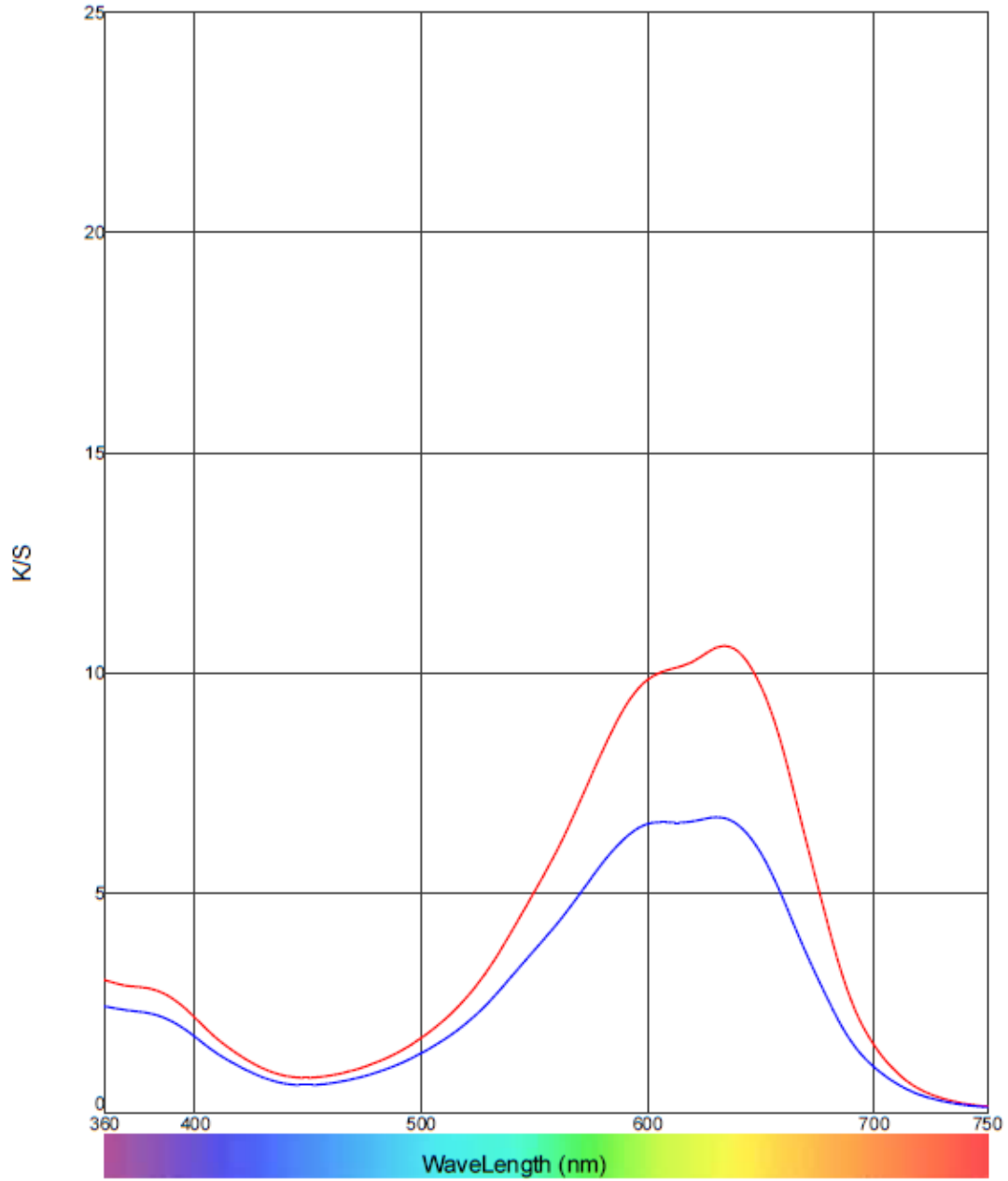
Gráfico Espectral

22/08/2018 09:28:01

**12,5 g/L**

**e-Tarefa1.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**

- lado sem reima - lado com resina



isrite

Color iMatch (Versão 9.4.50)

1

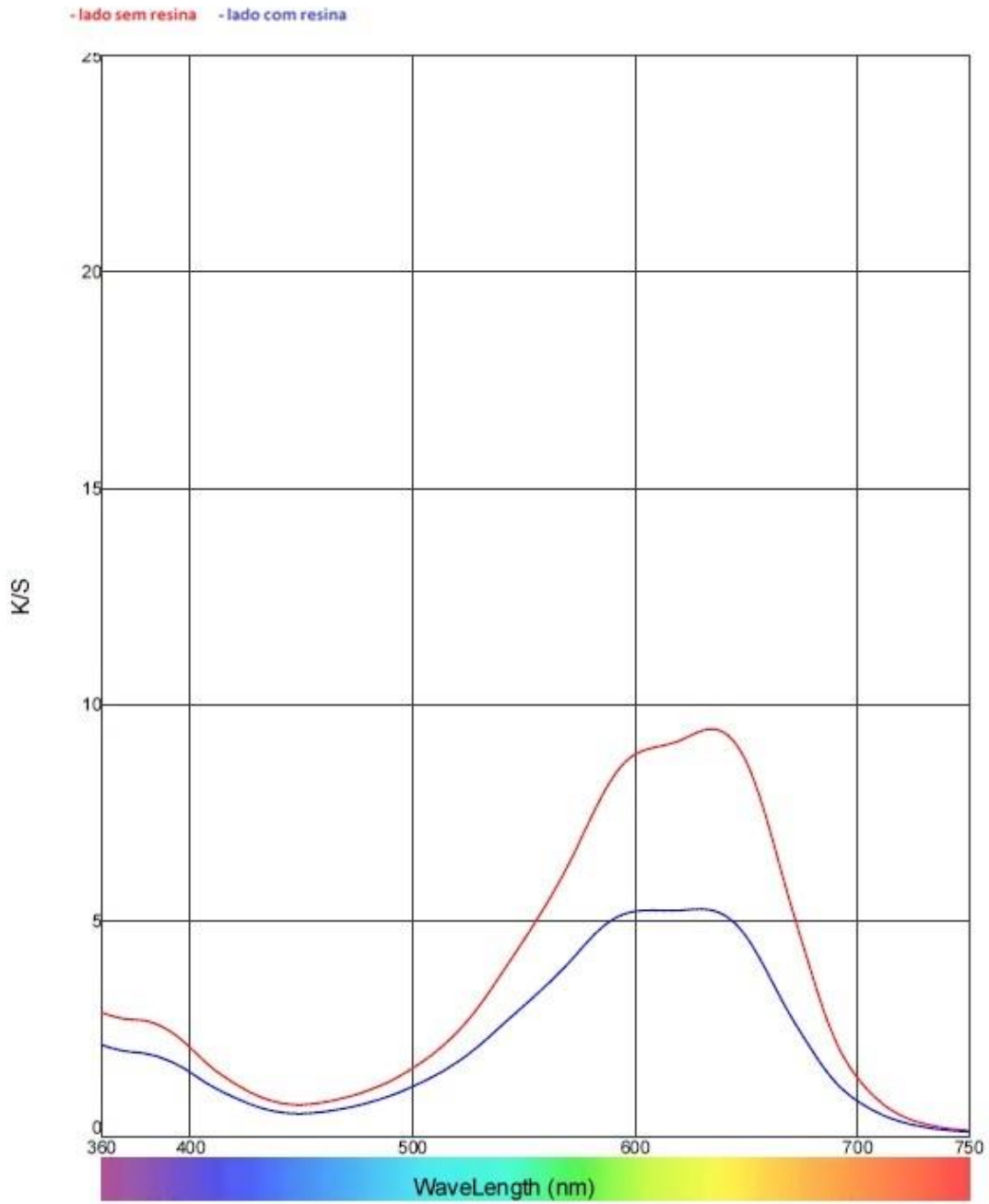
Figura 65: Gráfico k/s para o teste com 12,5 g/L de resina

Gráfico Espectral

21/08/2018 10:40:29

15 g/L

e-Tarefa1.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]



©2018

Color iMatch (Versão 9.4.50)

1

Figura 66: Gráfico k/s para o teste com 15 g/L de resina

### B.3 Gráficos k/S para diferentes tempos em máquina para o processo de *fade out*

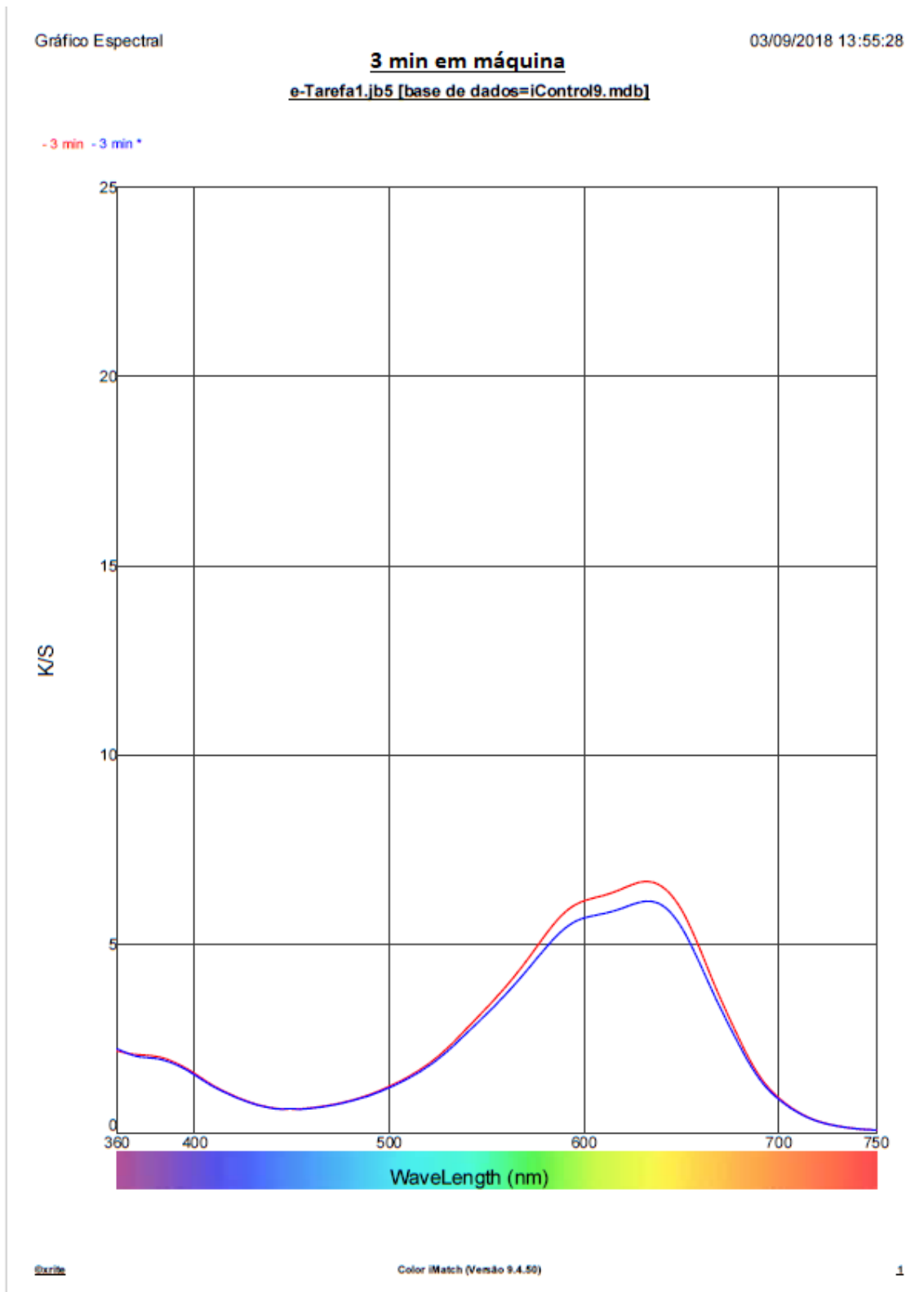


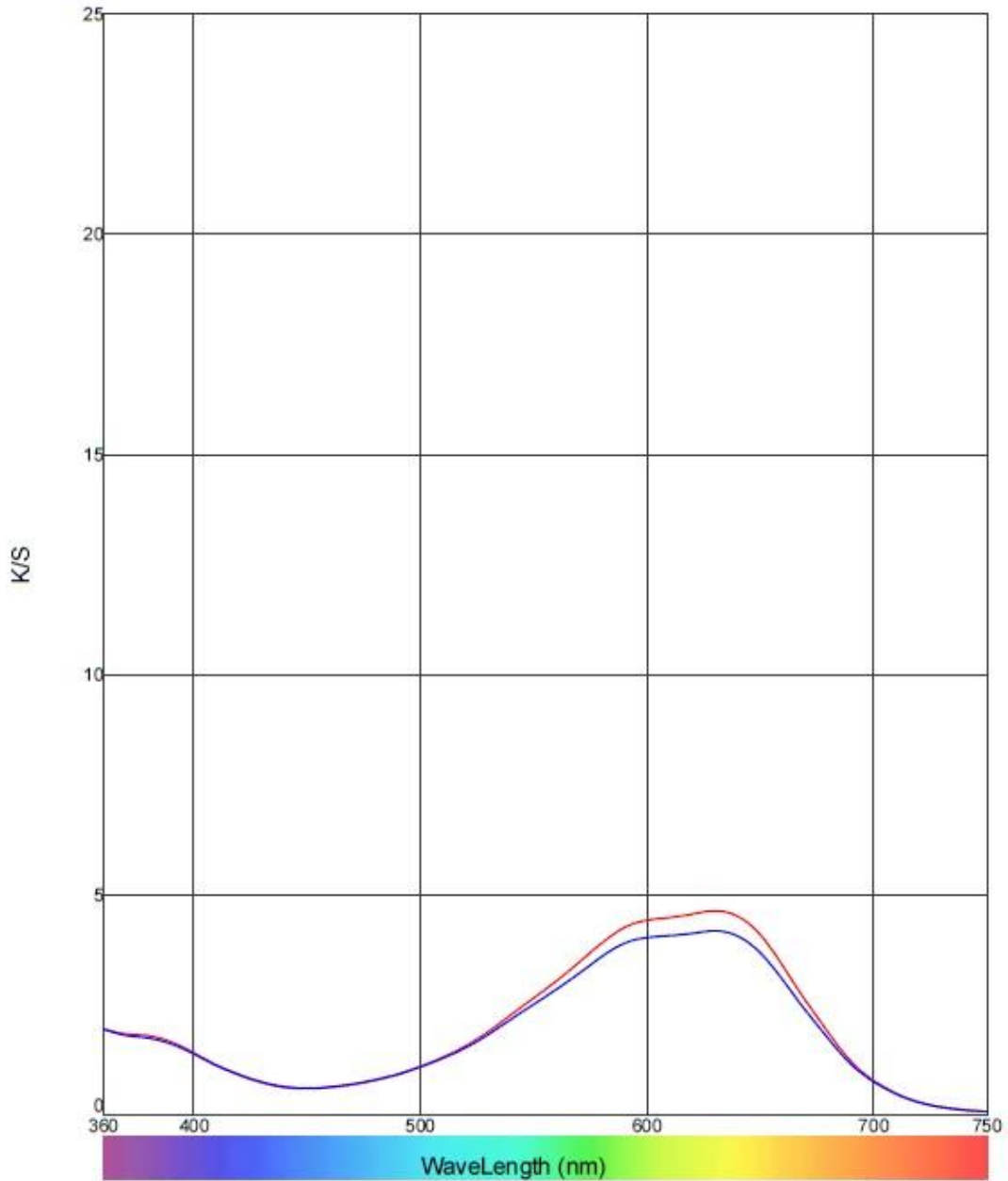
Figura 67: Gráfico k/s para o teste de 3 minutos em máquina

Gráfico Espectral

03/09/2018 11:43:54

**6 minutos em máquina**  
**e-Tarefa2.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**

- 6 min - 6 min \*



©2018

Color iMatch (Versão 9.4.50)

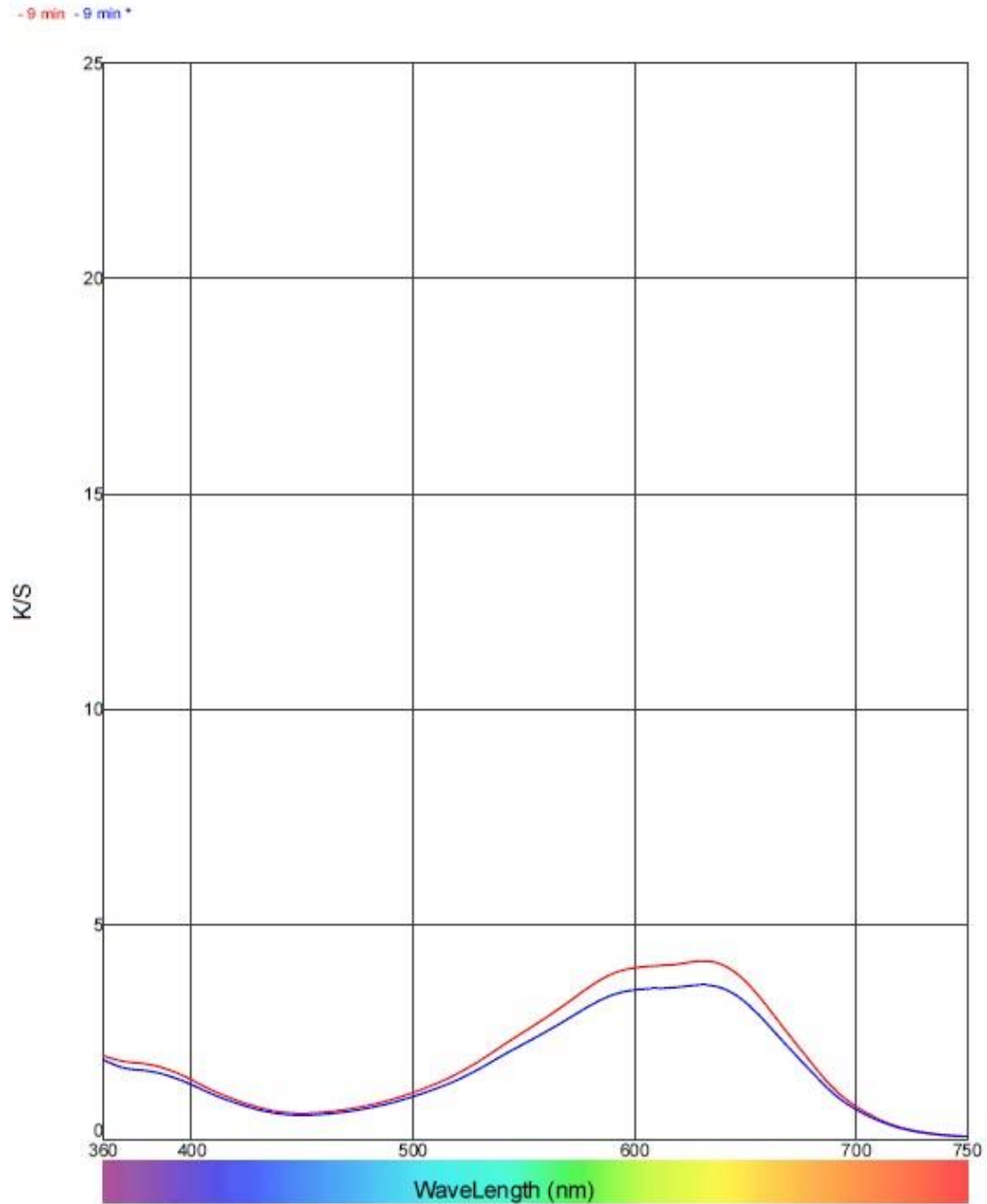
1

Figura 68: Gráfico k/s para o teste de 6 minutos em máquina

Gráfico Espectral

03/09/2018 11:56:39

**9 minutos em máquina**  
**e-Tarefa2.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**



©xrite

Color iMatch (Versão 9.4.50)

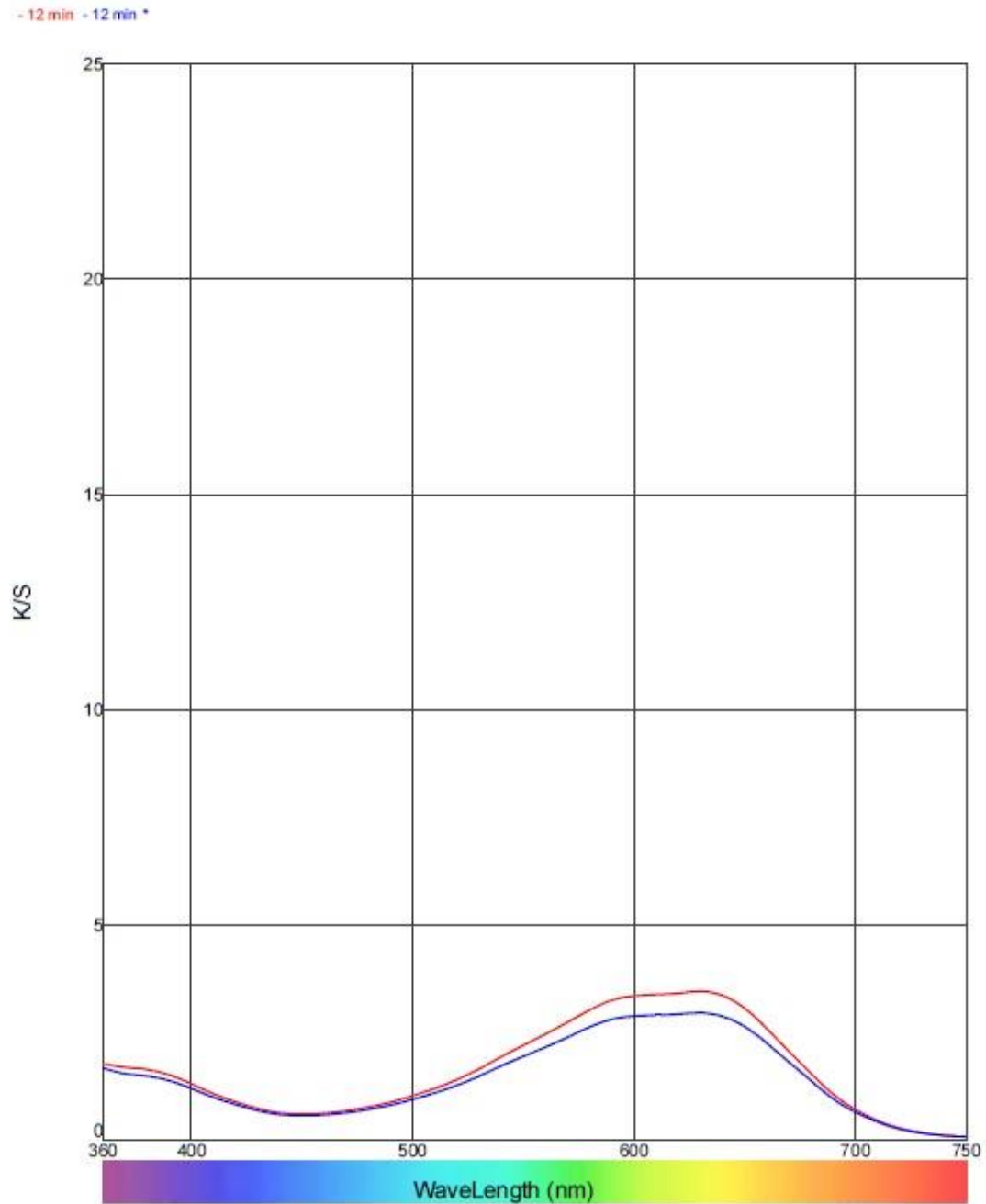
1

Figura 69: Gráfico k/s para o teste de 9 minutos em máquina

Gráfico Espectral

03/09/2018 11:59:49

**12 minutos em máquina**  
**e-Tarefa2.jb5 [base de dados=iControl9.mdb]**



Color iMatch (Versão 9.4.59)

1

Figura 70:Gráfico k/s para o teste de 12 minutos em máquina