



Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

SANDRA DANIELA LOPES MOREIRA MAIA

novembro de 2022

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

Sandra Daniela Lopes Moreira Maia

Novembro de 2022

Orientadoras:

Engenheira Branca Marta – AQUITEX

Engenheira Margarida Ribeiro – ISEP

Engenheira Teresa Sena Esteves – ISEP

Realizado na empresa Aquitex - Acabamentos Químicos Têxteis, S.A.

Agradecimentos

A realização desta dissertação, retrata o final de uma das etapas mais importantes na vida de um universitário e o alcance de um objetivo pessoal. Desta forma, é fundamental agradecer a quem fez parte de todo o meu percurso académico.

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer ao engenheiro Jorge Faria e à Matilde Faria pela oportunidade que me foi oferecida e por todo o ensinamento transmitido.

À minha orientadora da empresa, Branca Marta agradeço por todo o seu apoio durante estes meses e todo o conhecimento que me transmitiu.

À Sónia, Gabi e Andreia, por todos os momentos e partilhas. Foram sem dúvida um pilar essencial durante todo este tempo.

A todos os restantes colaboradores da Aquitex, um grande obrigada por sempre me fazerem sentir bem-vinda e por todas as horas de almoço e convívios que sempre recordarei com muito carinho.

Gostaria também de agradecer às engenheiras Margarida Ribeiro e Teresa Sena Esteves pelo acompanhamento que me foi prestado e por toda a compreensão e tempo disponibilizado.

À minha família, que não existem palavras que cheguem para agradecer tudo o que já fizeram por mim. Aos meus pais e irmão, que são o meu principal apoio, que são as pessoas que mais me motivam e que mais quero orgulhar. Aos meus avós maternos e paternos, tios, primos, um gigante obrigada por todo o incentivo e amor. Um especial agradecimento à minha mais recente perda, o meu avô paterno, que sei que se estivesse aqui estaria bastante orgulhoso de mim.

A todos os meus amigos, quer de Penafiel, quer do Porto, obrigada por todo o carinho e por celebrarem comigo todas as minhas conquistas e me auxiliarem em todos os momentos menos bons. Às minhas colegas de casa, um especial obrigada por serem as pessoas que viveram mais de perto estes momentos.

A todos, o meu mais sincero obrigada por me acompanharem durante todo este percurso.

Resumo

A presente dissertação tem como objetivo a melhoria dos métodos de análise utilizados na empresa, considerando: o poder dispersante de produtos auxiliares em corantes reativos, o poder dispersante de produtos auxiliares em corantes dispersos, o poder de molhagem de um tecido, o poder sequestrante de cálcio do produto auxiliar a testar e o poder sequestrante de ferro do produto auxiliar a testar. O poder dispersante corresponde ao poder de um certo produto dispersar o corante pela fibra e o poder sequestrante, representa o poder de um produto complexar o ião, neste caso, o ião cálcio e o ião ferro.

Para o poder dispersante de corantes reativos, o principal obstáculo era o facto de os resultados não serem reprodutíveis nem repetíveis. Sendo assim, foram efetuadas várias hipóteses para melhorar este método sendo que, o método definido final consiste na utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C.

Para o poder dispersante de corantes dispersos, o problema era o mesmo dos corantes reativos. Após várias tentativas para melhorar este procedimento, a escolhida foi a que utiliza 0,2 g/L de corante escarlata Itosperse SLK e 2 g/L de produto dispersante como produto auxiliar.

No poder de molhagem, ao realizar-se o método inicial do poder de molhagem, o tempo de espera máximo de 5 minutos era ultrapassado bastantes vezes e, por esse motivo, foi necessária a implementação de outro método. Este método foi definido como método da hidrofiliabilidade, em que se coloca o tecido teste numa solução de corante Azul Turquesa Itosperse S-GL 200%, e se mede a distância percorrida pelo corante durante 10 segundos.

A avaliação do poder sequestrante de cálcio é efetuada pela reação entre o carbonato de sódio com o acetato de cálcio que torna a solução turva, tendo em conta que o volume gasto de acetato de cálcio é considerado para o cálculo do poder sequestrante. A principal dificuldade é a visualização do ponto de turbidez para soluções transparentes, sendo que a solução encontrada foi adicionar corante Amarelo Lx (1:1000).

Por fim, para o poder sequestrante de ferro, o método era realizado num laboratório externo à empresa (Laboratório do CIETI/ISEP), porém, os resultados obtidos eram bastante semelhantes quando se avaliavam produtos auxiliares diferentes. Para resolução deste problema, foram desenvolvidos dois métodos que, atuando em simultâneo, fornecem resultados fidedignos. Estes métodos consistem em utilizar a máquina de tingimento, realizando uma filtração a vácuo dos tubos de tingimento e por fim, utilizar o espectrofotómetro para determinar a absorvância de cada produto, calculando a respetiva atividade quelante.

Palavras chave: Branqueio, Tingimento, Corantes dispersos, Corantes reativos, Molhagem, Cálcio, Ferro, Papel de filtro

Abstract

This dissertation aims to improve the analysis methods used in the company, considering: the dispersing power of auxiliaries in reactive dyes, the dispersing power of auxiliaries in dispersed dyes, the wetting power of a fabric, the calcium sequestering power of the auxiliary product to be tested and the iron sequestering power of the auxiliary product to be tested. The dispersing power corresponds to the power of a certain product to disperse the dye through the fiber and the sequestering power, represents the power of a product to complex the ion, in this case, the calcium ion and the iron ion.

For the dispersing power of reactive dyes, the main obstacle was that the results were not reproducible or repeatable. Therefore, several hypotheses were made to improve this method, and the final defined method is the use of cold dye and C filter paper.

For the dispersing power of disperse dyes, the problem was the same as for reactive dyes. After several attempts to improve this procedure, the one chosen was the one using 0.2 g/L itosperse SLK scarlet dye and 2 g/L dispersant as an auxiliary product.

In the wetting power, when performing the initial wetting power method, the maximum waiting time of 5 minutes was exceeded several times, and for that reason, another method had to be implemented. This method was defined as the hydrophilicity method, in which the test tissue is placed in a solution of Itosperse S-GL Turquoise Blue 200% dye, and the distance traveled by the dye in 10 seconds is measured.

The evaluation of the calcium sequestering power is performed by the reaction between sodium carbonate and calcium acetate that makes the solution turbid, considering that the spent volume of calcium acetate is considered for the calculation of the sequestering power. The main difficulty is the visualization of the turbidity point for transparent solutions, and the solution found was to add dye Yellow Lx (1:1000).

Finally, for the iron sequestering power, the method was performed in a laboratory outside the company (CIETI/ISEP Laboratory), but the results obtained were quite similar when different auxiliary products were evaluated. Two methods were developed that, acting

simultaneously, provide reliable results. These methods consist in using the dyeing machine, performing a vacuum filtration of the dyeing tubes and finally using the spectrophotometer to determine the absorbance of each product, calculating the respective chelating activity.

Keywords: Bleaching, Dyeing, Disperse dyes, Reactive dyes, Wetting, Calcium, Iron, Filter paper

Índice

| | | |
|-------|--|----|
| 1. | Introdução | 1 |
| 1.1 | Enquadramento do estágio curricular | 1 |
| 1.2 | Apresentação da empresa..... | 1 |
| 1.3 | Tema e objetivos do estágio..... | 2 |
| 1.4 | Organização do relatório..... | 2 |
| 2. | Estado da Arte..... | 3 |
| 2.1 | Setor Têxtil | 3 |
| 2.1.1 | Contexto Histórico | 3 |
| 2.1.2 | Setor Têxtil em Portugal | 3 |
| 2.1.3 | Setor Têxtil na União Europeia..... | 4 |
| 2.2 | Fibras têxteis | 5 |
| 2.2.1 | Fibras Naturais | 6 |
| 2.2.2 | Fibras Não Naturais | 10 |
| 2.3 | Sustentabilidade nos têxteis | 12 |
| 2.4 | Processos de preparação das fibras | 13 |
| 2.4.1 | Gasagem..... | 14 |
| 2.4.2 | Desencolagem | 14 |
| 2.4.3 | Mercerização..... | 16 |
| 2.4.4 | Fervura | 17 |
| 2.4.5 | Branqueio..... | 17 |
| 2.5 | Tipos de corantes | 23 |
| 2.5.1 | Corantes reativos..... | 23 |
| 2.5.2 | Corantes dispersos | 24 |
| 2.6 | Tingimento..... | 24 |
| 2.6.1 | Tingimento por esgotamento ou descontínuo | 26 |
| 2.6.2 | Tingimento contínuo..... | 28 |
| 2.7 | Colorimetria | 29 |
| 3. | Métodos experimentais | 33 |
| 3.1 | Determinação do poder dispersante para corantes reativos | 33 |
| 3.2 | Determinação do poder dispersante para corantes dispersos..... | 34 |
| 3.3 | Determinação do poder de molhagem | 35 |
| 3.4 | Determinação do poder sequestrante de cálcio..... | 35 |

| | | |
|--------|--|----|
| 3.5 | Análise do poder sequestrante de ferro – Método da Ferrozine | 36 |
| 4. | Resultados e análise de resultados | 39 |
| 4.1 | Poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes reativos | 39 |
| 4.1.1 | Condições iniciais | 39 |
| 4.1.2 | Influência do tempo de repouso de 20 min | 41 |
| 4.1.3 | Influência da agitação magnética de 20 min para cada concentração | 42 |
| 4.1.4 | Influência da preparação de um banho com 500 mL..... | 43 |
| 4.1.5 | Influência da utilização de sal diluído (1:5)..... | 44 |
| 4.1.6 | Procedimento novo com papel de filtro do tipo A..... | 45 |
| 4.1.7 | Condições iniciais utilizando 2 papéis de filtro iguais do tipo A | 47 |
| 4.1.8 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente | 48 |
| 4.1.9 | nfluência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B | 49 |
| 4.1.10 | Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B para o procedimento novo | 50 |
| 4.1.11 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro iguais A..... | 52 |
| 4.1.12 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro diferentes do tipo C | 53 |
| 4.1.13 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C | 55 |
| 4.1.14 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro diferentes do tipo C para o procedimento novo..... | 56 |
| 4.1.15 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e água da torneira utilizando papéis de filtro do tipo A..... | 57 |
| 4.1.16 | Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C | 58 |
| 4.1.17 | Seleção do método experimental para o poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes reativos..... | 59 |
| 4.2 | Poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes dispersos | 67 |
| 4.2.1 | Filtração a vácuo com 2 papéis de filtro iguais do tipo A | 67 |
| 4.2.2 | Influência da utilização de pH ácido..... | 68 |
| 4.2.3 | Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B..... | 69 |
| 4.2.4 | Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo C..... | 69 |
| 4.2.5 | Influência da redução para metade da quantidade de produto dispersante a utilizar | 70 |
| 4.2.6 | Influência da utilização de 1 g/L de corante escarlata itosperse SLK | 71 |

| | |
|---|-----|
| 4.2.7 Influência da utilização do dobro da quantidade dos fosfatos e de 1 g/L de corante escarlata itosperse SLK..... | 72 |
| 4.2.8 Influência da utilização de 0,5 g/L de corante escarlata itosperse SLK . | 72 |
| 4.2.9 Influência do tempo entre filtrações | 73 |
| 4.2.10 Procedimento diferente que envolve a utilização de corante <i>Cyanine Beweap</i> | 74 |
| 4.2.11 Seleção do método experimental para o poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes dispersos | 75 |
| 4.3 Poder de molhagem | 79 |
| 4.3.1 Método inicial | 79 |
| 4.3.2 Método da determinação da hidrofiliidade | 79 |
| 4.3.3 Método da determinação da hidrofiliidade (esperar 10 s e fazer medição) . | 80 |
| 4.3.4 Seleção do método experimental para o poder de molhagem | 81 |
| 4.4 Poder sequestrante de cálcio | 83 |
| 4.4.1 Titulação (condições iniciais) | 83 |
| 4.4.2 Titulação utilizando corante Amarelo Lx (1:1000) | 85 |
| 4.4.3 Seleção do método experimental para o poder sequestrante de cálcio ... | 86 |
| 4.5 Poder sequestrante de ferro..... | 91 |
| 4.5.1 Condições iniciais | 91 |
| 4.5.2 Determinação do poder sequestrante de ferro através de um método que usa a máquina de tingimento e uma filtração a vácuo..... | 93 |
| 4.5.3 Determinação do teor de ferro utilizando o espectrofotômetro | 96 |
| 4.5.4 Determinação do poder sequestrante de ferro por tingimento de malhas | 98 |
| 4.5.5 Seleção do método experimental para o poder sequestrante de ferro | 99 |
| 5. Conclusões e propostas para trabalhos futuros | 103 |
| Bibliografia..... | 107 |
| Anexos..... | 109 |
| Anexo A. Determinação do poder dispersante de corantes reativos..... | 109 |
| Anexo B. Ensaio para avaliar a forma como deve ser utilizado cada produto auxiliar quando se pretende realizar o poder dispersante de corantes dispersos | 113 |
| Anexo C. Ensaio para selecionar a água a utilizar no poder dispersante de corantes dispersos | 115 |
| Anexo D. Determinação do poder dispersante de corantes dispersos | 117 |
| Anexo E. Determinação do poder de molhagem | 119 |
| Anexo F. Determinação do poder sequestrante de cálcio | 121 |

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

| | |
|--|-----|
| Anexo G. Valores da curva de calibração de ferro-ferrozine do CIETI..... | 123 |
| Anexo H. Valores da curva de ferro-ferrozine obtidos..... | 125 |
| Anexo I. Determinação do poder sequestrante de ferro | 127 |

Índice de figuras

| | |
|--|----|
| Figura 1.1 - Ilustração das instalações da empresa Aquitex - Acabamentos Químicos Têxteis [1]..... | 1 |
| Figura 2.1 - Distribuição regional das empresas [3]..... | 4 |
| Figura 2.2 - Tipos de fibras têxteis | 6 |
| Figura 2.3 - Molécula de celulose [3]..... | 7 |
| Figura 2.4 - Estrutura interna do algodão [7] | 8 |
| Figura 2.5 - Formação da ligação de poliéster [7]..... | 11 |
| Figura 2.6 - Ciclo de vida de um produto têxtil [11]..... | 13 |
| Figura 2.7 - Escala do amido | 15 |
| Figura 2.8 - Reação entre a fibra e um corante reativo [17]..... | 23 |
| Figura 2.9 - Representação do azoico, antraquinínico e ftalocianínico, respetivamente [17] | 24 |
| Figura 2.10 - Tubo de ensaio | 26 |
| Figura 2.11 - Processo de tingimento [10] | 26 |
| Figura 2.12 - Máquina de tingimento..... | 27 |
| Figura 2.13 - Percentagens de exaustão e fixação em função do tempo de tingimento nas fases de adsorção/difusão e fixação..... | 28 |
| Figura 2.14 – Foulard..... | 29 |
| Figura 2.15 - Fonte luminosa, Observador e Objeto [19] | 29 |
| Figura 2.16 - Sistema CIELAB [19] | 30 |
| Figura 2.17 - Sistema elíptico CMC [19]..... | 31 |
| Figura 3.1 - Gobelés com diferentes concentrações de produto dispersante..... | 34 |
| Figura 3.2 - Processo para dispersante de corantes dispersos | 34 |
| Figura 3.3 - Exemplificação da montagem..... | 36 |
| Figura 4.1 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_ condições iniciais | 40 |
| Figura 4.2 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_ condições iniciais 4.2 | 40 |
| Figura 4.3 - Ensaio do produto F1 (à esquerda) e do produto F2 (à direita) _outro indivíduo..... | 41 |
| Figura 4.4 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_retirar tempo de repouso..... | 41 |
| Figura 4.5 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_retirar tempo de repouso..... | 42 |
| Figura 4.6 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_20 min de agitação magnética para cada concentração | 42 |
| Figura 4.7 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_20min de agitação para cada concentração ... | 43 |
| Figura 4.8 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_preparação de banho de 500 mL..... | 43 |
| Figura 4.9 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_sal diluído (1:5)..... | 44 |
| Figura 4.10 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_sal diluído (1:5)..... | 44 |
| Figura 4.11 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_ procedimento novo com 1 papel de filtro A..... | 45 |
| Figura 4.12 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com 2 papéis de filtro A | 46 |
| Figura 4.13 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com 1 papel de filtro A..... | 46 |

| | |
|---|----|
| Figura 4.14 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com 2 papéis de filtro A | 46 |
| Figura 4.15 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_2 papéis de filtro A | 47 |
| Figura 4.16 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_2 papéis de filtro A | 48 |
| Figura 4.17 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente | 49 |
| Figura 4.18 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente..... | 49 |
| Figura 4.19 - Ensaio 1 e sem produto do produto F1_papéis de filtro B..... | 50 |
| Figura 4.20 - Ensaio 1 e sem produto do produto F2_papéis de filtro B..... | 50 |
| Figura 4.21 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com papéis de filtro B | 51 |
| Figura 4.22 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com papéis de filtro B | 51 |
| Figura 4.23 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 52 |
| Figura 4.24 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 53 |
| Figura 4.25 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 54 |
| Figura 4.26 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 55 |
| Figura 4.27 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente e papel de filtro PSK 005..... | 56 |
| Figura 4.28 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 56 |
| Figura 4.29 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com papéis de filtro C | 57 |
| Figura 4.30 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente e água da torneira com papéis de filtro A..... | 58 |
| Figura 4.31 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e água da torneira com papéis de filtro A..... | 58 |
| Figura 4.32 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 59 |
| Figura 4.33 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto A_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 60 |
| Figura 4.34 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto B_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 61 |
| Figura 4.35 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto C_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 61 |
| Figura 4.36 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto D_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A..... | 62 |
| Figura 4.37 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto A_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 63 |
| Figura 4.38 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto B_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 63 |

| | |
|--|-----|
| Figura 4.39 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto C_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 64 |
| Figura 4.40 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto D_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C | 64 |
| Figura 4.41 - Ensaio 1 e 2 do produto A_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 65 |
| Figura 4.42 - Ensaio 1 e 2 do produto B_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 65 |
| Figura 4.43 - Ensaio 1 e 2 do produto C_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 65 |
| Figura 4.44 - Ensaio 1 e 2 do produto D_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C | 66 |
| Figura 4.45 - Ensaio 1 e 2 do produto E..... | 67 |
| Figura 4.46 - Ensaio 1 e 2 do produto E_outro indivíduo | 68 |
| Figura 4.47 - Ensaio 1 do produto E_valor de pH com ácido acético..... | 68 |
| Figura 4.48 - Ensaio do produto E (à esquerda) e do produto F (à direita)_papéis de filtro B | 69 |
| Figura 4.49 - Ensaio do produto E_papéis de filtro C..... | 70 |
| Figura 4.50 - Ensaio do produto E_redução para metade da quantidade de produto dispersante | 70 |
| Figura 4.51 - Ensaio 1 e 2 do produto E_utilização de 1g/L de corante escarlata itosperse SLK | 71 |
| Figura 4.52 - Ensaio 1 e 2 do produto E_utilização do dobro da quantidade de fosfatos | 72 |
| Figura 4.53 - Ensaio do produto E (à esquerda) e do produto F (à direita)_utilização de 0,5 g/L de corante escarlata itosperse SLK | 72 |
| Figura 4.54 - Influência do tempo entre filtrações para 0,15 g/L de corante | 73 |
| Figura 4.55 - Influência do tempo entre filtrações para 0,5 g/L de corante | 73 |
| Figura 4.56 - Procedimento diferente com utilização de corante Cyanine Beweap..... | 74 |
| Figura 4.57 - Resultados obtidos para o poder dispersante de dispersos_0,2 g/L corante e 2 g/L dispersante..... | 75 |
| Figura 4.58 - Poder dispersante de dispersos_produto E e produto J..... | 76 |
| Figura 4.59 - Poder dispersante de dispersos_Corante Cyanine Beweap | 76 |
| Figura 4.60 - Curva de calibração de ferro (II)_CIETI | 91 |
| Figura 4.61 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 1 | 92 |
| Figura 4.62 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 2 | 92 |
| Figura 4.63 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 3 | 93 |
| Figura 4.64 - Poder sequestrante de ferro com água do armazém (à esquerda) e água da torneira (à direita) | 94 |
| Figura 4.65 - Poder sequestrante de ferro_100 mg de ferro | 95 |
| Figura 4.66 - Poder sequestrante de ferro_pH básico..... | 96 |
| Figura 4.67 - Poder sequestrante de ferro por tingimento de malhas_produto P (à esquerda) e produto N (à direita)..... | 99 |
| Figura 4.68 - Ensaio 1 e 2 do poder sequestrante de ferro | 100 |

| | |
|---|-----|
| Figura 4.69 - Tubos de ensaio para a determinação da absorvância_poder sequestrante de ferro..... | 100 |
| Figura A.1 - Resultado do ensaio de reativos para o produto F1 | 111 |
| Figura B.1 - Concentração de 0,15 g/L de corante_producto E com papéis de filtro B . | 113 |
| Figura B.2 - Concentração de 0,5 g/L de corante_producto E com papéis de filtro B . | 114 |
| Figura C.1 - Utilização de água da torneira para o procedimento do poder dispersante de dispersos | 115 |
| Figura D.1 - Exemplo de resultado obtido para dispersão de corantes dispersos | 118 |
| Figura F.1 - Exemplificação da montagem | 122 |
| Figura F.2 - Solução turva | 122 |
| Figura I.1 - Exemplo de resultado obtido para o poder sequestrante de ferro | 128 |
| Figura I.2 - Tubos utilizados para medir a absorvância no espetoftómetro | 129 |

Índice de tabelas

| | |
|--|-----|
| Tabela 2.1 – Agentes de branqueio das principais fibras (adaptado de [16])..... | 22 |
| Tabela 4.1 - Poder de molhagem do TOXOME WET | 79 |
| Tabela 4.2 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 1 | 80 |
| Tabela 4.3 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 2 | 80 |
| Tabela 4.4 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 3 | 80 |
| Tabela 4.5 - Poder de molhagem de jersey branqueado e a solução de corante disperso_ensaio 1..... | 81 |
| Tabela 4.6 - Poder de molhagem de jersey branqueado e a solução de corante disperso_ensaio 2..... | 81 |
| Tabela 4.7 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 7 | 83 |
| Tabela 4.8 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 12..... | 84 |
| Tabela 4.9 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 7 | 84 |
| Tabela 4.10 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 12..... | 85 |
| Tabela 4.11 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 7 com Amarelo Lx..... | 85 |
| Tabela 4.12 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 12 com Amarelo Lx..... | 86 |
| Tabela 4.13 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 7 com Amarelo Lx..... | 86 |
| Tabela 4.14 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 12 com Amarelo Lx..... | 86 |
| Tabela 4.15 - Poder sequestrante de cálcio do produto A a pH 7 com Amarelo Lx | 87 |
| Tabela 4.16 - Poder sequestrante de cálcio do produto A a pH 12 com Amarelo Lx | 87 |
| Tabela 4.17 - Poder sequestrante de cálcio do produto B a pH 7 com Amarelo Lx | 87 |
| Tabela 4.18 - Poder sequestrante de cálcio do produto B a pH 12 com Amarelo Lx | 88 |
| Tabela 4.19 - Poder sequestrante de cálcio do produto C a pH 7 com Amarelo Lx | 88 |
| Tabela 4.20 - Poder sequestrante de cálcio do produto C a pH 12 com Amarelo Lx | 88 |
| Tabela 4.21 - Poder sequestrante de cálcio do produto D a pH 7 com Amarelo Lx | 88 |
| Tabela 4.22 - Poder sequestrante de cálcio do produto D a pH 12 com Amarelo Lx | 89 |
| Tabela 4.23 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 1..... | 97 |
| Tabela 4.24 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 2..... | 97 |
| Tabela 4.25 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 3..... | 97 |
| Tabela 4.26 - Valores obtidos para as absorvâncias_poder sequestrante de ferro | 100 |
| Tabela G.1 -Valores do CIETI para a curva de calibração ferro-ferrozine | 123 |
| Tabela H.1 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 1 | 125 |
| Tabela H.2 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 2 | 125 |
| Tabela H.3 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 3 | 125 |

1. Introdução

1.1 Enquadramento do estágio curricular

O estágio curricular, que está enquadrado na unidade curricular Dissertação/Estágio é efetuado no segundo ano do Mestrado em Engenharia Química (MEQ). Este estágio foi iniciado em outubro de 2021 a tempo parcial e a partir do dia 2 de março até 31 de julho de 2022, decorreu diariamente (de segunda-feira a sexta-feira), das 8:30h às 17:30h, com 1 hora e meia de almoço, na empresa Aquitex - Acabamentos Químicos Têxteis.

O tema atribuído foi “Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis”.

1.2 Apresentação da empresa

A Aquitex - Acabamentos Químicos Têxteis (figura 1.1), é uma empresa dedicada à comercialização e fabrico de produtos químicos para a indústria têxtil e cerâmica, fundada em 1963, contando assim com uma experiência de mais de 50 anos. Está localizada na Rua Augusto Simões, número 1042 em Pedrouços, com uma área de implementação de 10 000 m².



Figura 1.1 - Ilustração das instalações da empresa Aquitex - Acabamentos Químicos Têxteis [1]

Tem como principal objetivo a satisfação dos clientes, atendendo a todas as suas necessidades e exigências. Fornece um serviço personalizado baseado num sistema integrado da qualidade, ambiente e segurança tendo em conta a experiência, sustentabilidade e liderança do grupo.

Atualmente tem melhorado os processos de preparação, tingimento e acabamento dos têxteis tornando-os mais ecológicos.

1.3 Tema e objetivos do estágio

O presente estágio tem como finalidade a integração no mundo do trabalho, facilitando a resolução de problemas e adversidades existentes no quotidiano.

O tema deste estágio baseia-se na melhoria dos métodos utilizados na empresa, sendo estes:

- Determinação do poder sequestrante/complexação de ferro de um produto auxiliar de tingimento;
- Determinação do poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes reativos;
- Determinação do poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes dispersos;
- Determinação do poder de molhagem de um produto auxiliar de tingimento e sua capacidade desarejante;
- Determinação do poder sequestrante de cálcio de um produto auxiliar de tingimento usando o espectrofotómetro.

De notar que deve ter-se sempre em atenção a sustentabilidade de cada método.

1.4 Organização do relatório

Este relatório encontra-se dividido em capítulos e subcapítulos, começando, no capítulo 1 por uma introdução, onde se fala essencialmente do tema do estágio e da empresa onde este foi realizado.

No capítulo 2 é apresentado o estado da arte abordando todos os conceitos teóricos necessários para a compreensão do tema.

No capítulo 3 são descritos os procedimentos que são utilizados como base para todos os métodos que vão ser estudados.

No capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos para todas as propostas de melhoria dos métodos bem como a sua análise.

No capítulo 5 são enunciadas as conclusões obtidas e propostas para trabalhos futuros.

2. Estado da Arte

Neste capítulo, vão ser abordados os conceitos teóricos necessários à compreensão do tema da dissertação.

2.1 Setor Têxtil

2.1.1 Contexto Histórico

A indústria têxtil é considerada uma das indústrias mais antigas e tradicionais do mundo. Foram descobertos segmentos de linho em túmulos egípcios datados da Era Antes de Cristo e nessa época a indústria era sobretudo familiar e doméstica [1].

A produção têxtil até ao século XVII era predominantemente um sistema de produção doméstico especializado (indústria caseira), maioritariamente feito por mulheres. As principais fibras utilizadas eram a lã, algodão, seda, cânhamo e linho [2].

Em termos industriais, a origem da produção têxtil, está intrinsecamente ligada à Revolução Industrial, que teve início no final do século XVIII, permitindo a mecanização do processo de produção, mas apenas a partir da segunda metade do século XIX é que a industrialização progrediu, com o desenvolvimento de inúmeras unidades de fiação, tecelagem, tinturaria, acabamentos, malhas, têxteis lar, têxteis técnicos, cordoarias e confeções [3]. A inserção destas unidades neste setor tornou-o muito mais rápido e eficaz, sendo que nos 300 anos seguintes, ocorreram mais melhorias no processamento e nas fibras alterando constantemente o cenário têxtil [2].

2.1.2 Setor Têxtil em Portugal

No caso de Portugal, a indústria têxtil estabeleceu-se e desenvolveu-se após o término das lutas liberais, por volta do ano de 1836. No entanto, a maioria da produção era obtida de forma artesanal, devido à resistência de adoção de novos sistemas de produção por parte das unidades fabris [3].

A Indústria Têxtil e de Vestuário (ITV) é considerada uma das indústrias com maior representatividade na estrutura industrial portuguesa devido à sua aposta na inovação, no *design* e na criação de novos materiais, com uma qualidade reconhecida internacionalmente, por isso, desde sempre assumiu um papel de grande destaque a nível laboral e na economia nacional. É designado como um setor maduro, fragmentado e

sujeito a desajustamentos periódicos entre oferta e procura, visto que a sua atuação é influenciada pelas oscilações da atividade económica mundial [4,5].

Em Portugal, as indústrias do setor são constituídas na sua maioria por microempresas (77,8%) e pequenas e médias empresas - PME (21,8%), representando 99,6% do total do tecido empresarial. Em relação à localização geográfica, cerca de 76,1% situa-se no Norte do país, 10,6% no Centro, 9,2% na área Metropolitana de Lisboa e os 4% restantes encontram-se distribuídos pelas regiões do Alentejo, Algarve e as Regiões Autónomas dos Açores e da Madeira, tal como se pode observar na figura 2.1 [3].

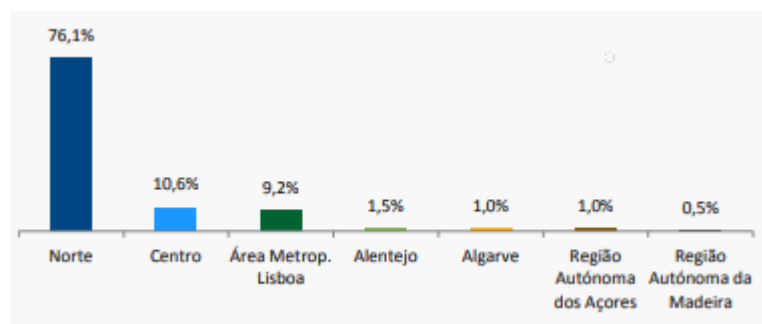


Figura 2.1 - Distribuição regional das empresas [3]

Portugal exporta cerca de 80% da sua produção de têxteis e vestuário para 189 países, nos cinco continentes, sendo que a área de vestuário exporta para 166 mercados e a área de materiais têxteis para 185 [3].

Em relação aos têxteis não confeccionados – fiações, tecelagens, acabamentos e têxteis técnicos – investiu-se em tecnologia de ponta, em inovação e no desenvolvimento de novos produtos, permitindo o desenvolvimento de têxteis técnicos e funcionais, produtos destinados às mais variadas aplicações, desde as áreas industriais tradicionais ao setor automóvel, saúde, segurança e proteção, entre outros [4].

2.1.3 Setor Têxtil na União Europeia

Na União Europeia, o setor é constituído basicamente por pequenas empresas, com menos de 50 trabalhadores. Os cinco maiores produtores da UE são Itália, França, Alemanha e Espanha e na sua totalidade caracterizam cerca de $\frac{3}{4}$ da produção da UE [4].

De acordo com a Comissão Europeia (CE), o mercado europeu é um dos mais prestigiados em termos de dimensão e design (especialização de ponta, flexibilidade, contínua adaptação da sua estrutura ao mercado e ao desenvolvimento de novos produtos, tais como têxteis técnicos), representando assim mais de 30% do mercado mundial. Este setor

é líder nos mercados mundiais, com as exportações e as importações a aumentar, nos últimos anos, 13% e 4%, respetivamente [4].

Destacam-se na produção de vestuário, a Itália, Grécia, Portugal, Roménia, Bulgária, Polónia, Espanha e França. Por outro lado, o Reino Unido, a Alemanha, a Bélgica, a Holanda, a Áustria e a Suécia contribuem mais para a produção de têxteis. No que se refere ao comércio externo, cerca de 20% da produção da UE destina-se a países terceiros [4].

2.2 Fibras têxteis

Uma fibra é delineada como uma pequena estrutura semelhante a um fio e a definição da *American Society for Testing and Materials* (ASTM) para fibra é “um termo genérico para qualquer um dos vários tipos de matéria que formam o elemento básico de um têxtil, e é caracterizado por ter um comprimento de pelo menos 100 vezes o seu diâmetro” [3].

Todas as fibras possuem uma estrutura molecular que contribui para os seus atributos e propriedades específicas. As características comuns das fibras são: o diâmetro, o comprimento, a flexibilidade e a finura e, são estas propriedades que permitem a manipulação das fibras de forma a ser possível a criação de fios e tecidos [3].

Dentro das fibras existem dois grupos distintos: as fibras de comprimento indefinido (muito grande) nomeadas de filamentos e as fibras de comprimento menor denominadas de fibras descontínuas. Os filamentos são geralmente combinados e torcidos para formar fios, enquanto as fibras são fiadas também para criar fios. Os fios são tipicamente tecidos ou tricotados em tecidos, sendo que um pedaço de tecido contém um grande número de fibras. Um pequeno pedaço de tecido pode conter mais de 100 milhões de fibras [3].

Diferentes tipos de fibras podem ser utilizados individualmente ou então, combinados com outros tipos de fibras de modo a aperfeiçoar a qualidade do produto final, denominando-se este processo por mistura (exemplo da *Vivella* que é feita de uma mistura de algodão e lã). Através deste processo, ocorre a compensação de atributos ou propriedades mais fracas de um tipo de fibra, tais como: melhorar a aparência, melhorar a eficiência do processamento (fiação, tecelagem), reduzir custos, etc [3].

A classificação das fibras, em geral, é feita do seguinte modo: Fibras Naturais e Fibras Não Naturais, como se mostra na figura 2.2.

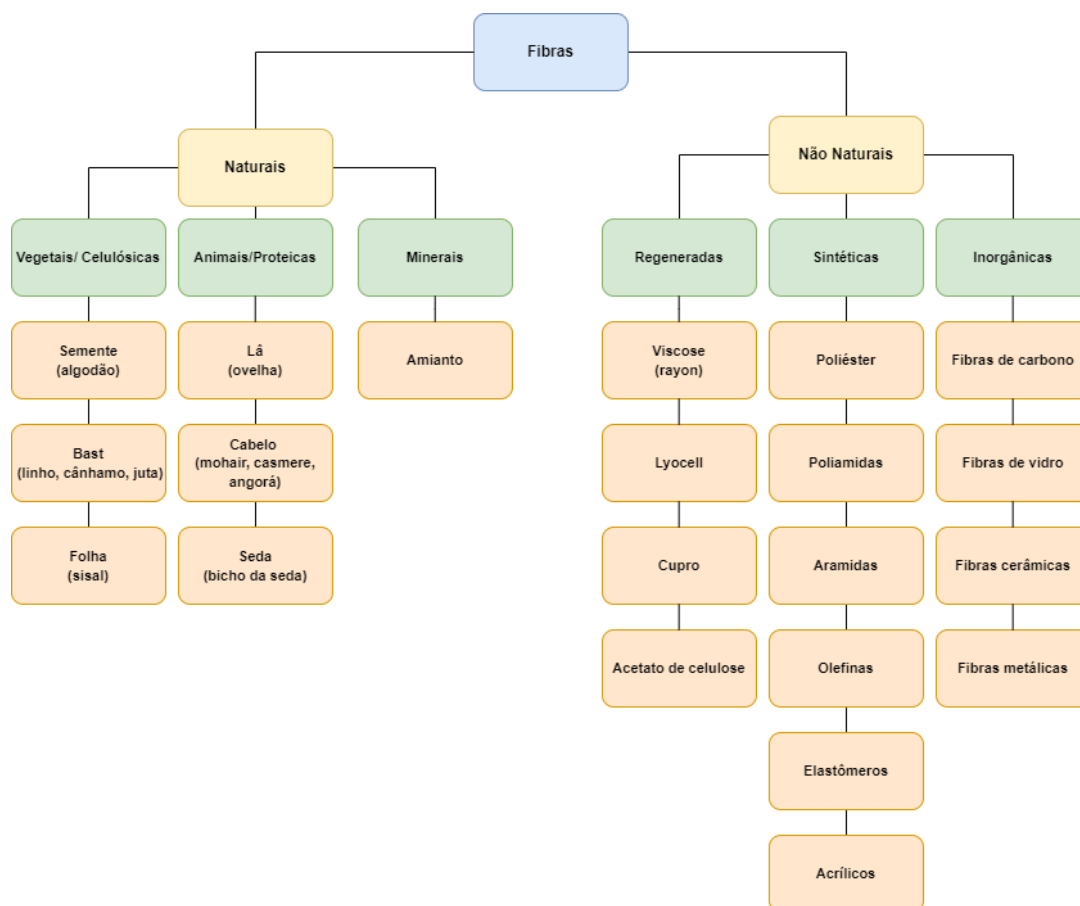


Figura 2.2 - Tipos de fibras têxteis

2.2.1 Fibras Naturais

As fibras naturais têm sido usadas para fazer têxteis desde os tempos pré-históricos e ainda são usadas hoje em dia. Até ao surgimento das fibras sintéticas, as fibras naturais dominavam o setor têxtil. As fibras naturais, incluindo fibras animais (proteínas) e fibras vegetais (celulose), representam quase 50% das fibras têxteis produzidas atualmente no mundo [7].

As fibras naturais, tal como o nome sugere, surgem da natureza, e por isso são constituídas maioritariamente por celulose. A celulose é um polissacarídeo, composto por moléculas de hidratos de carbono poliméricos, e é um polímero complexo natural, que é a base da estrutura das plantas. Fibras tais como algodão, linho, juta e cânhamo são derivadas de plantas, e a lista aumenta à medida que os mercados se desenvolvem [7].

As fibras naturais ainda se dividem em Fibras Vegetais ou Celulósicas, Fibras Animais ou Proteicas e Fibras Minerais, tal como se pode observar através da figura 2.2.

2.2.1.1 Fibras Vegetais/Celulósicas

As fibras vegetais, são extraídas das plantas e a celulose é o seu principal constituinte, por isso é que a fibra vegetal é geralmente definida como fibra celulósica vegetal ou natural. A celulose, hidrato de carbono composto por carbono (44,4%), hidrogénio (6,2%) e oxigénio (49,4%), é um polímero linear, molécula de cadeia longa, que combina várias unidades de anidro-glucose. A sua molécula está ilustrada na figura 2.3 [3].

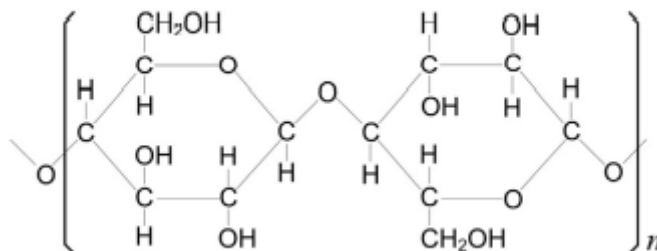


Figura 2.3 - Molécula de celulose [3]

A celobiose é formada por duas unidades de glicose combinadas e conseqüentemente, muitas unidades de celobiose se combinam para formar celulose. O número de unidades de anidro-glucose na molécula de celulose é referido como o grau de polimerização. Cada unidade de repetição é igual a $2n$, ou seja, duas unidades de anidro-glucose e estas são invertidas à medida que combinam, tal como está ilustrado na figura 2.3 [3].

As ligações cristalinas permitem que as moléculas fiquem lado a lado e se estas, além de estarem lado a lado, forem paralelas ao eixo longitudinal, haverá um elevado grau de orientação molecular, implicando assim uma maior rigidez, baixo alongamento e maior (menor probabilidade de enrugar) [3].

Por causa dos grupos hidroxilo, estas fibras também têm uma elevada afinidade com a água por isso, em climas quentes a transpiração do corpo será absorvida pelos tecidos feitos de fibras de celulose, transportada ao longo dos fios para a superfície externa do tecido e evaporada no ar [3].

Tal como dito anteriormente, a **fibra de algodão**, sendo uma fibra vegetal, é essencialmente constituída por celulose, existindo numa proporção de cerca de 95%, sendo o restante constituído por impurezas, tais como resinas, gorduras, ceras, gomas, cinzas e pigmentos. Devido à sua origem vegetal, está mais suscetível a ataques de microrganismos, bactérias e fungos. A sua estrutura interna consiste em paredes celulares e é normalmente dividida em seis partes, tal como está explícito na figura 2.4 [7].

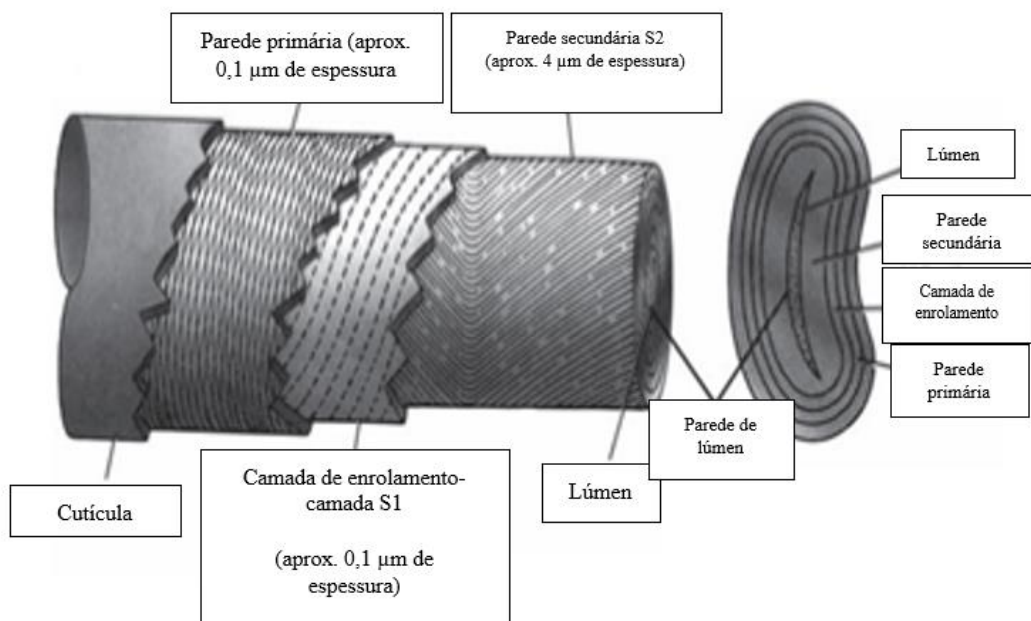


Figura 2.4 - Estrutura interna do algodão [7]

A primeira parte é denominada de cutícula ou “pele” da fibra e contém pectina e materiais proteicos que atribuem propriedades de maciez e facilitam o manuseamento da fibra durante o processamento. Na lavagem, esta camada é removida aumentando a resistência do feixe de fibra lavada.

A segunda parte é a parede primária que é, essencialmente, uma substância celulósica composta por uma rede de fibrilas finas, sendo que a sua espessura determina a maturidade de um modo diretamente proporcional. A maturidade, por sua vez, está associada a uma maior resistência à tração.

A terceira parte é designada de camada de enrolamento ou camada S1. Esta é a primeira camada de espessamento secundário.

A quarta parte é a parede secundária, também designada por camada S2, que se baseia em camadas concêntricas de celulose pura que constituem a porção principal da fibra de algodão. Tal como a parede primária, a parede secundária determina a maturidade da fibra e confere rigidez e plenitude à fibra.

A quinta parte é a parede do lúmen, que é uma camada que separa a parede secundária do lúmen. É considerada mais resistente aos reagentes que as camadas de parede secundária. Por fim, o lúmen é um canal oco que percorre o eixo da fibra e é preenchido com protoplastos vivos durante o seu período de crescimento. Após o amadurecimento da fibra e a abertura da cápsula, o protoplasto seca e o lúmen entra naturalmente em colapso.

O algodão não é considerado totalmente cristalino, podendo variar a sua percentagem entre 60 e 80%, o que significa que possui frações associadas a cristalitos e a regiões amorfas e desordenadas. Esta combinação fornece propriedades de durabilidade, flexibilidade e absorção. Para além disso, tem um alto grau de polimerização e atrai água e corantes, facilitando o processo de tingimento.

O algodão proporciona maciez, respirabilidade e controla o suor humano resultando numa sensação de conforto para os seus utilizadores. Problemas associados ao encolhimento, baixa durabilidade e estabilidade são resultados de lavagens e secagens repetidas.

A sua aplicação envolve o mercado de vestuário (devido ao seu conforto e fácil lavagem), o mercado doméstico (a absorvência do algodão faz dele um excelente material para tecidos domésticos como lençóis e toalhas) e produtos industriais (lonas, têxteis para limpeza de derrames agroquímicos, têxteis para uso médico e industrial) [7].

2.2.1.2 Fibras Animais/ Proteicas

As fibras animais são formadas por condensação de aminoácidos. A sequência e tipo de aminoácidos que constituem a cadeia de proteínas individuais contribuem para as propriedades gerais da fibra resultante.

As classes mais importantes das fibras animais são a queratina (cabelo ou pelo) e as fibras secretadas (inseto), e desses dois grupos, os membros mais importantes são a lã (derivada de ovelha) e a seda (derivada do bicho-da-seda) [3].

2.2.1.3 Fibras Minerais

O amianto, é uma fibra com origem mineral, que deriva de rochas metamórficas eruptivas por processos de recristalização, transformando-se em material fibroso. São compostas essencialmente por silicatos hidratados de magnésio, ferro, cálcio e sódio [9].

Os minerais de amianto são divididos em 2 grupos, sendo estes, o amianto anfibólico e serpentina, designação que é atribuída tendo em conta a química e a morfologia da fibra.

O amianto mais utilizado no mundo pertence ao grupo serpentina, no entanto, vários estudos comprovam que o manuseamento de materiais que contêm esta fibra, em quaisquer das suas formas ou estágio de produção, transformação ou uso, podem causar problemas de saúde graves a todos os indivíduos expostos, direta ou indiretamente. Por ser considerado uma ameaça para toda a população com bastante potencial cancerígeno, várias pessoas já se uniram em manifestações para a proibição do uso desta fibra [9].

2.2.2 Fibras Não Naturais

As fibras não naturais podem ser feitas de polímeros naturais que não são utilizáveis na sua forma original, mas podem ser regenerados para a criação de fibras úteis. Em meados do século XIX foi testemunhada a evolução das fibras sintetizadas quimicamente, sendo que as primeiras ficaram disponíveis no início do século XX [7].

As fibras não naturais podem ser divididas em Fibras Regeneradas, Fibras Sintéticas e Fibras Inorgânicas, tal como se mostra na figura 2.2.

As fibras regeneradas são fabricadas com matérias-primas disponíveis na natureza, as fibras sintéticas são feitas de polímeros sintetizados quimicamente e as fibras inorgânicas provêm de matéria mineral. Os principais benefícios das sintéticas, são o facto de serem fortes e duráveis, serem resistentes à maioria dos produtos químicos, terem baixa absorção de humidade (fáceis de secar) e serem capazes de reterem vincos por um período mais longo, e por isso, não enrugarem tão facilmente [7]. Por estas razões, as fibras sintéticas são as mais utilizadas dentro das fibras não naturais.

2.2.2.1 Fibras Regeneradas

Uma fibra regenerada é um tipo de fibra manufaturada que utiliza celulose, derivada principalmente da madeira ou fibras vegetais como matéria-prima. A fibra de celulose regenerada foi a primeira fibra artificial a ser aplicada na indústria têxtil e de confeção, e na década de 1850 teve o nome popular de “seda artificial” visto que, os fabricantes estavam a produzir uma fibra artificial para substituir a seda. O nome genérico de *Rayon* foi adotado pelo Departamento de Comércio dos Estados Unidos e várias associações industriais para rotular a fibra de celulose regenerada [3].

Existem quatro principais tipos de fibra regenerada derivada da celulose: viscose (*rayon*), *lyocell*, cupro e acetato de celulose [3]. A sua classificação tem como base o método de produção de fibra.

2.2.2.2 Fibras Sintéticas

Tal como foi dito anteriormente, as fibras sintéticas surgem de polímeros sintetizados quimicamente. Como exemplos de fibras sintéticas temos o poliéster, a poliamida, a aramida, a poliolefina, as elastómeras e as acrílicas, considerando que entre as mais conhecidas estão as fibras de poliéster, acrílico e poliamida [3,8].

As poliamidas (*nylon*), as poliolefinas (polietileno e polipropileno), acrílico e o poliéster constituem 98% da produção de fibras sintéticas, das quais o poliéster representa 60% da produção consumida mundialmente. Possuem grande variedade de aplicações nos setores de moda e vestuário [3].

Um aspeto em comum entre as fibras de poliolefina, acrílicas e elastómeras é que todas elas abrangem uma ampla gama de polímeros constituintes. Um polímero consiste em moléculas de grande dimensão construídas a partir de muitas unidades estruturais menores, denominadas monómeros, que estão ligados quimicamente entre si [3].

Poliéster

O termo “**poliéster**” é aplicado a polímeros que contêm grupos éster na sua cadeia polimérica principal, originando-se através de uma reação de policondensação entre ácidos dicarboxílicos e dióis. A formação da ligação éster é apresentada na figura 2.5 [7].

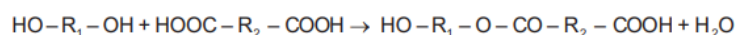


Figura 2.5 - Formação da ligação de poliéster [7]

Existem dois tipos de poliéster: [3]

- Poliésteres termoplásticos, que fundem por aplicação de temperatura.
- Poliésteres termofixos, que se baseiam em resinas de poliéster insaturadas (forma líquida) que após a cura (endurecimento) formam estruturas altamente reticuladas (sólidas).

O tipo de poliéster mais utilizado dentro dos dois tipos definidos anteriormente é o termoplástico. Dentro deste tipo, o mais utilizado é o poliestireno tereftalato (PET) e a sua maior vantagem é a sua reciclabilidade bem como, a sua fácil modificação física e química. É utilizado no fabrico de garrafas plásticas, canoas, etc.

O poliéster possui uma elevada conversão fornecendo propriedades mecânicas úteis nas fibras. No entanto, é difícil manter um elevado grau de polimerização, devido a reações colaterais e à volatilização dos monómeros [7].

As fibras de poliéster são hidrofóbicas (tornando-se repelentes à água e de secagem rápida), possuem estrutura cristalina, têm uma excelente resistência à tração, resistência ao alongamento, um encolhimento insignificante, são resistentes a rugas, têm uma excelente resistência à abrasão, são resistentes a produtos químicos e resistentes a mofo

[3]. Devido às suas excelentes propriedades, têm diversas utilidades, tanto no setor de vestuário, como na indústria, sendo bastante utilizados como matriz de materiais compósitos para reforço de estruturas fibrosas. Têm também aplicação nos têxteis técnicos em produtos tais como cordões, cintos, cordas, almofadas, etc [3].

2.2.2.3 Fibras Inorgânicas

A maioria das fibras naturais, tais como o algodão, seda e lã e mesmo as fibras artificiais, como é o exemplo do *rayon* e do acetato, consistem em compostos orgânicos, com exceção do amianto, que é definido como uma fibra inorgânica natural [3].

As fibras inorgânicas proveem de matéria mineral e são constituídas por fibras de carbono, fibras de vidro, fibras cerâmicas e fibras metálicas [3].

2.3 Sustentabilidade nos têxteis

O setor têxtil, principalmente o destinado ao lar e ao vestuário na União Europeia é considerado um dos setores mais poluentes. O fabrico de qualquer produto têxtil requer um grande consumo de recursos, envolvendo energia, água, nutrientes e produtos químicos e representa 10% das emissões mundiais de carbono [11].

Apesar de alguns produtos têxteis gerarem frações pequenas de resíduos, a sua contribuição mínima é suficiente para ter impacto ambiental [11]. Atendendo a estes fatores, têm sido feitos esforços por parte das indústrias para a produção de têxteis sustentáveis [11]. Na figura 2.6, pode observar-se o ciclo de vida de um produto têxtil.

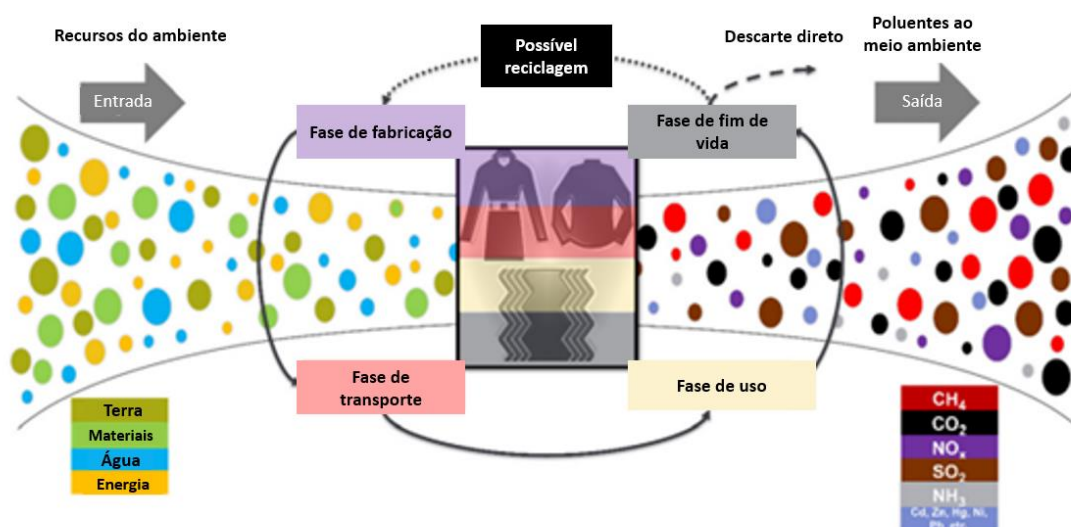


Figura 2.6 - Ciclo de vida de um produto têxtil [11]

Tendo em conta a figura 2.6, consegue perceber-se que são libertados imensos compostos para o meio ambiente originados pela indústria têxtil. Atualmente, as empresas têm optado por fazer um esforço para tornar mais sustentável a utilização dos têxteis, no entanto, ainda se está bastante longe da sustentabilidade, especialmente nos têxteis técnicos.

2.4 Processos de preparação das fibras

É necessário que a fibra no seu estado bruto (cru), seja tratada previamente através de variados processos que vão ser enunciados nos subcapítulos seguintes.

Os processos de descolagem, fervura e branqueio possuem como objetivo remover as substâncias que acompanham as fibras celulósicas. Já os processos de gasagem e mercerização, são aplicados com o objetivo de melhorar a estrutura do tecido. Para as fibras naturais, é necessário recolhê-las e agrupá-las, para passar ao processo de fiação, em que as fibras são separadas por tamanho. Para tornar as fibras mais estáveis e maneáveis, são aplicados produtos de enzimação ao fio antes do processo de fiação. No caso específico do algodão, a fiação é realizada através da limpeza e estiramento do mesmo, originando estruturas fibrosas. O fio pode ser do tipo: cortado, compacto, contínuo e convencional [12].

Na tricotagem e tecelagem são introduzidas impurezas nas fibras, tais como, lubrificantes de agulha e parafinas, que possibilitam que o fio se torne mais resistente à tricotagem. Na

tecelagem, os fios passam num banho de encolagem, maioritariamente de amido, álcool polivinílico (PVA) ou carboximetil celulose (CMC), com o objetivo de conferir resistência às altas velocidades e tensões a que vão ser sujeitos no tear [13].

2.4.1 Gasagem

O propósito do processo de gasagem é eliminar possíveis fibras soltas ou os extremos das mesmas que não se encontram ligadas ao artigo têxtil, por meio de ação de uma chama. Com esta operação, adquirem-se superfícies lisas e límpidas, com menor capacidade de se sujarem e evitando formação de *pilling*, que é designado como um defeito superficial que é facilmente observado, associado ao desgaste do tecido e que prejudica a função estética da roupa [14].

Existem dois processos de gasagem aplicados a tecido seco: passagem do tecido a grande velocidade em contacto com uma placa de cobre ao rubro ou então, passagem do tecido na proximidade imediata duma chama, sendo este último o mais vulgarmente realizado. De notar que com as fibras de origem vegetal, a gasagem pode ser feita com uma intensidade máxima de chama, devido à sua insensibilidade à ação térmica. Já para as fibras sintéticas, é necessário ter-se em atenção o ponto de fusão, bem como a intensidade e concentração da chama num tempo de contacto reduzido [15].

Para que se possa assegurar uma boa qualidade de gasagem, deve ter-se em atenção: a intensidade da chama, todas as unidades de queimadores devem trabalhar a toda a largura e com a mesma intensidade, devem ser evitadas variações de pressão e variações na intensidade de secção dos gases de combustão, distância constante entre o material têxtil a gasar e os queimadores e manter a velocidade de gasagem constante de acordo com o material têxtil [15].

2.4.2 Desencolagem

Devido à ação mecânica considerável a que a teia (refere-se ao comprimento do material) é submetida durante o processo de tecelagem, é efetuado um processo de encolagem que tem como propósito evitar e reduzir as quebras e interrupções do tear, de modo a aumentar o êxito da tecelagem, bem como, a qualidade do tecido produzido. Esta operação consiste na impregnação ou revestimento dos fios da teia com uma substância coloidal adesiva e filmogénea. Para este processo, existem dois produtos diferentes de encolagem, os hidrossolúveis e os insolúveis em água. Os produtos hidrossolúveis são facilmente

eliminados por fervura alcalina com detergente, e tem como exemplos, poliacrilatos e caseína. Já os produtos insolúveis em água, causam problemas nos processos de tingimento e acabamentos quando reagem quimicamente com a celulose, como é o exemplo do amido [15].

Após tecelagem, devido à encolagem que ocorre nos fios da teia, o tecido não consegue absorver na totalidade nem a água, nem os produtos de acabamento, sendo assim essencial proceder-se à remoção dos produtos de encolagem. O processo responsável por esta remoção designa-se por desencolagem [15].

Existem alguns tipos de colas que podem ser removidos por uma simples fervura com detergente (colas hidrossolúveis), mas com certos produtos, como é o caso do amido, é necessário serem submetidos a um tratamento oxidativo ou enzimático, para causar a sua degradação, sendo o processo enzimático considerado o mais eficaz e, por isso, o mais usual [15].

No tratamento oxidativo, a desencolagem, ocorre na presença de oxidantes, tais como, peróxido de hidrogénio e verifica-se uma degradação da celulose superior, porém, é menos sensível a variações de temperatura e pH, mas de muito difícil controlo. No tratamento enzimático, ocorre aplicação de enzimas (α -amilases) que têm como objetivo degradar o amido sem danificar a celulose [15].

Estas enzimas, transformam o amido em dextrinas, diminuindo a viscosidade da pasta de celulose. As dextrinas, são solúveis em água e através de um processo de lavagem são facilmente removidas do artigo. Através de uma escala de violetas (TEGEWA), que varia de 1 a 9 e que se pode observar na figura 2.7, é possível ter uma noção da quantidade relativa de amido presente no tecido, sendo o valor de 9 o menos concentrado e o valor de 1 o mais concentrado [15].



Figura 2.7 - Escala do amido

As α -amilases são produzidas por bactérias *bacillus subtilis* ou por *bacillus licheniformis*. A sua diferença baseia-se no valor de temperatura a que atuam assim como, a duração da sua ação. O pH ótimo das α -amilases situa-se entre os valores 6 e 7 pois estas perdem a sua eficácia em meio alcalino. Para além disto, outros fatores que diminuem a produtividade das enzimas são: a qualidade da água no que diz respeito à dureza (iões cálcio e magnésio) e composição (iões ferro e cobre devem ser evitados), exposição à luz, tempo de armazenamento e produtos químicos tais como redutores, oxidantes, ácidos, bases e solventes [15].

2.4.3 Mercerização

A mercerização fundamenta-se no tratamento de artigos de algodão ou misturas de algodão com uma solução concentrada de soda cáustica sob tensão e a frio. Esta técnica proporciona ao artigo um aumento do seu brilho, do rendimento colorístico, da absorção de corantes, da resistência à tração e estabilidade dimensional. Porém, para que se obtenham todos os aspetos anteriormente enunciados, é necessário controlar: concentração de soda cáustica, temperatura, duração do tratamento e tensão exercida [15]. Durante este processo, o tecido é impregnado numa solução de soda cáustica a 27 °Bé -33 °Bé (grau de densidade), durante um período de 50 a 60 segundos, a uma temperatura de 15 a 20 °C e sob tensão [15].

De maneira a tornar mais fácil a penetração de solução nas fibras, adiciona-se um agente molhante. Seguidamente à impregnação, ocorre eliminação da solução mercerizante com água quente e fria. Esta lavagem é imprescindível para que a reação se dê até ao último grau, pois poderia formar-se uma dispersão da celulose, que levaria ao aparecimento de uma solução viscosa com propriedades distintas da fibra mercerizada [15].

É de importância relevante que o material se mantenha sempre sob tensão até que a concentração da solução possua valores inferiores a 6 -7 °Bé, valor este que é obtido na primeira fase de lavagem na caixa de estabilização, evitando encolhimentos [15].

Após decorrer a mercerização, é conveniente não secar o tecido para não conduzir a uma diminuição da acessibilidade das fibras celulósicas conseguida nesta operação, apesar de que a mercerização pode ser processada sobre o material têxtil molhado ou seco. Quando ocorre sobre o material molhado, é apropriado que o material têxtil se encontre bem espremido, para que o banho de mercerização se mantenha constante [15].

O tratamento de caustificação é um tratamento que difere da mercerização por ser realizado a concentrações reduzidas de soda cáustica e o facto de ser efetuado sem tensão. Este método, tal como a mercerização, tem como objetivo melhorar as propriedades tintoriais, no entanto, a ausência de tensão traduz-se no inchamento das fibras e no encolhimento dos materiais tratados, aumentando a espessura das fibras e que conseqüentemente aumentam o rendimento colorístico. No entanto, por não sofrer alterações significativas no brilho, é preferível realizar o método da mercerização.

2.4.4 Fervura

A fervura tem como finalidade tornar o algodão hidrófilo e fazer um primeiro branqueio, removendo proteínas, pectinas e ceras da fibra de algodão. A fervura alcalina, admite uma destruição completa da cutícula e da parede primária do algodão onde a % da celulose é bastante pequena em relação à parede secundária. Nestas duas camadas encontram-se ceras, pectinas e outras substâncias coloridas [15].

Para esta operação é utilizado um alcali, um detergente e um sequestrante. O alcali mais usado é a soda cáustica. A função do detergente é eliminar as matérias hidrófobas facilitando a sua emulsificação ou dispersão na solução. São adicionados agentes sequestrantes devido à presença de iões alcalino-terrosos, tais como, ferro, cobre e manganês, iões estes que podem interferir no processo de fervura originando precipitados insolúveis que baixam a hidrofiliidade da fibra e que estão aptos para provocar defeitos no branqueio (buracos e diminuição do grau de branco) e no tingimento (menor rendimento e alteração da cor) [15].

2.4.5 Branqueio

O processo de branqueio, segundo Rodern, [16], não se fundamenta apenas no branqueio de fibras, fios ou tecidos pela destruição de matérias de corantes naturais, mas deve regularmente, fornecer uma contribuição significativa para os processos de tingimento, estampagem e acabamento químico [16].

O principal objetivo do branqueio é eliminar o corante natural que se localiza nas fibras e os restos vegetais que não foram removidos durante a fervura, tornando o artigo mais branco e garantindo a remoção completa dos resíduos de sementes. Para o processo de branqueio, são utilizados agentes oxidantes, como é o exemplo do peróxido de hidrogénio

(H₂O₂), também conhecido por água oxigenada e clorito de sódio (NaCl₂). Dentro destes, o agente mais utilizado usualmente é o peróxido de hidrogénio [15].

Para além dos agentes de branqueio, outros produtos químicos são utilizados e que possuem variadas funções, tais como: um estabilizador do peróxido, que permite controlar o seu grau de ativação, um detergente que remove as impurezas e melhora a hidrofiliidade e um sequestrante que evita danos catalíticos devido à presença de metais na água e no artigo [16].

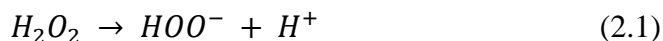
No decorrer do branqueio, a celulose está sujeita a ser atacada pelos agentes oxidantes formando oxixeluloses, sendo que quando se sucede este ataque, a cadeia molecular da celulose sofre rutura gerando uma degradação na superfície da fibra. As oxixeluloses podem ser do tipo redutor ou não redutor (carboxílico). A formação destas depende do oxidante utilizado bem como do pH do meio envolvente. As do tipo redutor formam-se por oxidação em meio ácido, já as oxixeluloses do tipo não redutor, formam-se por oxidação em meio alcalino [15].

Além do agente oxidante e do agente estabilizador, é necessária a adição de um alcali, que normalmente é a soda cáustica, que age como um agente ativante do branqueio e detergente para permitir a remoção e emulsificação das impurezas [15].

Assim sendo, no branqueio há a necessidade de eliminar a quantidade de alcali e água oxigenada residual, pois a sua presença pode afetar o rendimento colorístico. De modo a neutralizar o excesso de alcali, são usados ácidos voláteis (ácido acético) ou outro produto com propriedades ácidas que possua capacidade de neutralização uniforme. Na eliminação de água oxigenada, são utilizadas enzimas, nomeadamente as catalases [15].

2.4.5.1 Branqueio com Peróxido de Hidrogénio

O mecanismo inicial, a ativação, não é totalmente compreendido, mas definiu-se que a primeira etapa que ocorre é a ionização do peróxido de hidrogénio (H₂O₂) de maneira a formar iões peridroxila (HOO⁻), como se pode verificar na equação 2.1 [16].



A reação de formação dos iões de peridroxila ativos é favorecida por condições alcalinas e, portanto, a maior parte do branqueio com peróxido de hidrogénio é realizada sob essas mesmas condições. Na presença de catalisadores metálicos e em soluções alcalinas, podem suceder-se reações que resultam na quebra direta de peróxido de hidrogénio em água e oxigénio molecular, tal como é demonstrado na equação 2.2 [16].



O oxigénio molecular sai da solução alvejante reduzindo o efeito do alvejante e pode causar danos às fibras. De maneira a controlar o clareamento, deve manter-se um equilíbrio entre a fase de ativação e estabilização [16].

O valor de pH utilizado para o branqueio, é de cerca de 11,5, no entanto, este é alterado para se adequar à sensibilidade da fibra, bem como aos requisitos do processo. A seleção do alcali a ser utilizado no branqueio com peróxido varia de acordo com a fibra têxtil ou da mistura a ser branqueada. Para fibras vegetais são utilizados hidróxido de sódio (soda cáustica) e carbonato de sódio enquanto que para fibras animais são utilizados pirofosfato ou amónia [16].

2.4.5.2 Estabilizadores

Ao longo do processo de branqueio, o peróxido de hidrogénio não está estável o suficiente devido à presença de alcali, iões metálicos (ferro e manganês) e sujidades que provocam a decomposição do mesmo. O ferro, por exemplo, é considerado bastante prejudicial para os métodos de branqueio, pois pode causar uma cor amarelada no tecido alterando as propriedades das fibras no artigo têxtil. Por esse motivo, há a necessidade de se utilizarem agentes estabilizadores de maneira a evitar a degradação e decomposição da fibra e para se obter um melhor grau de branco [15].

Os estabilizadores atuam como sequestrantes dos iões metálicos e podem ser orgânicos ou inorgânicos. Exemplos de estabilizadores inorgânicos são fosfatos, bórax e silicato de sódio. Já os derivados de amino policarboxílicos e compostos fosfónicos, são exemplos de estabilizadores orgânicos [15].

Os fatores que influenciam diretamente na velocidade de decomposição do peróxido de hidrogénio são a temperatura, pH e presença de iões metálicos (Fe e Cu) [15]. No que toca à avaliação dos produtos, são considerados os seguintes critérios [16] :

1. Efeitos estabilizadores sob várias condições de pH, temperatura e dureza da água,
2. Sequestro dos iões metálicos contaminantes,
3. Efeito na absorção,
4. Grau de branqueio,
5. Influência na fibra,
6. Economia,

7. Teor de cinzas final dos produtos,
8. Efeito no manuseio dos produtos branqueados.

No branqueio das fibras vegetais, a estabilização é conseguida pelo uso de silicato de sódio ou produtos geralmente referidos como estabilizadores orgânicos ou não silicatados. Para fibras animais, o pirofosfato tetrassódico atua como uma fonte de alcali e como estabilizador [16].

O **silicato de sódio**, sendo um exemplo de um estabilizador inorgânico, pode ser usado como silicato coloidal ou como ortossilicato ou metassilicato. A sua ação estabilizadora está associada à sua capacidade de fornecer uma ação tampão, controlando os efeitos adversos dos contaminantes metálicos. Na presença de sais de magnésio, a ação estabilizadora melhora e, por esse motivo, devem ser mantidos silicatos de magnésio coloidal e sílicas hidratadas durante a sua formação e durante o processo de branqueio. Visto que raramente é realizado nas condições indicadas, pode ocorrer deposição de silicato na fibra, causando problemas de manuseio e tingimento ou impressão [16].

As adversidades associadas ao silicato de sódio podem ser evitadas utilizando produtos auxiliares tais como, **estabilizadores orgânicos**, com ou sem silicato. Estes são baseados em agentes sequestrantes, produtos de degradação de proteínas ou surfactantes [16].

A sua utilização pode basear-se apenas com o objetivo de estabilização ou então, pode ser combinada a outras propriedades, tais como detergência e amaciamento. Assim, para alguns métodos de branqueio, os estabilizantes orgânicos podem ser utilizados sozinhos, enquanto que noutros são utilizados em combinação com silicatos [13].

Dos diversos **fosfatos** existentes, apenas o pirofosfato tetrassódico, o pirofosfato de sódio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) e os hexametáfosfatos possuem interesse como estabilizadores em banhos de branqueio alcalino, cumprindo os seguintes requisitos [16] :

- a) A alcalinidade do branqueador não deve ter um valor de pH superior a 10, visto que acima deste pH o efeito estabilizador diminui rapidamente;
- b) A temperatura do banho de branqueio não deve ultrapassar os 60 °C, porque a temperaturas altas as propriedades de estabilização reduzem;

- c) Devem ser utilizados combinados com amónia, e não com soda cáustica ou carbonato de sódio. A temperaturas e pH elevados, a utilização de soda cáustica ou carbonato de sódio, provoca a conversão do pirofosfato de sódio para fosfato trissódico.

Assim, o uso de fosfatos como estabilizadores do branqueio com peróxido de hidrogénio, limita-se a fibras de proteína sensíveis a pH e temperaturas elevadas [16].

No processo de branqueio à base de peróxido de hidrogénio também se utilizam, regularmente, surfactantes e sequestrantes [16].

Os **surfactantes** são selecionados com o propósito de fornecer ação humectante e detergente. Estas propriedades podem ser proporcionadas por um único produto auxiliar, ou então, combinando dois produtos. A seleção destes produtos deve ter em consideração as características de formação de espuma e a estabilidade alcalina dos surfactantes [16].

Os agentes **sequestrantes** podem estar presentes em estabilizadores orgânicos, no entanto, uma adição separada pode ser vantajosa. As principais vantagens dos sequestrantes são a minimização da precipitação de hidróxido de cálcio insolúvel e o facto de serem úteis para remover pequenas quantidades de metais catalíticos presentes no sistema de branqueio (por exemplo, na água, nos produtos químicos ou no tecido). A principal desvantagem é o facto de serem pouco eficazes na presença de elevadas concentrações de impurezas metálicas no tecido [16].

De notar que em certas circunstâncias, devem otimizar-se as formulações, pois o excesso de surfactante e sequestrante, pode originar instabilidade [16].

2.4.5.3 Ordem sequencial do branqueio com peróxido de hidrogénio

A sequência correta da adição dos produtos para a preparação de um banho com peróxido de hidrogénio é a seguinte [16] :

1. Água;
2. Estabilizadores;
3. Sequestrantes, se necessário;
4. Alkali;

5. Produtos surfactantes;
6. Peróxido de hidrogénio.

2.4.5.4 Seleção do agente de branqueio

A seleção dos agentes de branqueio para o uso em fibras ou misturas específicas deve atender vários fatores, sendo estes: eficácia de branqueio, padrão de preparação necessário, necessidade de danos mínimos à fibra e economia total da preparação [16]. Apesar do agente mais utilizado ser o peróxido de hidrogénio, por vezes também são utilizados persulfatos. Na tabela 2.1 estão sumarizadas as principais fibras utilizadas e a situação em que devem ser utilizados cada um dos agentes de branqueio [16].

Tabela 2.1 – Agentes de branqueio das principais fibras (adaptado de [16])

| Fibra | Peróxido de Hidrogénio | Persulfatos |
|----------------------------|-------------------------------|--------------------|
| Algodão | ■ ○ | ○ |
| Linho | ■ ○ | ○ |
| Juta | ■ | ◆ |
| Lã | ■ | ◆ |
| Seda | ■ | □ |
| <i>Rayon</i> de viscose | ■ ○ | ○ |
| <i>Rayon</i> de cupramônio | ◆ | □ |
| <i>Rayon</i> polinósico | ■ ○ | ○ |
| Acetato | ● ◆ | □ |
| Triacetato | ● ◆ | □ |
| Poliamida | ● ◆ | □ |
| Poliéster | ○ ● | ○ |
| Acrílico | □ | □ |
| Poliuretano | ■ | □ |

- – Adequado para branqueio
- – Adequado para dimensionamento
- ◆ - Adequado para branqueio em condições especiais
- – Compatível com a fibra mostrada e, portanto, pode ser usado em misturas
- – Não adequado

2.4.5.5 Branqueio ótico

O branqueio ótico consiste em atribuir uma tonalidade branca ao artigo têxtil por meio de aplicação de brancos óticos, que possuem a propriedade de absorver as radiações ultravioletas de uma fonte luminosa emitindo-as na zona do visível, oferecendo a sensação de branco puro [15].

2.5 Tipos de corantes

Os dois tipos de corantes mais utilizados para o tingimento de fibras são os corantes reativos e dispersos.

2.5.1 Corantes reativos

Os corantes reativos são corantes aniônicos que estabelecem com a fibra celulósica uma ligação covalente, que é resultado da reação química entre as suas moléculas e os grupos -OH da celulose em meio alcalino, tal como está explícito na figura 2.8.

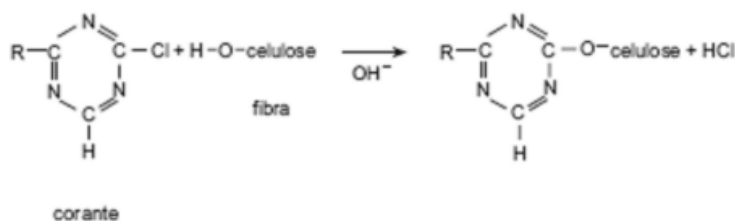


Figura 2.8 - Reação entre a fibra e um corante reativo [17]

A molécula de corante possui um elemento cromóforo que é responsável pela cor do corante, sendo que existem 3 tipos: azoico, antraquinônico e ftalocianínico, que estão representados na figura 2.9. A presença de íons metálicos, tais como o ferro e o cobre, podem afetar a molécula de corante, especialmente o elemento cromóforo [17].

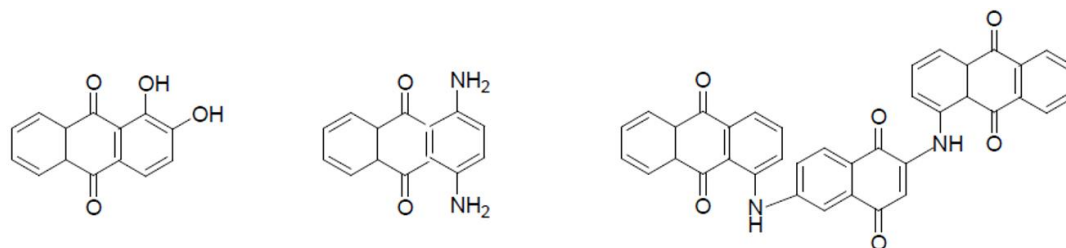


Figura 2.9 - Representação do azoico, antraquinínico e ftalocianínico, respetivamente [17]

O que determina a reatividade do corante, é o grupo reativo e este estabelece uma ligação com o elemento cromóforo. Tendo em conta o processo de tingimento que vai ser explicado na secção 2.6, são utilizados diferentes corantes. No processo de pad-batch, é indicado utilizar-se corantes com elevada reatividade enquanto que no processo por esgotamento é recomendada a utilização de corantes com reatividade relativa [17].

Este tipo de corante, possui um fraco poder de migração, por isso, as fases de adsorção e absorção devem ser alvo de atenção. No caso do algodão, existem inúmeros processos de tingimento sendo o mais relevante o que utiliza corantes solúveis em água e em que estes estabelecem uma ligação química com a fibra, ou seja, corantes reativos [10].

2.5.2 Corantes dispersos

Os corantes dispersos, são corantes que são insolúveis em água e por isso são aplicados em fibras hidrófobas numa suspensão ou dispersão aquosa. No processo de tingimento a temperaturas elevadas e sob pressão, o corante sofre hidrólise e a zona insolúvel é lentamente precipitada na forma dispersa sobre a fibra [18].

O processo geralmente ocorre na presença de agentes dispersantes que estabilizam a suspensão do corante, facilitando o contacto do corante com a fibra hidrófoba. Há que ter em atenção, no processo de tingimento destes corantes, fatores tais como: solubilidade em água, cristalização, grau de suscetibilidade ao pH e grau de suscetibilidade à redução [19].

No caso do poliéster, os únicos corantes que são usados com reprodutibilidade, são os corantes dispersos que são insolúveis em água [10].

2.6 Tingimento

O tingimento é um processo que consiste em colorir o material têxtil de uma forma uniforme quando este é imerso numa solução de corante, sendo a solução designada de

banho de tingimento. Este banho é constituído por corante, produtos auxiliares (agentes molhantes, antivinco, agentes dispersantes ou agentes sequestrantes etc), sal, alcali e água [17].

Deve ter-se em atenção a dureza da água utilizada visto que, representa a presença de minerais de cálcio e de magnésio. A presença destes sais em elevada quantidade, pode originar precipitação de compostos insolúveis na fibra, modificando o seu aspeto e provocando irregularidades na absorção dos corantes aquando do processo de tingimento. Os agentes sequestrantes, eliminam os iões metálicos presentes na fibra ou na água, que podem também afetar este processo.

O processo de tingimento compreende as seguintes fases:

- Degradação do corante – consiste na dissolução ou dispersão do corante no meio aquoso;
- Difusão do corante para a superfície da fibra – as partículas de corante (moléculas ou grupo de moléculas) deslocam-se através do meio aquoso em direção à fibra;
- Adsorção do corante sobre a superfície da fibra – as partículas de corante aderem à superfície da fibra;
- Adsorção do corante pelo interior da fibra – consiste na passagem das moléculas de corante para o interior da estrutura da fibra;
- Difusão do corante no interior da fibra – movimento das partículas no interior da fibra;
- Fixação do corante na fibra – ligação da estrutura química do corante à estrutura química da fibra.

É de relevante importância para a compreensão dos processos de tingimento saber onde o corante se liga à fibra. Os reagentes não podem penetrar nas regiões cristalinas, a não ser que estas possam romper. Assim sendo, as propriedades de tingimento dependem da quantidade de fase amorfa, bem como do empacotamento da cadeia, que é analisado através do grau de orientação molecular, especialmente na fase intermédia entre as fases cristalina e amorfa [10].

A aplicação de corante pode ser feita por processos descontínuos, contínuos ou semi-contínuos. Para processos descontínuos, o movimento do corante em direção ao interior da fibra é provocado pela substantividade do corante. Para processos contínuos, a substantividade não é desejável, pois não se pretende que ocorra esgotamento do banho no balseiro do *foulard*.

2.6.1 Tingimento por esgotamento ou descontínuo

Na primeira etapa, do processo de tingimento por esgotamento do algodão, durante um período de cerca de 15 minutos, é adicionado sal em elevada concentração ao banho de tingimento neutro. Durante esta etapa, o corante não reage com a fibra, apenas ocorre migração do mesmo e este é esgotado na fibra antes da adição do alcali, de modo a garantir as melhores condições para fixação do corante [10]. No tingimento à escala laboratorial o banho de tingimento está contido em tubos de ensaio, tal como se mostra na figura 2.10.



Figura 2.10 - Tubo de ensaio

Na segunda etapa, o alcali é adicionado e a fixação ocorre num intervalo de tempo de 30 a 60 minutos. Por fim, ocorre arrefecimento até à temperatura inicial do processo. As etapas deste processo são apresentadas na figura 2.11 [10].

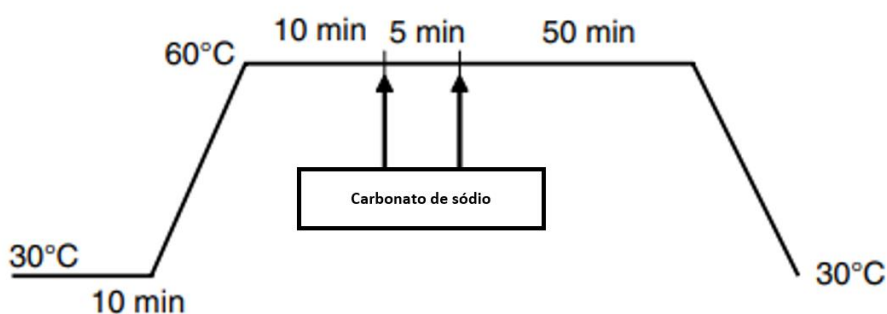


Figura 2.11 - Processo de tingimento [10]

Estas etapas são de extrema importância, o que implica ser necessário introduzir na máquina de tingimento as temperaturas e tempos, conforme os patamares representados na figura 2.11, imprescindíveis ao correto tingimento de uma fibra. De notar que o processo de tingimento que é observado na figura 2.11 varia de acordo com a fibra que

se pretende tingir, e por isso, não é aplicável a todas as fibras têxteis. A máquina de tingimento está apresentada na figura 2.12.

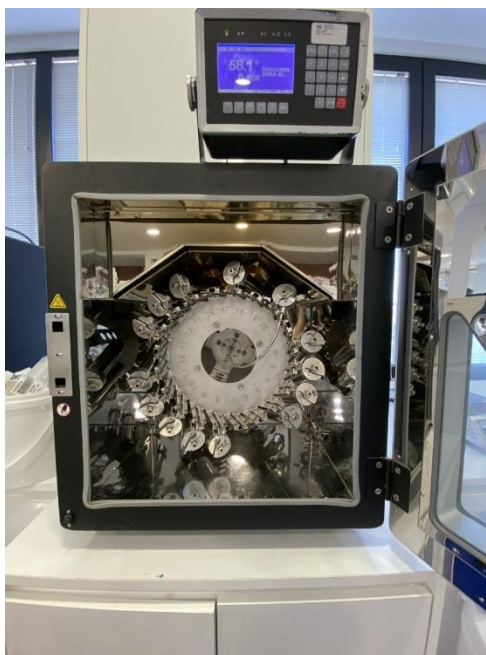


Figura 2.12 - Máquina de tingimento

Os comportamentos de esgotamento e fixação dos corantes reativos envolvem uma fase de adsorção e difusão e uma fase de fixação, tal como se mostra na figura 2.13. A fase de adsorção e difusão é controlada através da variação do tempo de tingimento, temperatura do banho e concentração de sal e a segunda fase, a de fixação, é controlada através da alcalinidade selecionada [10].

Na fase de adsorção e difusão o corante reativo é adsorvido na superfície da celulose e difunde-se na matriz da fibra. Caso as condições sejam favoráveis, o corante reage com os sítios ativos da celulose resultando numa ligação covalente forte, o que não acontece se houver variações de pH, temperatura, quantidade de eletrólito, etc [10].

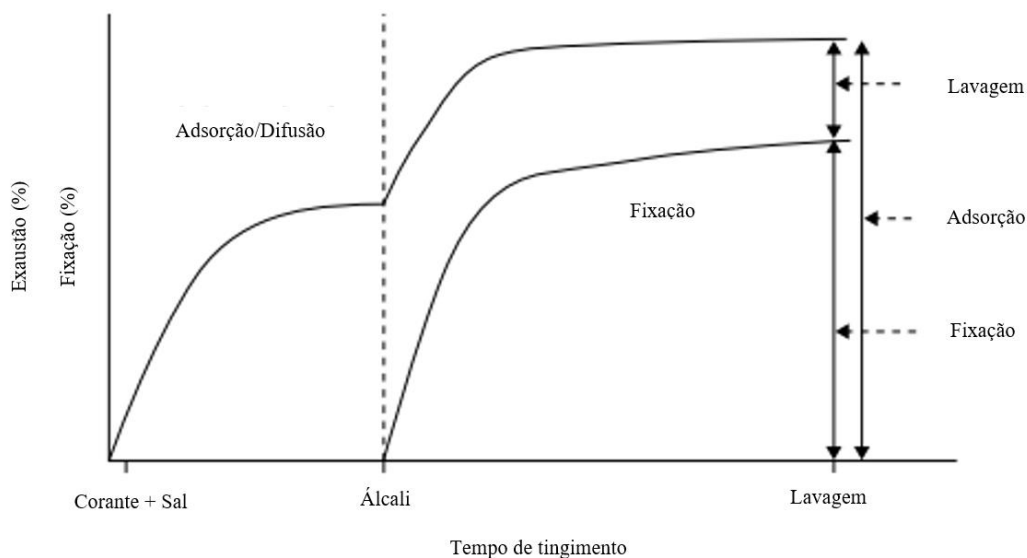


Figura 2.13 - Percentagens de exaustão e fixação em função do tempo de tingimento nas fases de adsorção/difusão e fixação

Para a fase de fixação, é comum a adição de um eletrólito nos corantes reativos e a forma como os corantes são afetados por esta adição é denominada como sensibilidade ao sal ou alcalinidade. O eletrólito aumenta a taxa de ataque do corante, permitindo que a celulose numa solução de corante reativo adsorva corante até atingir o equilíbrio [10].

Por análise da figura 2.13, verifica-se um rápido aumento inicial que é justificado pela resposta do corante à barreira de potencial elétrico à medida que a concentração do eletrólito aumenta. O potencial elétrico é definido pelo contacto entre o banho de tingimento e o eletrólito [10].

Após reação entre o corante e a fibra e para se garantir as propriedades de solidez necessárias, deve ocorrer lavagem das moléculas de corantes que não reagiram existentes na fibra. Esta lavagem deve acontecer a pH neutro, evitando hidrólise alcalina e danos na fibra, conseguindo garantir que fracas propriedades de resistência à humidade não estejam presentes na fibra obtida no final deste processo [10].

2.6.2 Tingimento contínuo

Este tingimento é efetuado de forma contínua, num *foulard*, onde ocorre impregnação do corante no material a tingir. O *foulard* utilizado à escala laboratorial é apresentado na figura 2.14.



Figura 2.14 – Foulard

2.7 Colorimetria

A percepção da cor segue uma série de processos de natureza física, fisiológica e psicológica. A cor de um objeto depende essencialmente do comprimento de onda da luz que este transmite e do meio entre o objeto e o iluminador, no entanto, depende ainda de vários fatores tais como o ambiente circundante, a iluminação, o estado da visão do observador, etc [12]. A figura 2.15 ilustra os componentes mencionados.

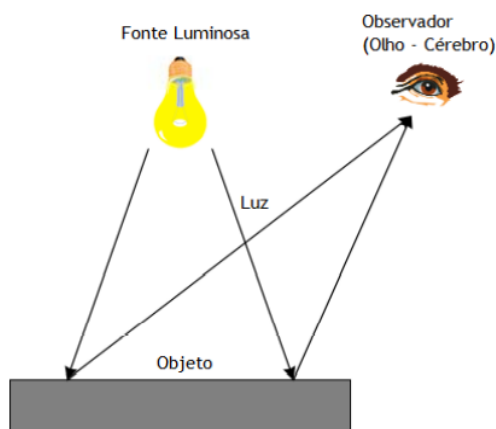


Figura 2.15 - Fonte luminosa, Observador e Objeto [19]

A colorimetria está associada a processos de tingimento da indústria têxtil e é considerada uma técnica de avaliação da cor que avalia a fonte de luz, o artigo têxtil a analisar e a sensibilidade do observador perante a tonalidade observada. Para tal, é utilizado um espectrofotómetro. Com o objetivo de determinar o ponto exato da tonalidade desejada, foram desenvolvidos os métodos CIElab e o método CMC [19].

O método **CIElab** utiliza as coordenadas retangulares L^* , a^* e b^* para se obterem as coordenadas colorimétricas elaborando por fim um padrão que serve para a comparação de todas as cores. A coordenada L^* indica se a tonalidade é escura ou clara, a coordenada a^* identifica tonalidade entre verde e vermelho e a coordenada b^* identifica a tonalidade entre azul e amarelo. As coordenadas podem ainda ser definidas seguindo um sistema de coordenadas polares, onde C^* diz respeito à diferença de saturação entre a amostra e o padrão e H^* representa a diferença de tonalidade entre a amostra e o padrão. Na figura 2.16, encontra-se representado o sistema colorimétrico CIELAB [19].

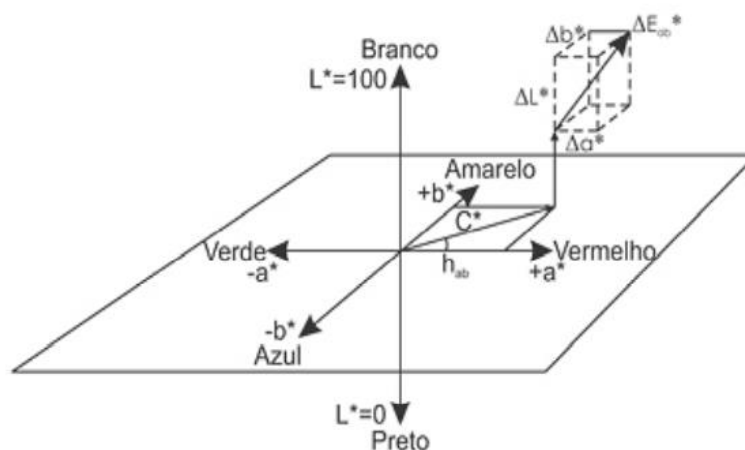


Figura 2.16 - Sistema CIELAB [19]

O valor da diferença de cor entre o padrão e a amostra é obtida segundo a equação 2.3:

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (2.3)$$

Onde,

ΔE^* - diferença de cor.

ΔL^* - diferença de luminosidade.

Δa^* - relação vermelho/verde (caso $a > 0$, a tonalidade é mais vermelha, caso $a < 0$, a tonalidade é mais verde).

Δb^* - relação amarelo/azul (caso $b > 0$, a tonalidade é mais amarelo, caso $b < 0$, a tonalidade é mais azul).

O método **CMC**, surgiu para a correção de lacunas do método CIElab. Este utiliza os valores de L^* , C^* e H^* com a finalidade de determinar os comprimentos dos semi-eixos de uma elipse contendo todas as cores visualmente aceitáveis ao serem comparadas com o padrão. Os semi-eixos que são definidos nas três direções L^* , C^* e H^* , correspondentes respectivamente a SL, SC e SH, estão ilustrados na figura 2.17 [19].

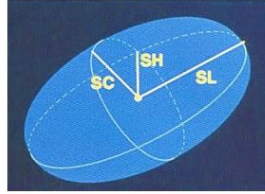


Figura 2.17 - Sistema elíptico CMC [19]

Para este método, deve ser estabelecida uma razão entre luminosidade e saturação que deve ser de 1:1 quando se pretende autenticar a percepção da diferença da cor e deve ser de 2:1 para a validação da aceitação da cor, visto que são toleráveis maiores diferenças em luminosidade do que em saturação e cor. A determinação da diferença de cor (ΔE_{CMC}) é obtida através da equação 2.4 [19] :

$$\Delta E_{CMC} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L^*}{L^*}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C^*}{C^*}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H^*}{H^*}\right)^2} \quad (2.4)$$

Sendo,

S_L , S_c e S_H em função das coordenadas L^* , C^* e H^* respetivamente.

3. Métodos experimentais

Neste capítulo, são descritos os métodos de análise utilizados para avaliar o poder dispersante de corantes reativos e dispersos, o poder sequestrante de ferro e de cálcio e o poder molhante de um produto auxiliar.

3.1 Determinação do poder dispersante para corantes reativos

Para a determinação do poder dispersante de corantes reativos preparam-se inicialmente 5 soluções, sendo estas:

1. Solução de cálcio;
2. Solução de magnésio;
3. Solução de alcali;
4. Solução do produto dispersante a testar na proporção (1:10);
5. Solução de corante, sendo que neste caso se utiliza o corante azul turquesa 6% devido à sua baixa solubilidade (3 g de corante turquesa 6% em 1000 mL de água).

De notar que a solução de corante é aquecida até cerca de 40 °C para que o corante seja bem dissolvido e apenas quando atinge os 30 °C se passa ao passo seguinte.

Para a preparação do banho (solução nº 6), solução que é usada para posteriormente se conseguir determinar o poder dispersante, são adicionadas à solução de corante (solução nº 5 - após arrefecimento até 30 °C) as seguintes soluções, sempre com agitação magnética:

- 20 mL da solução de cálcio (solução nº 1);
- 20 mL da solução de magnésio (solução nº 2);
- 60 g/L de sal (NaCl).

Agitar durante 10-15 min com o auxílio do agitador magnético para homogeneizar.

O método propriamente dito, consiste em testar o produto em 4 concentrações (0,5 g/L; 1 g/L; 2 g/L; 3 g/L) e sem produto. A princípio coloca-se 100 mL do banho (solução nº 6) em 5 gobelés, adiciona-se o produto dispersante a testar (solução nº 4) a cada um dos gobelés nas referidas concentrações e agita-se. De seguida, adiciona-se 10 mL da solução de alcali (solução nº 3), agita-se e deixa-se repousar 20 minutos, tal como está exemplificado na figura 3.1. Por fim, filtra-se com papel de filtro nº 6.

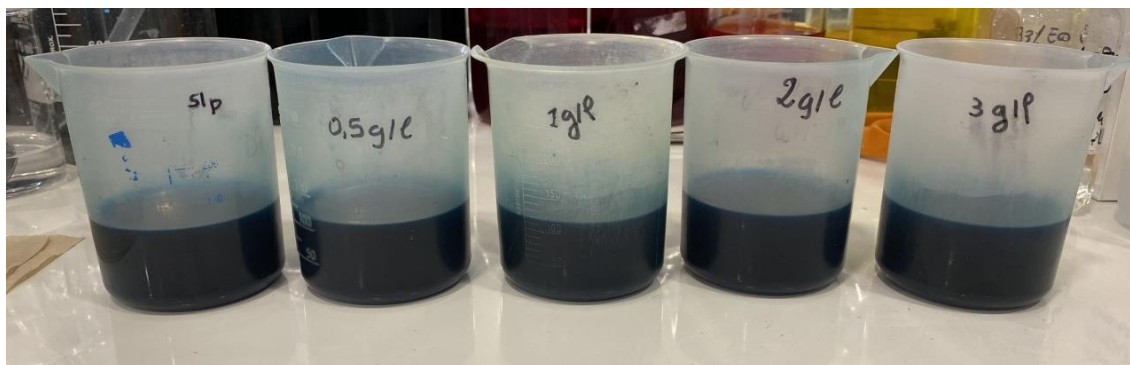


Figura 3.1 - Gobelés com diferentes concentrações de produto dispersante

O objetivo é comparar o poder dispersante entre os papéis de filtro resultantes da filtração das quatro soluções com concentrações diferentes de produto a testar e o papel de filtro resultante da filtração da solução sem produto a testar, analisando qual das concentrações acumula menos corante, e por isso, que possui um poder dispersante superior.

3.2 Determinação do poder dispersante para corantes dispersos

Para se conseguir determinar o poder dispersante para corantes dispersos, é necessário preparar uma solução com 250 mL de água a pH 7, adicionando os seguintes reagentes:

0,5 g/L de fosfato monossódio;

1,5 g/L de fosfato disódio;

0,15 g/L de corante escarlate itosperse SLK.

Quando a solução estiver preparada, é necessário verter para dois tubos de alumínio 100 mL desta solução em cada um deles, sendo que num deles não há adição de nenhum produto dispersante e no outro adiciona-se o produto dispersante a testar com uma concentração de 1,5 g/L.

De seguida, colocam-se os tubos de alumínio na máquina de tingimento efetuando um movimento rotativo, onde ocorre o processo segundo a figura 3.2:

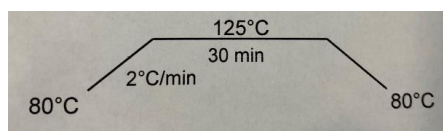


Figura 3.2 - Processo para dispersante de corantes dispersos

Por fim, filtra-se cada uma das soluções (conteúdo do tubo de alumínio) com papéis de filtro a 80 °C.

3.3 Determinação do poder de molhagem

A determinação do poder de molhagem é obtido pelo tempo que uma dada amostra de tecido demora a imergir no banho. Começa-se por preparar a solução de um produto molhante, solução esta em que o tecido vai ser imerso com uma concentração desejada num gobelé de 500 mL. Posteriormente, é colocada uma amostra de tecido com uma dimensão padrão (4 cm de diâmetro), com o auxílio de uma pinça na superfície da solução e é cronometrado o tempo que o tecido demora a tocar no fundo do gobelé.

São realizados 3 ensaios e registam-se todos os tempos, tendo em atenção que o tempo máximo de espera é de 5 minutos. O poder de molhagem é medido em unidades de tempo e corresponde à média dos 3 ensaios realizados.

3.4 Determinação do poder sequestrante de cálcio

Para a determinação do poder sequestrante de cálcio são necessários 2 reagentes: solução carbonato de sódio (Na_2CO_3) a 2% e uma solução de acetato de cálcio monohidratado ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$) a 44,1 g/L.

É preparada a solução a titular adicionando 1 g de produto a testar (sequestrante), 100 mL de água e 10 mL da solução de Na_2CO_3 a 2%.

Titula-se esta solução a pH 7 e 12 e para isso preparam-se 2 soluções. O pH é acertado com uma solução de soda cáustica (NaOH) para pH = 12 e com ácido acético (CH_3COOH) para pH = 7.

Para a titulação, coloca-se cartolina preta na base do agitador (para facilitar a visualização) e coloca-se por cima o gobelé com a solução preparada, como se pode ver na figura 3.3.



Figura 3.3 - Exemplificação da montagem

Mergulha-se o eléctrodo de pH na solução para se poder controlar o pH, sendo que, durante a titulação é muito importante manter uma agitação (agitação magnética) constante e o mesmo valor de pH (7 e 12), acertando com as soluções de NaOH e de CH_3COOH .

Na bureta é colocada a solução titulante preparada com 44,1 g/L de $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Inicia-se a titulação e quando a solução no gobelé começar a ficar turva, a titulação termina e regista-se o volume gasto de $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Para calcular o poder sequestrante, a pH 7 e a pH 12, é utilizada a equação 1.

$$\text{Poder sequestrante} = \text{CaCO}_3 \left(\frac{\text{mg de CaCO}_3}{\text{g de produto}} \right) = 25 \times V_{\text{gasto}} \text{ (ml)} \quad (1)$$

3.5 Análise do poder sequestrante de ferro – Método da Ferrozine

De modo a realizar-se a análise do poder sequestrante do ferro, são necessárias 4 soluções:

- i. Solução Tampão de Acetato de Amónio;
- ii. Solução de Ferrozine;
- iii. Solução de Sulfato de Amónio e Ferro (II);
- iv. Solução de Trabalho – 100 μL de solução sulfato de amónio e ferro II (iii) + 10 mL solução tampão (i).

3.5.1 Construção da curva de calibração ferro-ferrozine

Para a determinação da curva de calibração ferro-ferrozine, é necessária a preparação de uma solução padrão 1, e soluções padrão 2, 3, 4 e 5 e o branco, obtendo-se assim, seis soluções com concentrações conhecidas de ferro.

- **Curva de calibração**

Construir um gráfico na forma:

$$\text{Abs} = a \times C_{\text{Fe}} + b$$

Em que:

Abs- Absorvância medida a 562 nm

a-Declive da reta (constante)

C_{Fe} - Concentração Ferro

b- Ordenada na origem (constante)

3.5.2 Procedimento determinação poder sequestrante

Para esta determinação, existe a preparação de um branco e da amostra, permitindo assim obter a concentração do poder sequestrante.

$$C_{\text{poder sequestrante}} = C_i - C_{\text{Fe}}$$

Em que,

$C_{\text{poder sequestrante}}$ - Concentração do poder sequestrante (mol/L)

C_i - Concentração inicial da amostra (solução do agente sequestrante)

C_{Fe} - Concentração Ferro (determinada na curva de calibração do Ferro-Ferrozine)

A concentração inicial da amostra é obtida pela curva de calibração através da expressão $\text{Abs} = a \times C_{\text{Fe}} + b$, logo $C_{\text{Fe}} = \frac{\text{Abs} - b}{a}$ e a concentração de Ferro é a concentração da solução de trabalho - solução de sulfato de amónio e ferro, sendo neste caso, 0,002 mol/L.

3.5.3 Procedimento determinação curva %Fe - concentração poder sequestrante

Para obter a %Fe, primeiramente é efetuada a conversão da concentração de mol/L para g/L. Com a concentração em g/L, seguidamente é usada a expressão:

$$\frac{Abs\ branco - Abs\ amostra}{Abs\ branco} \times 100$$

4. Resultados e análise de resultados

Neste capítulo, são apresentados os resultados obtidos com o objetivo de melhorar os métodos anteriormente definidos no capítulo 3.

4.1 Poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes reativos

O poder dispersante, é a capacidade de um produto dispersar o corante pela fibra. Assim sendo, sabe-se que um produto auxiliar é um bom dispersante, se o corante está uniformemente espalhado pela fibra e a sua coloração no papel de filtro é menos intensa para todas as concentrações quando comparada com a coloração do papel de filtro sem produto.

O principal problema do método apresentado em 3.1 é o facto de apresentar resultados pouco reprodutíveis. Posto isto, o objetivo é aperfeiçoar o procedimento deste método de maneira a conseguir identificar o produto auxiliar com melhor poder dispersante de corantes reativos.

Nos subcapítulos seguintes, estão descritas as tentativas de melhoria para este método. Utilizam-se sempre os mesmos dispersantes (neste caso, produto F1 e F2) para melhor avaliação do processo.

4.1.1 Condições iniciais

Foram realizados dois ensaios para cada um dos dois produtos auxiliares utilizados (F1 e F2), tendo em conta o procedimento inicial da empresa (subcapítulo 3.1), ou seja, após a preparação de todas as soluções, foi realizada uma filtração a vácuo, utilizando o papel de filtro nº 6, papel de filtro do tipo A.

Para o produto auxiliar F1, obtiveram-se os resultados apresentados na figura 4.1.

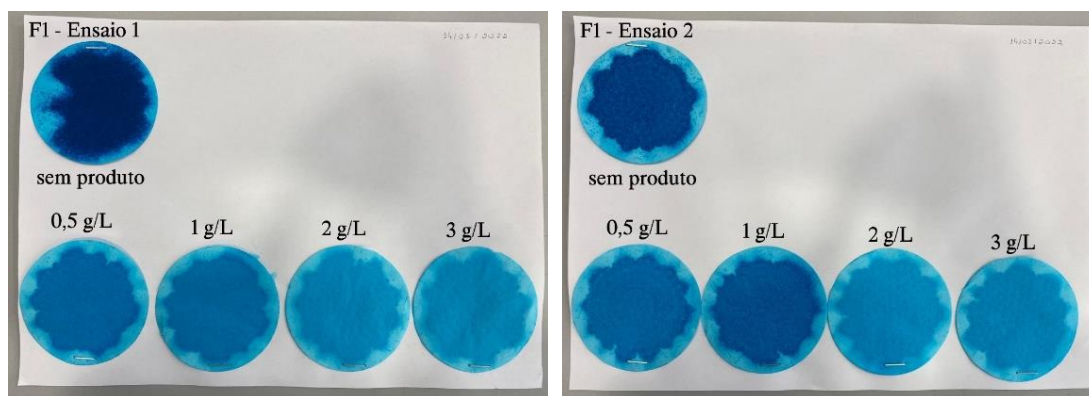


Figura 4.1 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_ condições iniciais

Através da visualização das imagens verifica-se que a dispersão do corante nas diferentes concentrações é relativamente diferente entre os dois ensaios, especialmente na concentração de 1 g/L. No ensaio 2, a dispersão de corante é bastante melhor para o papel de filtro sem produto quando comparada com a dispersão verificada no ensaio 1. Também seria expectável que a dispersão fosse melhor conforme o aumento de concentração do produto auxiliar, porém, para o ensaio 2, o poder dispersante para a concentração de 1 g/L é pior quando comparado com a concentração de 0,5 g/L.

Para o produto auxiliar F2 obtiveram-se os resultados apresentados na figura 4.2.

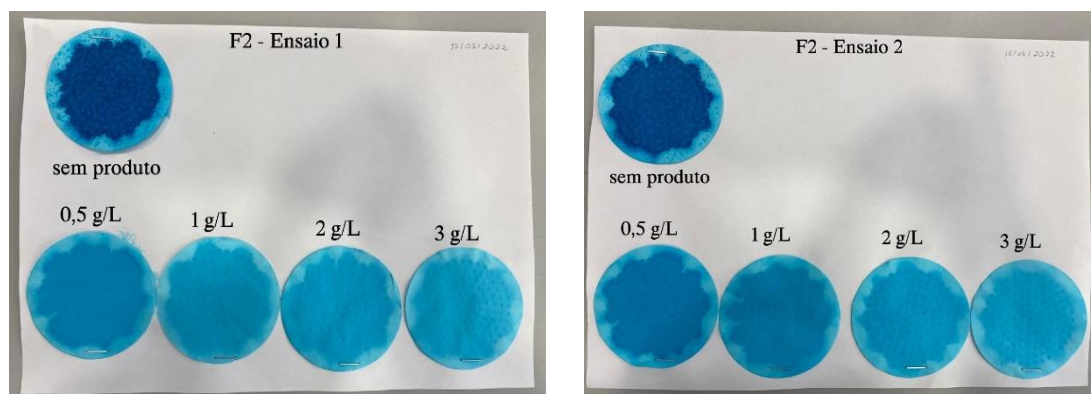


Figura 4.2 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_ condições iniciais

Para este produto auxiliar, o poder dispersante observado para o ensaio 2, é diferente do observado no ensaio 1, sendo que, é considerado mais concentrado no ensaio 2 do que no ensaio 1.

Comparou-se ainda os resultados obtidos por outra pessoa, de modo a verificar se seriam concordantes variando o indivíduo que realiza o ensaio. Pode observar-se estes resultados na figura 4.3.

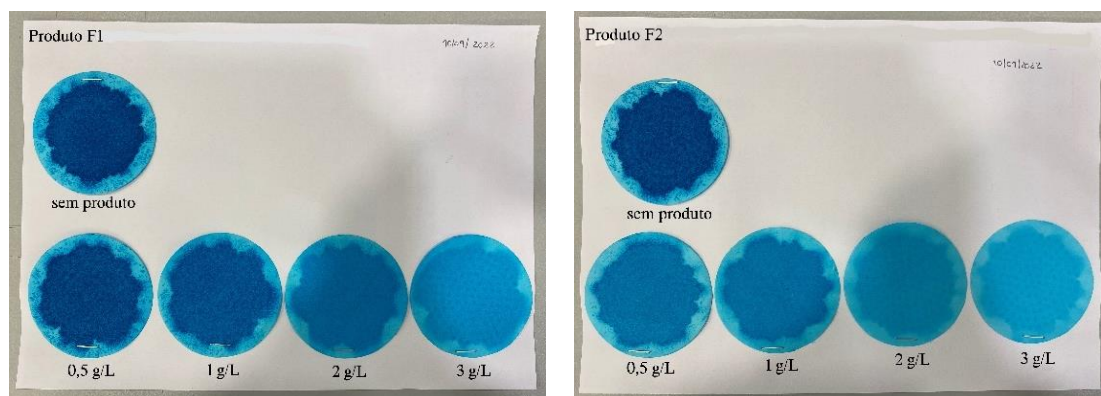


Figura 4.3 - Ensaio do produto F1 (à esquerda) e do produto F2 (à direita) _outro indivíduo

Após análise desta figura, verifica-se que os resultados obtidos não são concordantes com os obtidos anteriormente, apesar das condições serem exatamente as mesmas. Assim sendo, deve proceder-se a alterações neste método, de modo a conseguir obter resultados que sejam repetíveis e reprodutíveis.

4.1.2 Influência do tempo de repouso de 20 min

Neste tópico, foi retirado o tempo de repouso de cada concentração. Assim sendo, logo após a preparação da solução nº6 e de cada uma das concentração a testar, cada gobelé foi apenas homogeneizado com uma colher durante 1 minuto e foi filtrada a sua solução de imediato. Os resultados obtidos para o produto dispersante F1, foram os apresentados na figura 4.4.

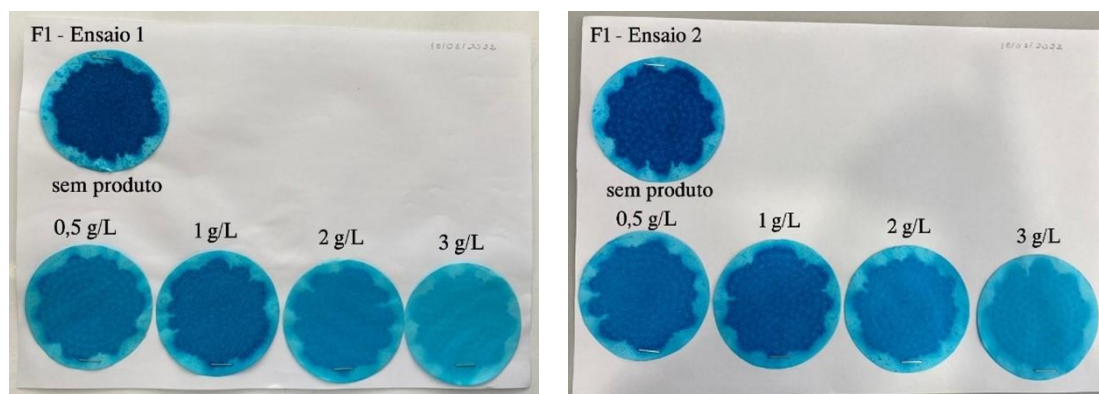


Figura 4.4 - Ensaio 1 e 2 do produto F1 _retirar tempo de repouso

Comparando os dois ensaios, é de notar que são bastante semelhantes, podendo ser esta a justificação para que os resultados sejam tão diferentes.

Procedeu-se da mesma forma para o produto F2 e obtiveram-se os resultados apresentados na figura 4.5.

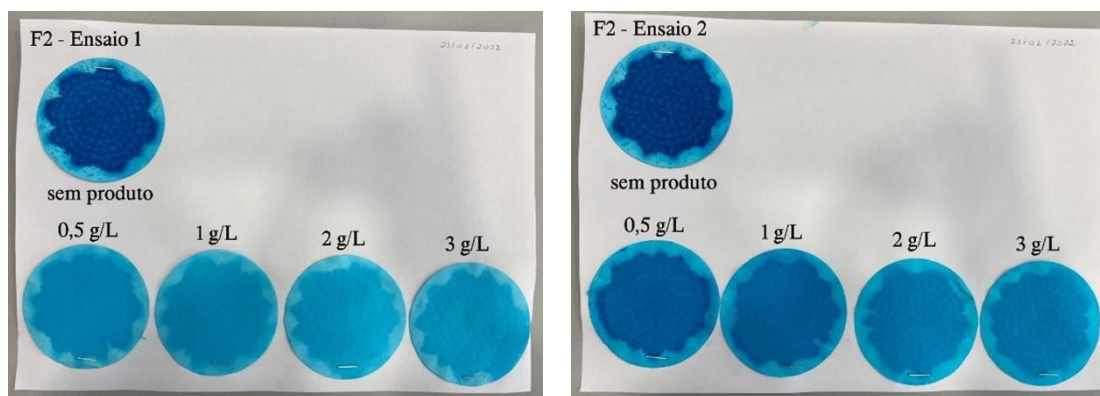


Figura 4.5 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_retirar tempo de repouso

No que toca ao produto F2, os resultados obtidos não são semelhantes, por isso, não se pode considerar que este procedimento seja o indicado. Apesar de os resultados serem idênticos nos dois ensaios para o produto F1, para o produto F2 não foram e o objetivo é que os ensaios sejam idênticos nas mesmas condições para produtos diferentes.

4.1.3 Influência da agitação magnética de 20 min para cada concentração

Neste procedimento, foi realizada agitação para cada concentração (sem produto, 0,5 g/L, 1 g/L, 2 g/L e 3 g/L) utilizando o agitador magnético. No final da agitação, procedeu-se à filtração a vácuo. Para o produto dispersante F1, os resultados obtidos foram os apresentados na figura 4.6.

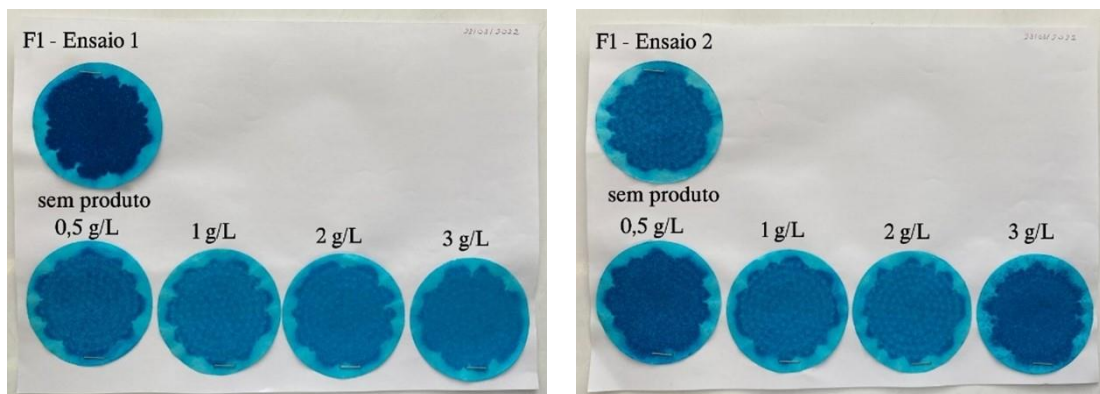


Figura 4.6 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_20 min de agitação magnética para cada concentração

Comparando os resultados do ensaio 1 e do ensaio 2, é de notar que são relativamente semelhantes. No entanto, no ensaio 2 para a concentração de 3 g/L, verifica-se uma tonalidade mais escura, o que não é o pretendido.

Para o produto F2, os resultados obtidos foram os apresentados na figura 4.7.

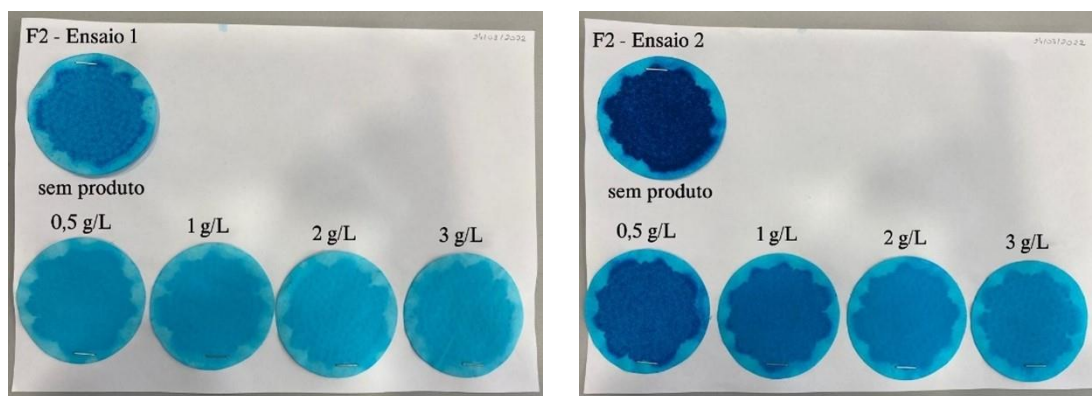


Figura 4.7 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_20min de agitação para cada concentração

Analisando a figura 4.7, constata-se que os resultados obtidos não são idênticos, pelo contrário, são bastante diferentes, parecendo que se trata de outro produto. Sendo assim, este procedimento também não pode ser adotado para analisar o poder dispersante de um produto.

4.1.4 Influência da preparação de um banho com 500 mL

Para estes ensaios, foi preparado um banho de corante de apenas 500 mL ao invés de 1 L com o intuito de manter as condições de temperatura entre realização de ensaios o mais semelhantes possível. Posto isto, o que se obteve para o produto dispersante F1 está apresentado na figura 4.8.

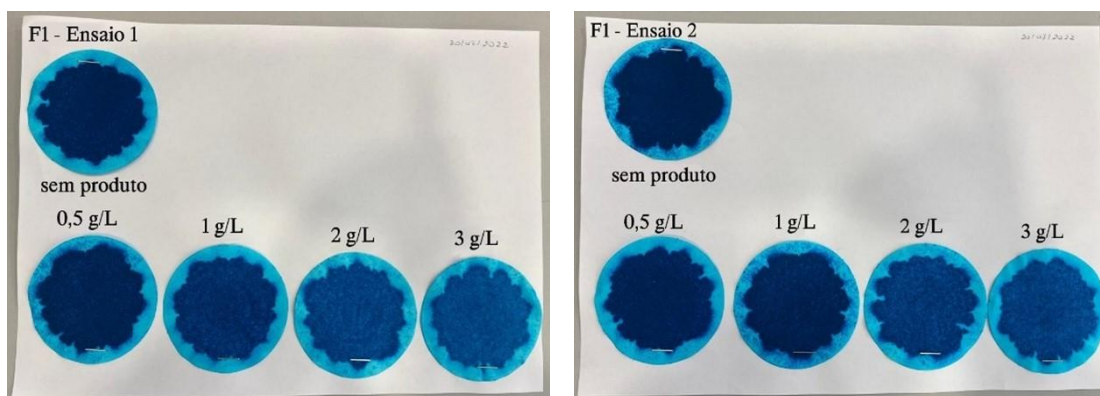


Figura 4.8 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_preparação de banho de 500 mL

Observando os resultados obtidos, confirma-se que para todas as concentrações o resultado foi quase o mesmo. Como isso não é o suposto, já não foi realizado este procedimento para o produto F2.

4.1.5 Influência da utilização de sal diluído (1:5)

Foram realizados ensaios utilizando sal diluído (1:5) em vez de adicionar 60 g/L NaCl sólido. Após realização da solução de sal com a relação indicada, foram pipetados 20 mL dessa solução e foram adicionados ao banho de 1 L de corante, homogeneizando com o agitador magnético apenas durante 5 minutos, mantendo o resto do procedimento.

Foi aplicado este procedimento para o produto F1, em que os ensaios são observados na figura 4.9.

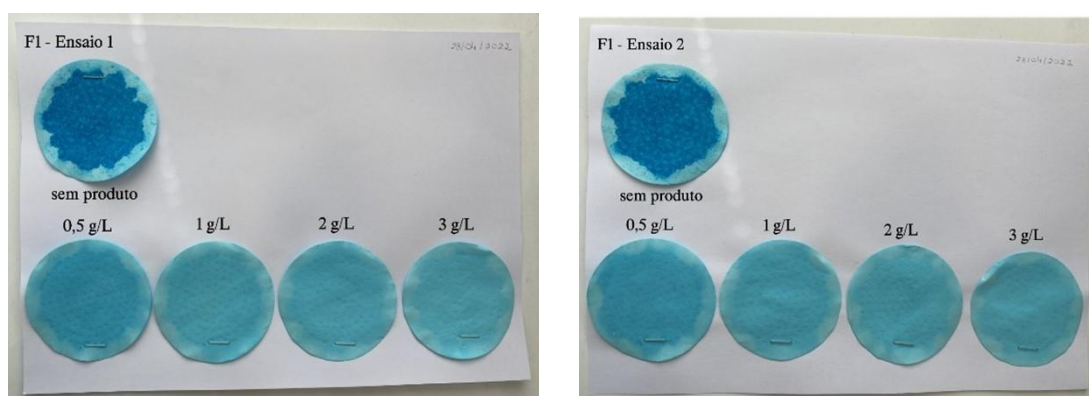


Figura 4.9 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_sal diluído (1:5)

Após análise da figura, conclui-se que os ensaios são idênticos, no entanto, parecem iguais para todas as concentrações. Repetiu-se esta condição para o produto F2, e os resultados obtidos são apresentados na figura 4.10.

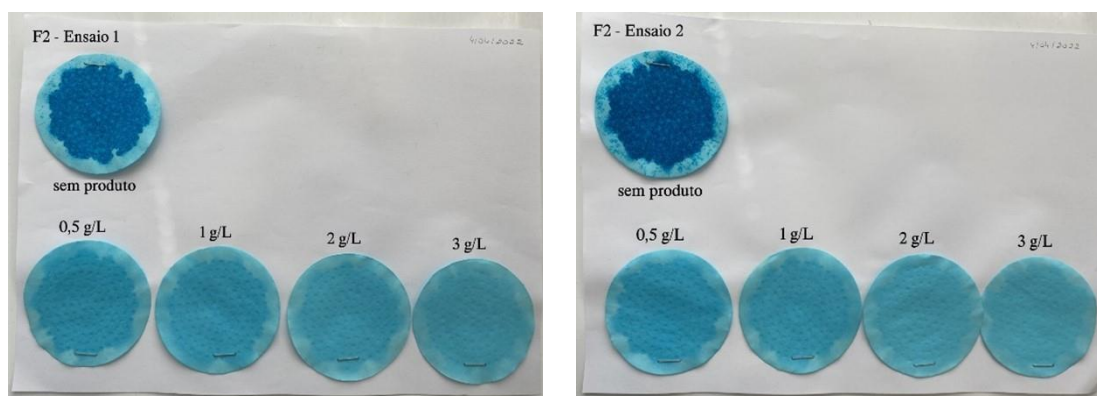


Figura 4.10 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_sal diluído (1:5)

Novamente os resultados que se obtiveram para as diferentes concentrações são bastante idênticos, por isso, conclui-se que este método não deve ser adotado.

4.1.6 Procedimento novo com papel de filtro do tipo A

Foi realizado um procedimento diferente. Neste procedimento, 500 mL de água são fervidos até aos 100 °C, e logo de seguida, são adicionados:

- 20 g/L de carbonato de sódio,
- 70 g/L de sulfato de sódio,
- 0,2 g/L de agente não iónico de lavagem,
- 1,25 g/L de corante azul turquesa 6%.

Após estar tudo adicionado, deixa-se ferver por 5 minutos a 100 °C. Seguidamente, arrefece-se em banho-maria até aos 50-60 °C.

Por fim, retiram-se 100 mL do banho para dois gobelés, em que num dos gobelés não é adicionado nenhum produto dispersante e no outro gobelé é adicionado 1 g/L de um produto dispersante a testar. Os banhos são filtrados através de uma filtração a vácuo, utilizando papéis de filtro do tipo A.

Foi utilizado apenas um papel de filtro para cada diluição e posteriormente, foi testada a utilização de dois papéis de filtro. Os resultados obtidos para a filtração a vácuo do produto dispersante F1 com 1 papel de filtro para cada concentração são apresentados na figura 4.11 e os resultados para a filtração a vácuo com 2 papéis de filtro são apresentados na figura 4.12.

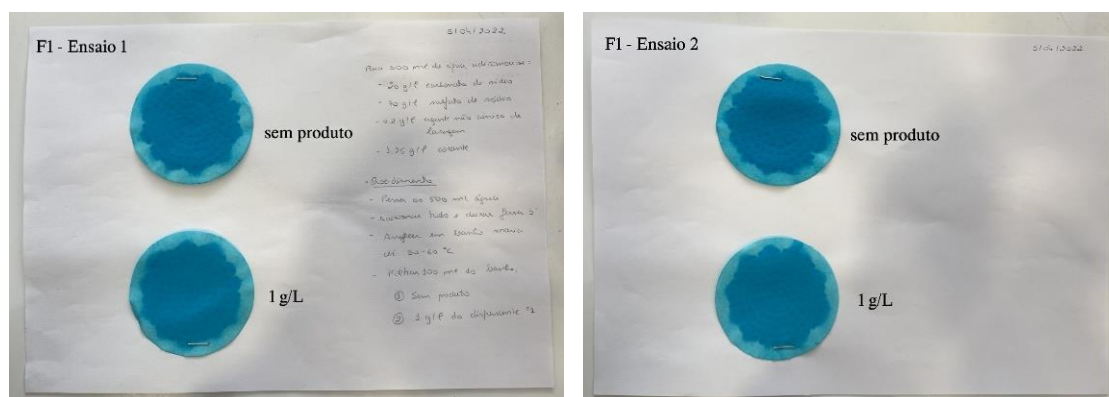


Figura 4.11 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_ procedimento novo com 1 papel de filtro A

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

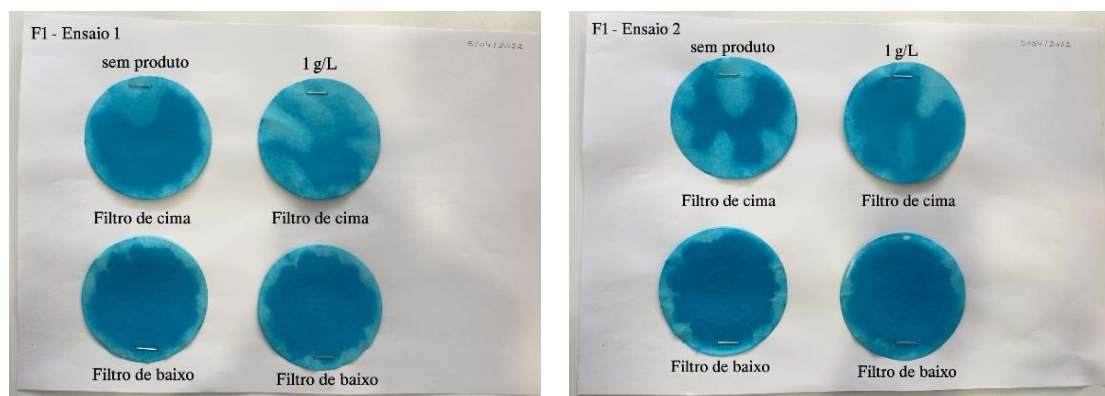


Figura 4.12 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com 2 papéis de filtro A

Ao observar os resultados obtidos para o produto F1, verifica-se que os resultados são relativamente parecidos para ambos os ensaios nas mesmas condições. Para verificar a veracidade do método, foi também realizado para o produto F2 uma filtração a vácuo com 1 papel de filtro, sendo os resultados apresentados na figura 4.13, e uma filtração a vácuo com 2 papéis de filtro, sendo os resultados apresentados na figura 4.14.

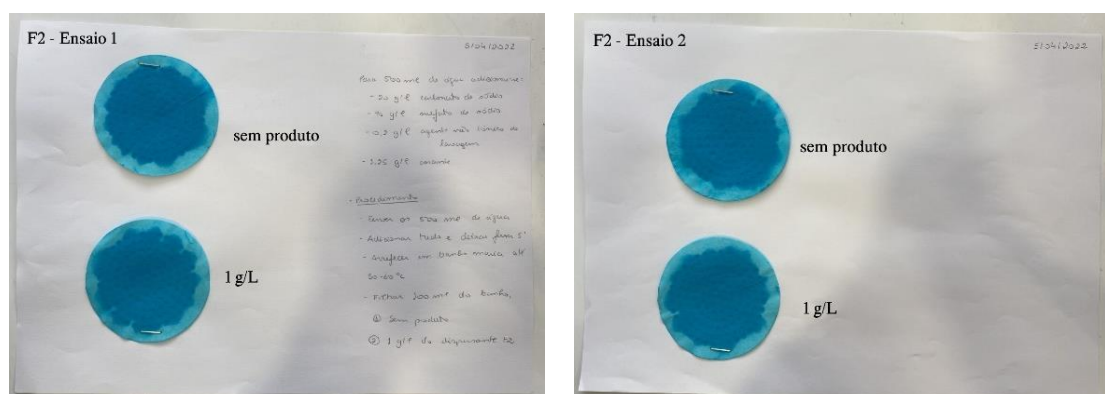


Figura 4.13 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com 1 papel de filtro A

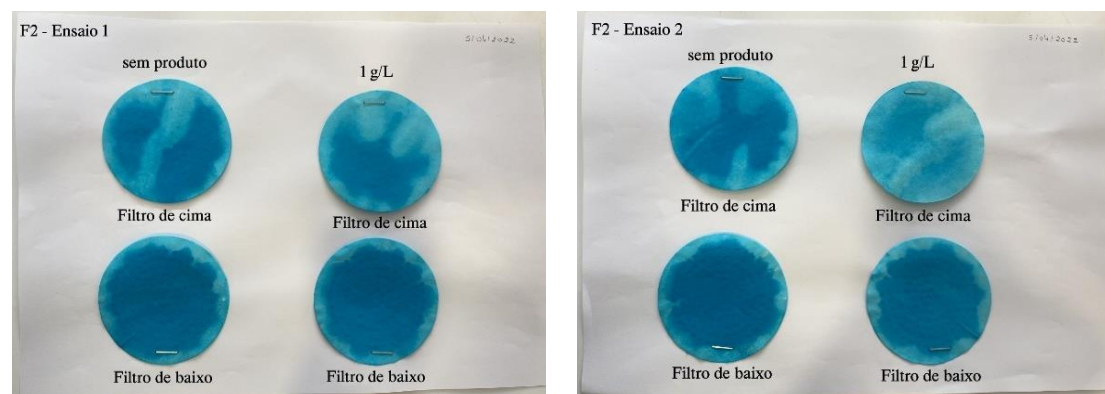


Figura 4.14 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com 2 papéis de filtro A

Ao analisar as figuras 4.13 e 4.14, verifica-se que mais uma vez os resultados são semelhantes. Porém, entre o produto F1 e F2 não se consegue identificar qual o melhor produto auxiliar a escolher. Posto isto, é necessário continuar a desenvolver este método para se conseguir identificar qual o melhor produto dispersante.

4.1.7 Condições iniciais utilizando 2 papéis de filtro iguais do tipo A

Para este procedimento, foram mantidos todos os passos do procedimento apresentado em 3.1, mantendo sempre a temperatura e velocidade de agitação constantes. A única diferença está no facto de serem utilizados 2 papéis de filtro, sendo estes do tipo A para a filtração a vácuo.

Os resultados obtidos para o produto auxiliar F1 para concentração nula e para as várias concentrações de produto dispersante estão apresentados na figura 4.15.

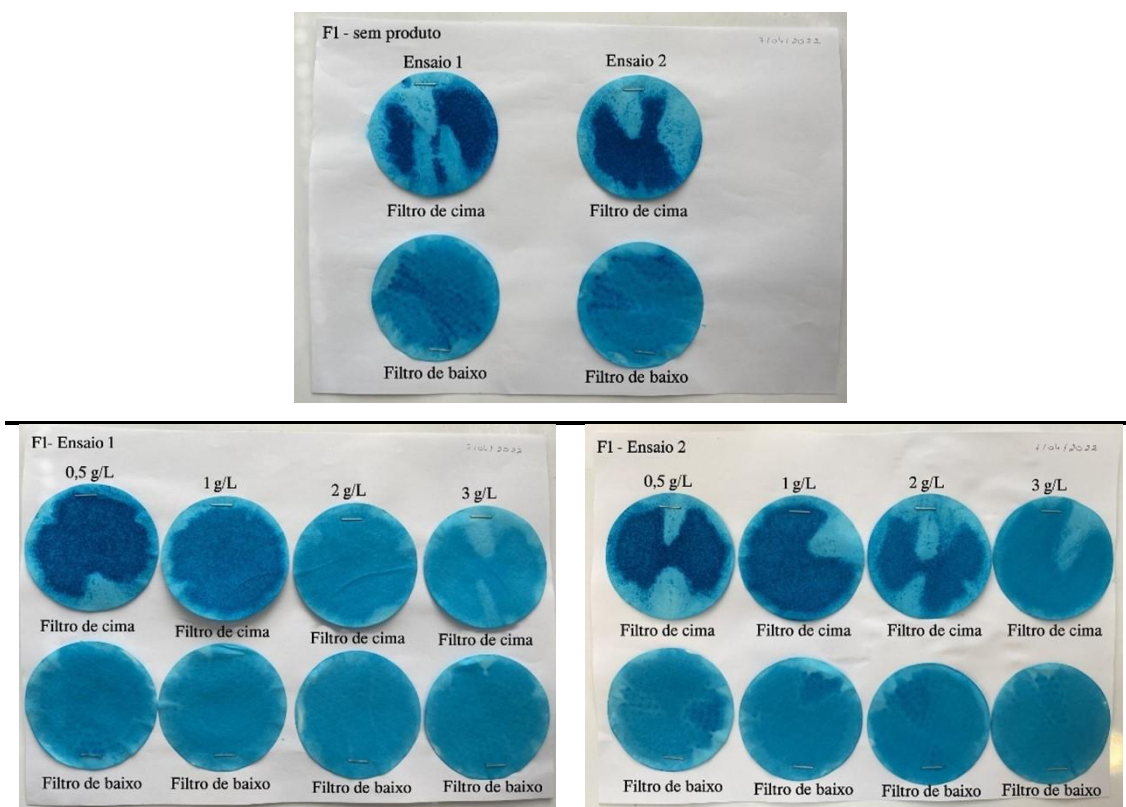


Figura 4.15 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_2 papéis de filtro A

Observando as imagens anteriores, verifica-se que os resultados obtidos para os dois ensaios são bastante idênticos para todas as concentrações exceto para a concentração de 2 g/L em que a tonalidade de corante é mais intensa no ensaio 2 do que no ensaio 1.

Foram realizados também ensaios para o produto auxiliar F2 que são apresentados na figura 4.16.

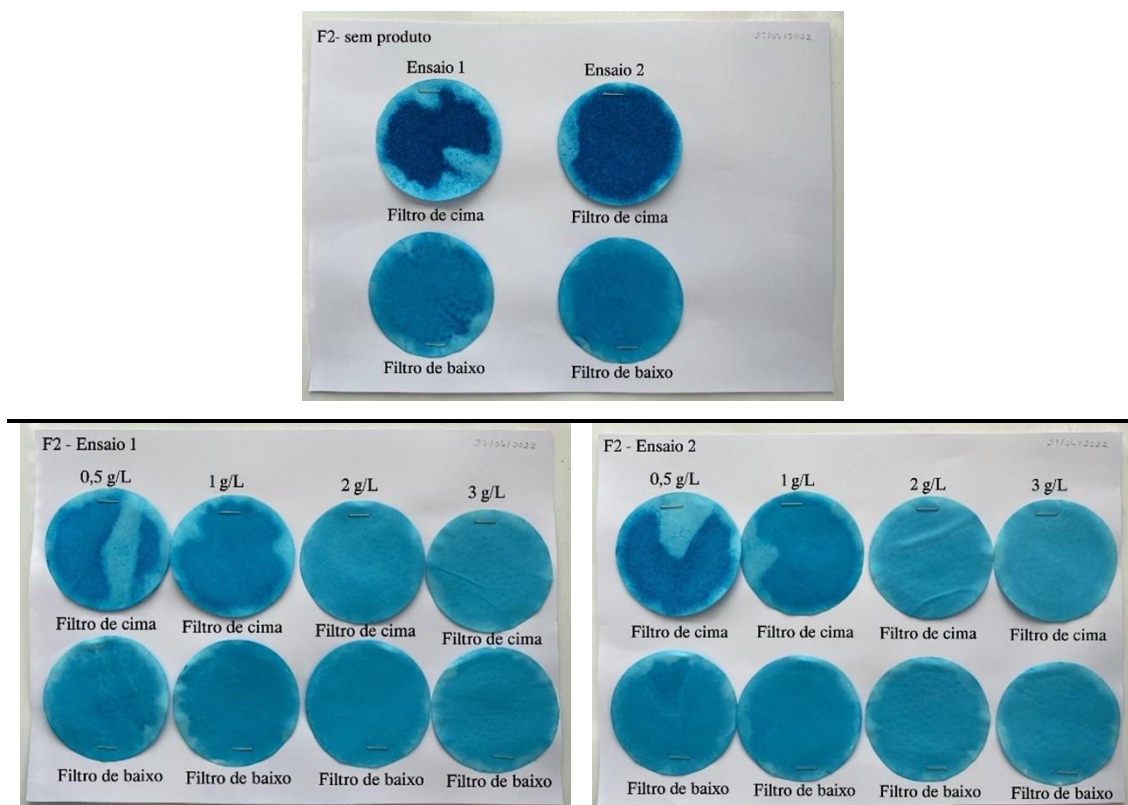


Figura 4.16 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_2 papéis de filtro A

Os resultados obtidos entre os dois ensaios para o produto auxiliar F2 são mais idênticos do que os resultados obtidos entre os dois ensaios do produto auxiliar F1. Este método é considerado o melhor até ao momento, apesar da diferença obtida entre os dois ensaios para a concentração de 2 g/L do produto auxiliar F1.

4.1.8 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente

Neste caso, foi realizado o procedimento apresentado em 3.1, porém, o corante não foi levado à placa para aquecer até aos 40 °C e foi apenas agitado durante 5 minutos após a sua preparação. Para o produto auxiliar F1, os resultados obtidos são apresentados na figura 4.17.

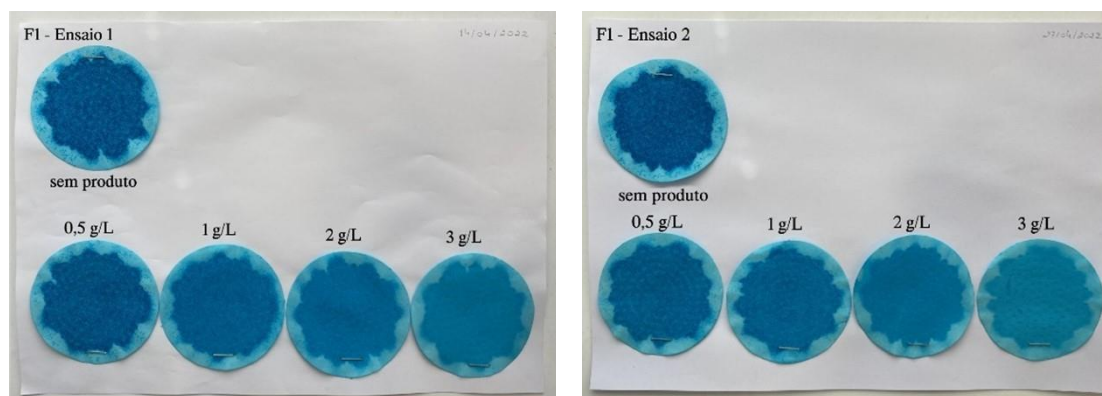


Figura 4.17 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente

Os resultados para este produto são similares entre os dois ensaios, por isso deve ser testada para mais ensaios a hipótese de dispersar o corante a frio. Para além disso, ao dissolver o corante na água, reparou-se que este parece dissolver-se bem, não havendo a necessidade de se aquecer o corante para depois o deixar arrefecer. Para o produto F2, os resultados obtidos são mostrados na figura 4.18.

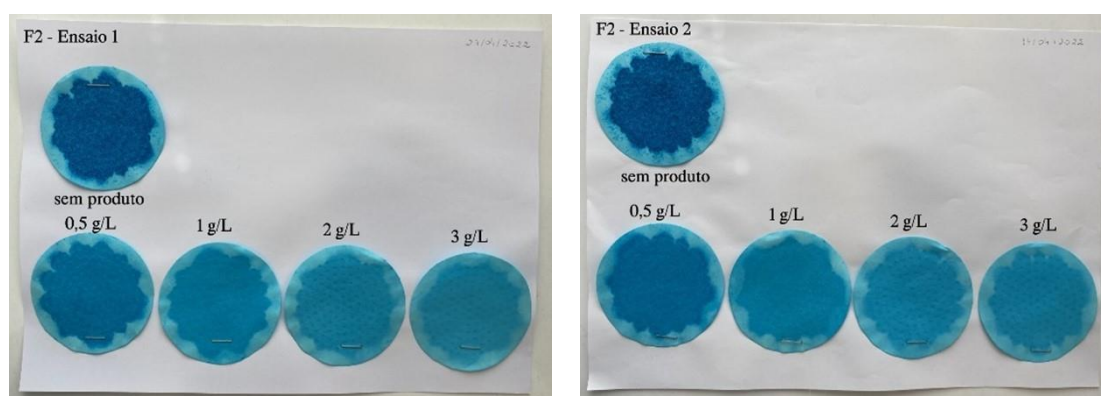


Figura 4.18 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente

Para este produto F2, os resultados são também semelhantes para cada um dos ensaios realizados, por isso este método deve continuar a ser testado de maneira a verificar a sua aplicabilidade.

4.1.9 Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B

Para este teste, seguiu-se o procedimento apresentado em 3.1 e utilizaram-se para a filtração a vácuo 2 papéis de filtro diferentes sendo estes designados por B em que, o 640w é colocado em baixo no funil e o 640d em cima. Para este teste, o corante foi utilizado a frio e a solução foi homogeneizada durante 5 minutos com agitador magnético. Para o produto auxiliar F1, os resultados obtidos são apresentados na figura 4.19.

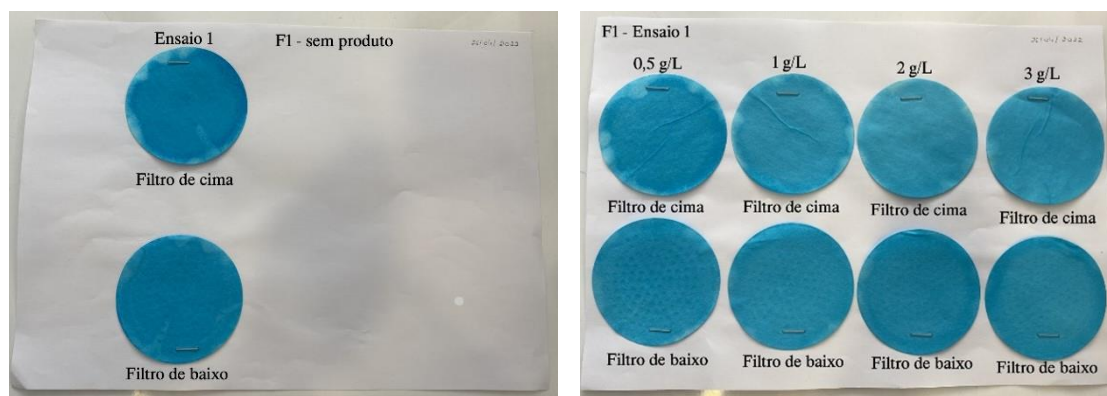


Figura 4.19 - Ensaio 1 e sem produto do produto F1_papéis de filtro B

Após análise da figura 4.19, é de notar que para as diferentes concentrações não são visíveis as diferenças de dispersão de corante e os resultados parecem todos iguais, por isso estes filtros não são considerados adequados, daí ter sido realizado apenas 1 ensaio. No entanto, foi realizado na mesma para o produto auxiliar F2 de modo a verificar se os resultados são também semelhantes aos obtidos para F1, estando estes representados na figura 4.20.

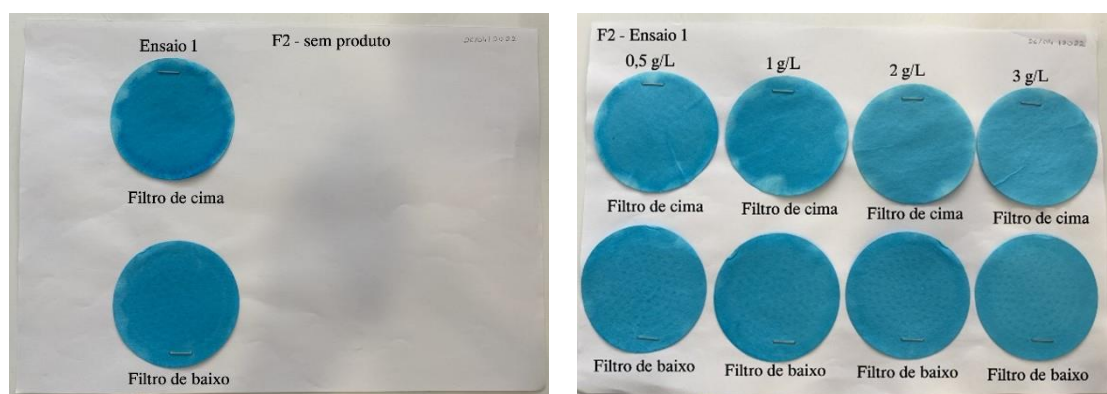


Figura 4.20 - Ensaio 1 e sem produto do produto F2_papéis de filtro B

Mais uma vez, para o produto auxiliar F2 os resultados são todos idênticos, por isso pode retirar-se a opção da utilização destes dois filtros.

4.1.10 Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B para o procedimento novo

Apesar deste tipo de filtros não funcionar para o procedimento anterior, foram utilizados para o procedimento novo, apresentado em 4.1.6 para verificar se, para este novo procedimento, a sua utilização é viável. Sendo assim, na figura 4.21 são apresentados os resultados obtidos para o produto auxiliar F1.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

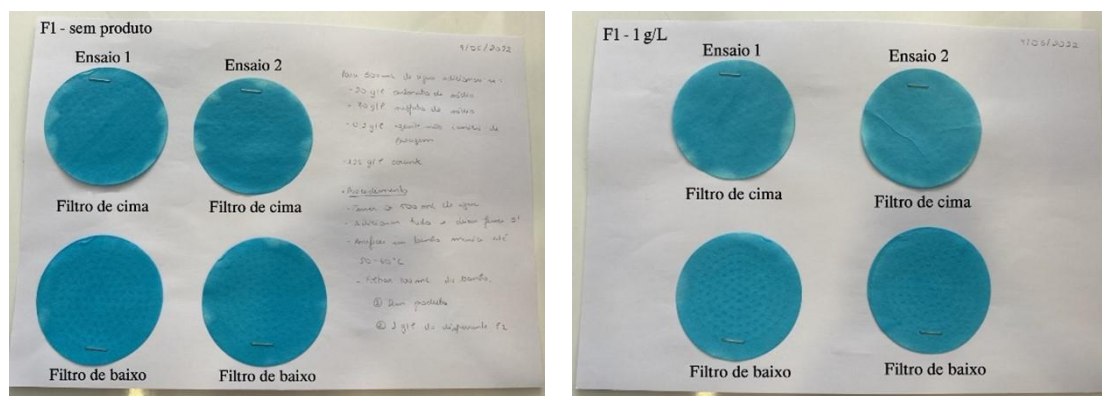


Figura 4.21 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com papéis de filtro B

Comparando o resultado que se obteve para as soluções sem produto e a concentrações de 1 g/L do produto auxiliar F1, é de notar que os resultados são idênticos não havendo modo de distinção entre eles, sendo por isso considerado um método não adequado. Na figura 4.22, pode observar-se os resultados obtidos para o produto auxiliar F2.

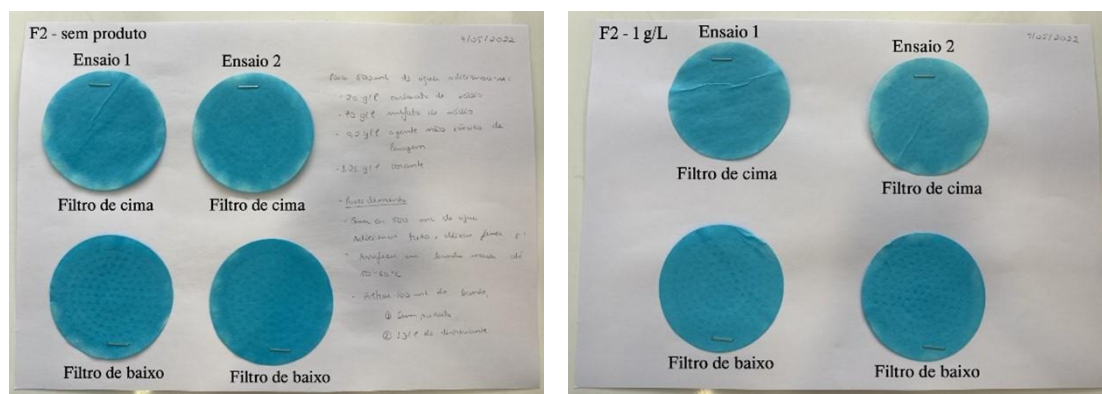


Figura 4.22 - Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F2_procedimento novo com papéis de filtro B

Tal como para o produto auxiliar F1, não é evidente uma diferença clara entre a concentração nula de produto auxiliar e a concentração de 1 g/L de produto F2. Sendo assim, estes filtros podem ser postos de parte visto não terem resultados que possam distinguir as diferentes concentrações de produtos auxiliares, tanto para este procedimento, como para o anterior.

4.1.11 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro iguais A

Para esta tentativa de melhorar o método de análise do poder dispersante de corantes reativos, foi testado novamente o procedimento apresentado em 3.1 com a utilização de 2 papéis de filtro do tipo A para a filtração a vácuo, com a diferença da utilização do corante a frio.

Os resultados obtidos para a concentração nula de produto auxiliar F1 e para as diferentes concentrações desse produto auxiliar são apresentadas na figura 4.23.

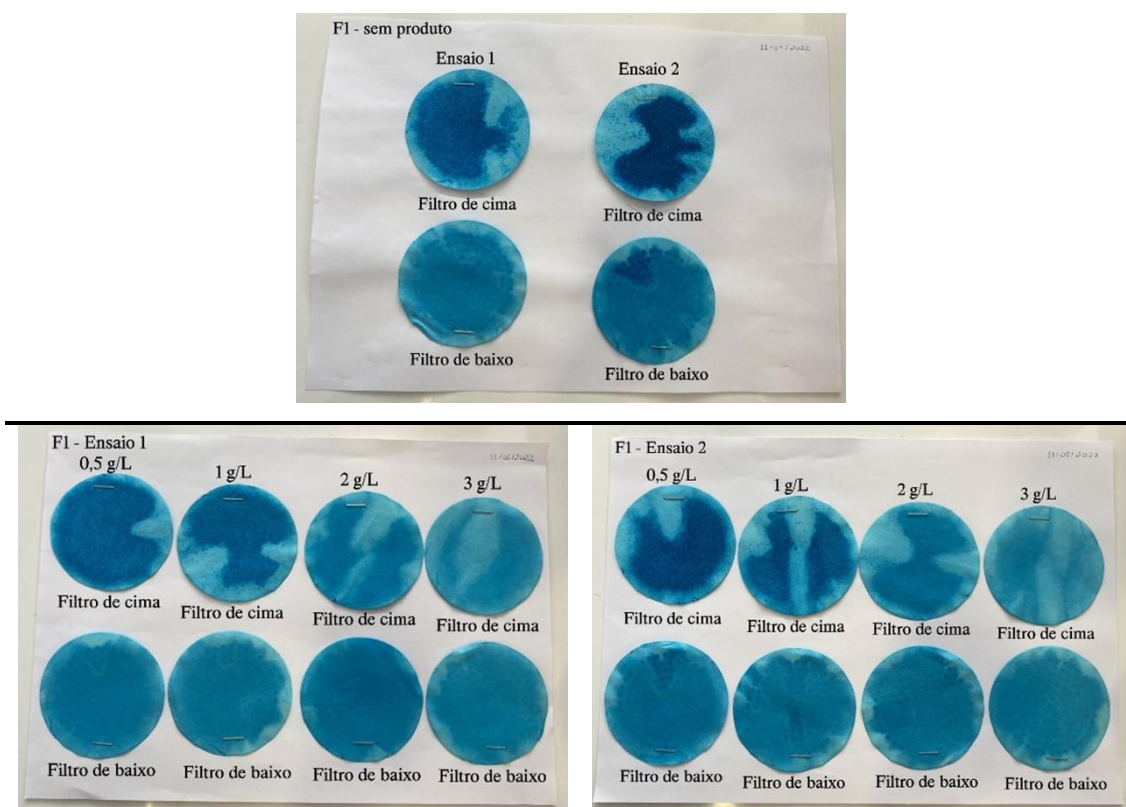


Figura 4.23 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

As imagens anteriores, revelam resultados bastante semelhantes para todas as concentrações entre os dois ensaios, apesar de a dispersão não ser exatamente a mesma, a intensidade de corante é idêntica sendo talvez o método ideal a utilizar. Para verificar a sua veracidade, foi realizado o mesmo método para o produto auxiliar F2, estando os resultados apresentados na figura 4.24.

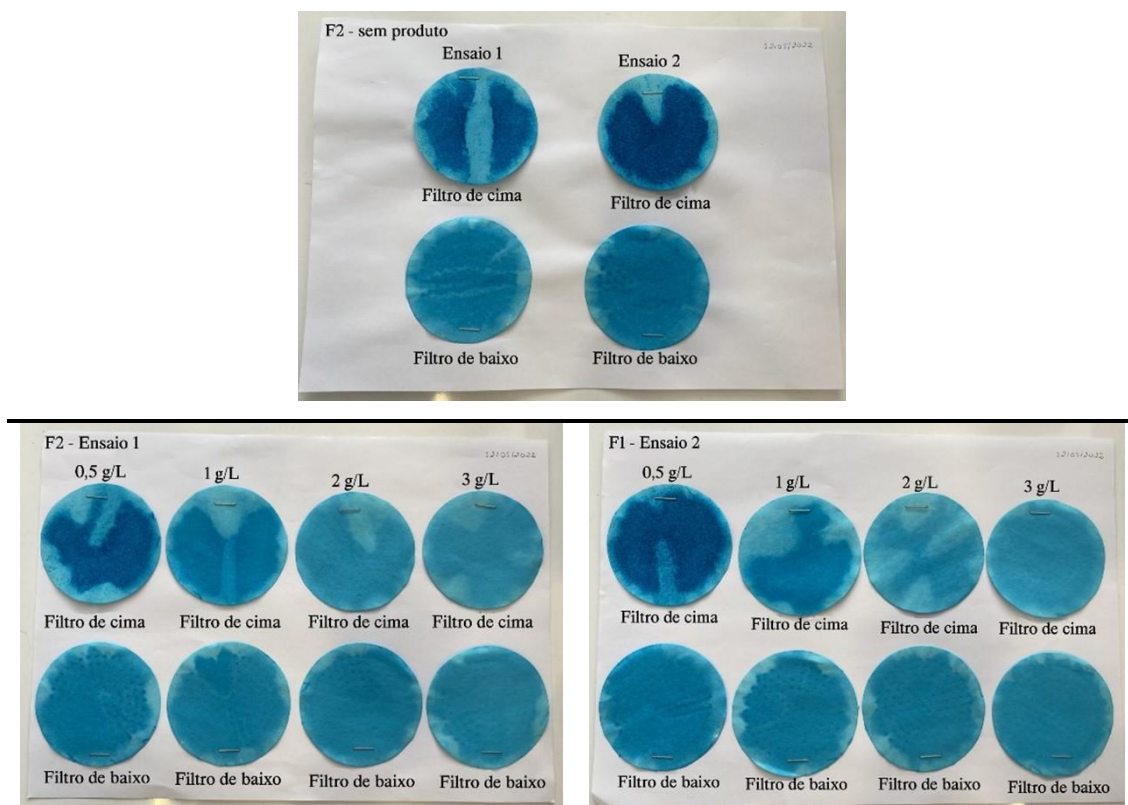


Figura 4.24 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

Tal como para o produto auxiliar F1, os resultados obtidos para o produto auxiliar F2 foram bastante idênticos entre os dois ensaios para todas as concentrações. Este procedimento foi considerado o melhor até ao momento, por isso deve verificar-se a sua aplicabilidade perante novos produtos auxiliares.

4.1.12 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro diferentes do tipo C

Para este método, foi utilizado o procedimento apresentado em 3.1 e mais uma vez o corante foi utilizado a frio, mas foram utilizados papéis de filtro diferentes designados por C. Um dos papéis de filtro é utilizado em cima (no funil) e outro é utilizado em baixo. Para o produto auxiliar F1, foram obtidos os resultados mostrados na figura 4.25.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

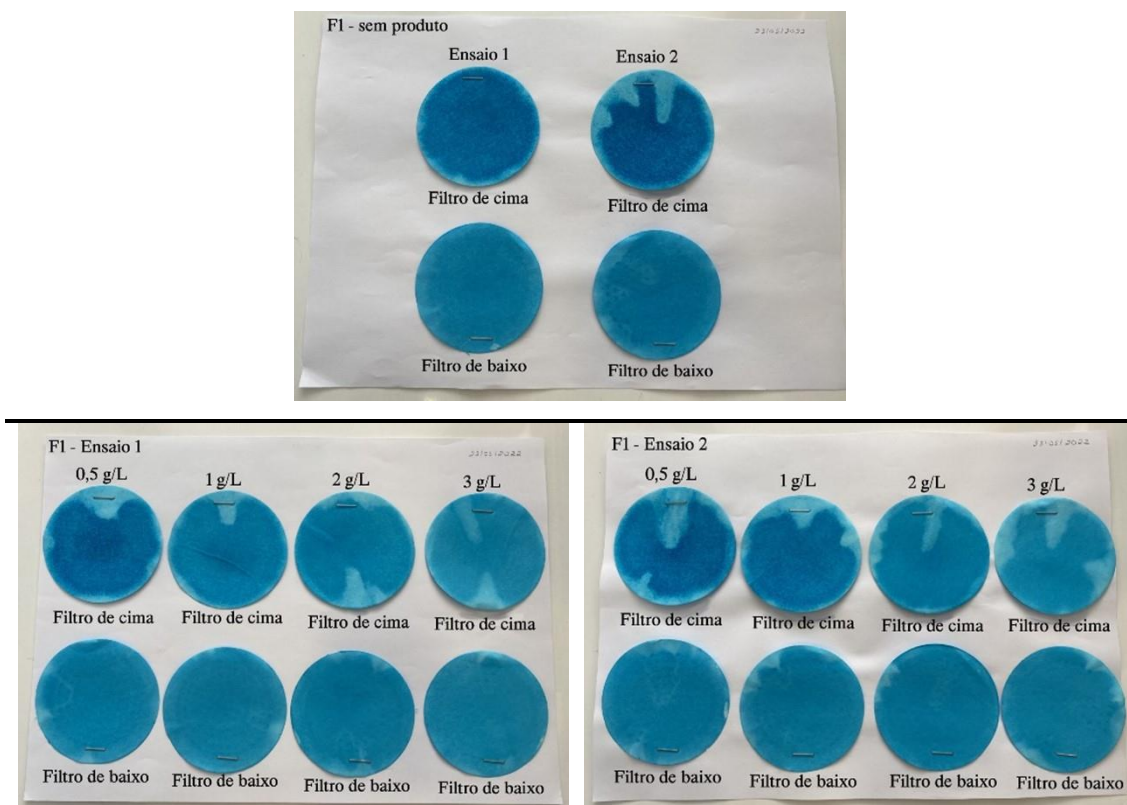


Figura 4.25 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F1_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

Tal como na utilização de dois papéis de filtro iguais da A, estes papéis de filtro revelam resultados bastante idênticos entre os dois ensaios para todas as concentrações, apesar da dispersão de corante nos papéis de filtro não ser a mesma. O principal motivo da dispersão não ser a mesma, é devido ao enrugamento do papel de filtro aquando do processo de filtração.

Para o produto auxiliar F2, obtiveram-se os resultados mostrados na figura 4.26.

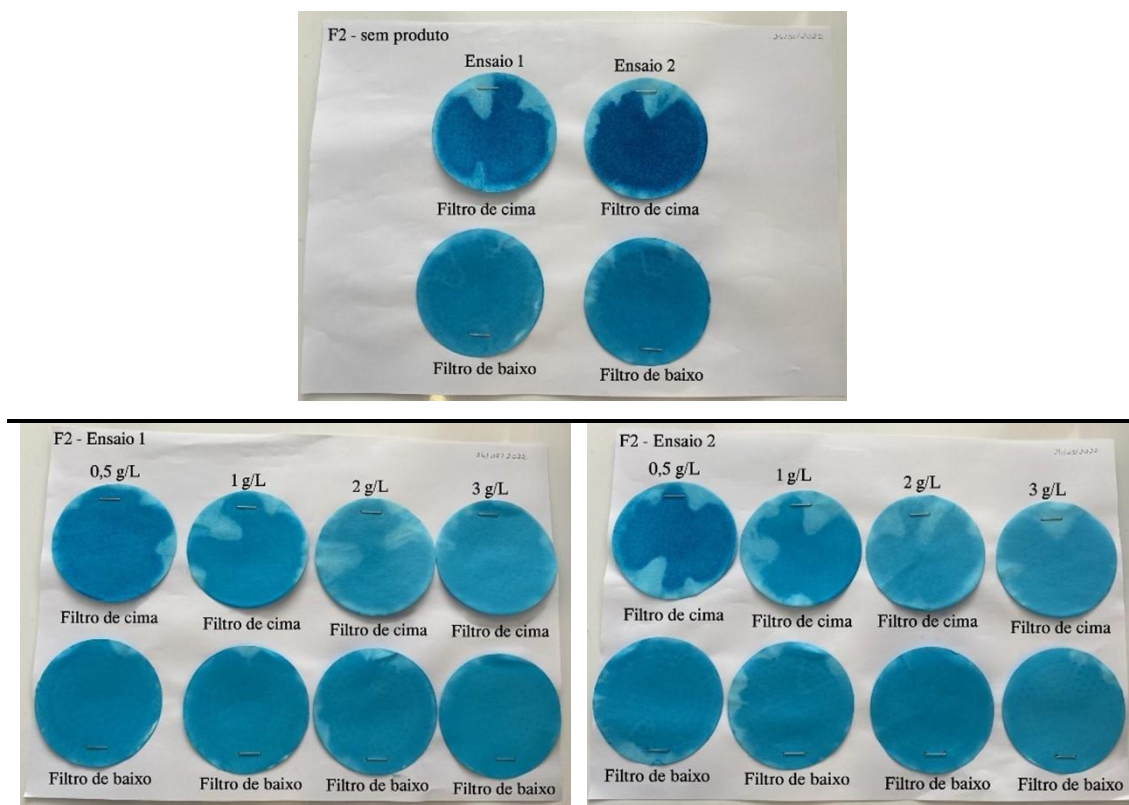


Figura 4.26 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto F2_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

Novamente, os resultados obtidos para este produto auxiliar foram bastante similares entre os dois ensaios, apesar de, mais uma vez, a dispersão de corante nos papéis de filtro não ser a mesma ao comparar os dois ensaios realizados. Assim, devido aos seus bons resultados deve ser também um dos métodos a ser testado com diferentes produtos auxiliares.

4.1.13 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C

Nesta tentativa, utilizou-se o procedimento apresentado em 3.1 em que a filtração a vácuo foi realizada com apenas um papel de filtro (filtro C) e a dissolução de corante foi novamente a frio. Para o produto auxiliar F1, os resultados obtidos encontram-se na figura 4.27.

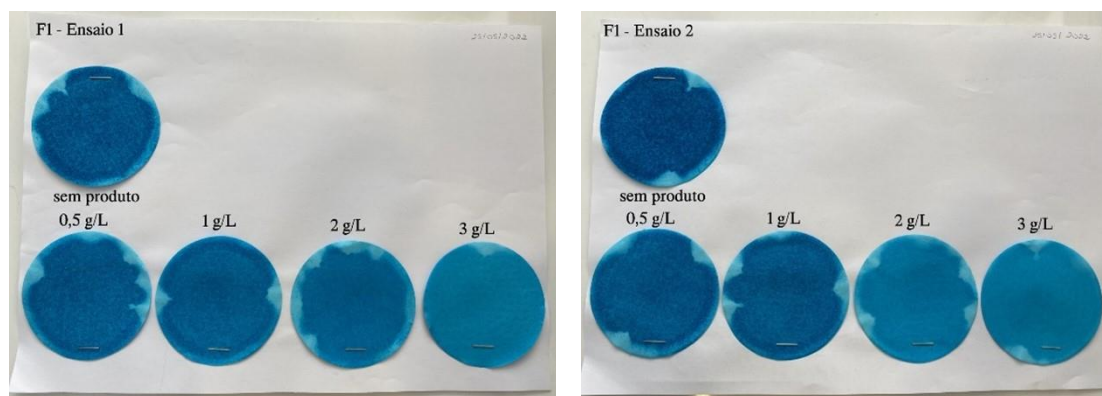


Figura 4.27 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente e papel de filtro PSK 005

Os resultados obtidos entre os dois ensaios para este produto auxiliar, foram bastante semelhantes havendo uma dispersão quase igual para todas as concentrações. Foi então realizado da mesma forma para o produto auxiliar F2 para verificar se, para as diferentes concentrações, a dispersão também se mantém idêntica. Os resultados obtidos são apresentados na figura 4.28.

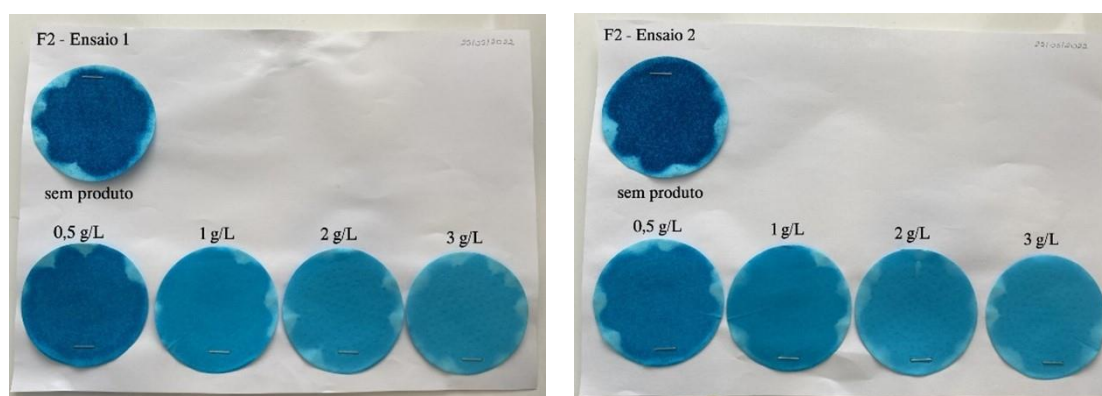


Figura 4.28 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C

Verifica-se que a dispersão do corante F2, também é idêntica para as diferentes concentrações, portanto este método é considerado um dos melhores métodos a utilizar para a avaliação do poder dispersante de corantes reativos.

4.1.14 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro diferentes do tipo C para o procedimento novo

Visto que, ainda não tinham sido utilizados os filtros do tipo C para o procedimento novo apresentado em 4.1.6, foi realizada esta experiência. Para o produto auxiliar F1, os resultados obtidos são apresentados na figura 4.29.

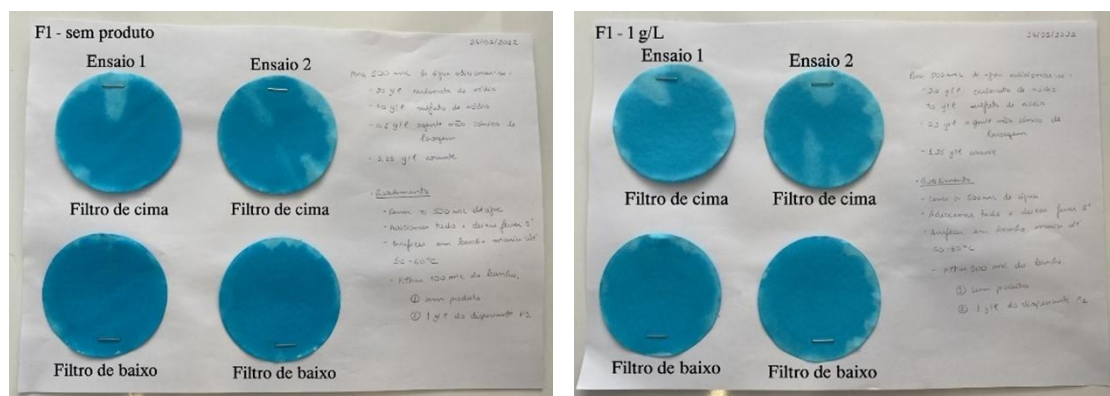


Figura 4.29 – Ensaio de concentração 1 g/L e concentração nula do produto F1_procedimento novo com papéis de filtro C

Analisando os resultados da figura 4.29, é de salientar que não se nota a diferença entre os papéis de filtro sem produto auxiliar e os papéis de filtro com 1 g/L de produto auxiliar. Após utilização dos diferentes tipos de filtros para este procedimento e a obtenção de resultados sempre idênticos, concluiu-se que não é aconselhável a realização deste método pois não permite retirar conclusões de qual o melhor produto auxiliar a utilizar.

4.1.15 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e água da torneira utilizando papéis de filtro do tipo A

Para o método de ferro, que é explicado nos capítulos seguintes (capítulo 4.5.2), verificou-se uma diferença de tonalidade ao adicionar água da torneira ao ferro (III) e água desionizada. Assim sendo, foi posta a opção de, talvez com a utilização de água da torneira ao invés de água desionizada no procedimento de determinação do poder dispersante de corantes reativos, também houvesse uma diferença nos resultados obtidos. Tendo isto em conta, foi realizado o procedimento apresentado em 3.1 com a diferença de que, na preparação de todas as soluções, se tenha utilizado água da torneira.

Os resultados obtidos para o produto auxiliar F1, estão apresentados na figura 4.30.

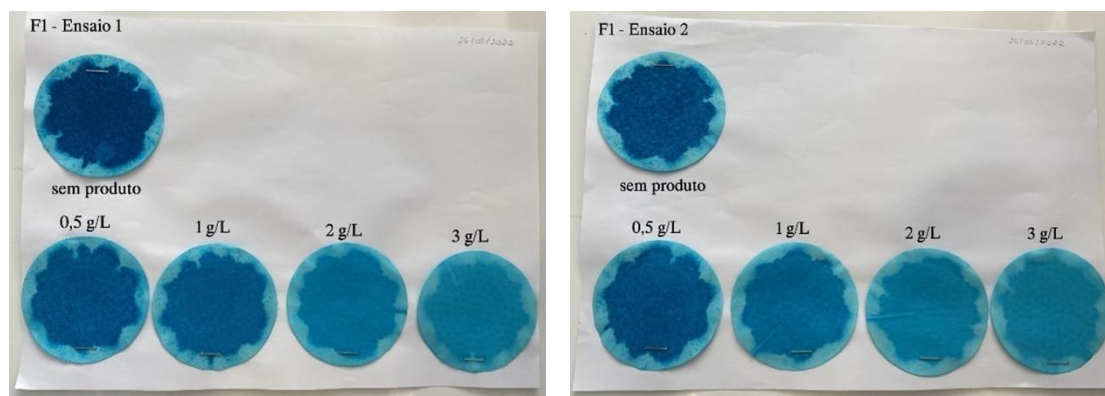


Figura 4.30 - Ensaio 1 e 2 do produto F1_corante à temperatura ambiente e água da torneira com papéis de filtro A

Ao observar-se os resultados obtidos para o produto auxiliar F1, verifica-se que a dispersão de corante é praticamente a mesma para todas as concentrações, por esse motivo, talvez a utilização de água da torneira ou água desionizada não influencie este método.

Para se verificar se realmente não têm influência foi realizado este método para o produto auxiliar F2, sendo os resultados apresentados na figura 4.31.

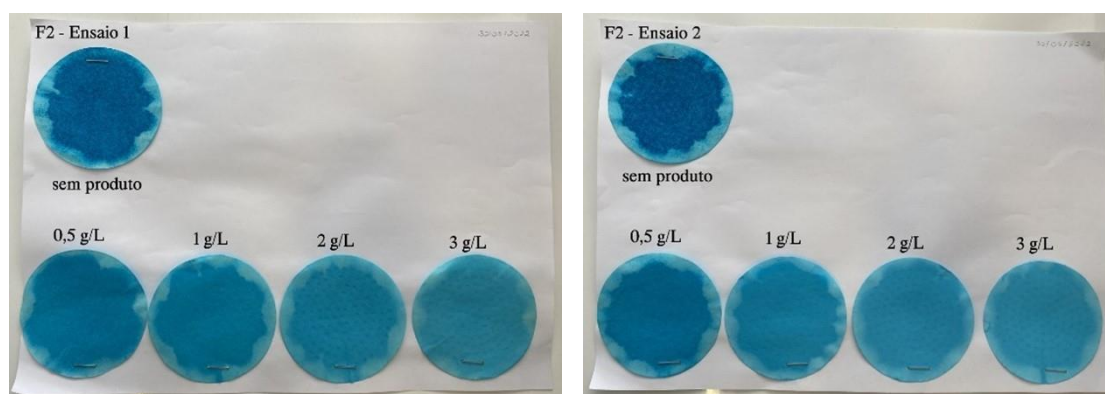


Figura 4.31 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e água da torneira com papéis de filtro A

Para o produto auxiliar F2, os resultados obtidos também foram similares para os dois ensaios e para todas as concentrações, concluindo-se assim que a utilização de água da torneira ou água desionizada não influencia os resultados deste método.

4.1.16 Influência da utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C

Para estes ensaios, foi utilizado apenas o papel de filtro do tipo C, mais uma vez com o corante a frio e utilizando o procedimento apresentado em 3.1. Os resultados obtidos para o produto auxiliar F2 são apresentados na figura 4.32.

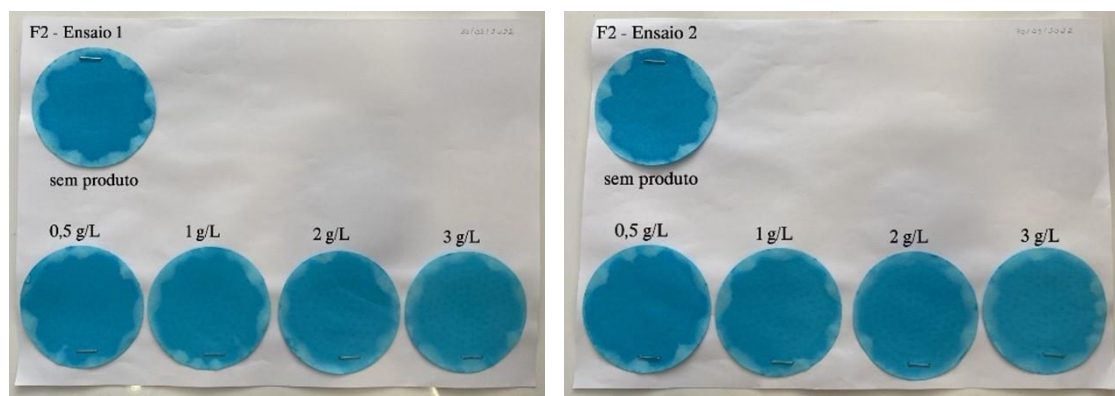


Figura 4.32 - Ensaio 1 e 2 do produto F2_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C

Por análise da figura, verifica-se que para as diferentes concentrações os resultados são praticamente iguais, logo, a utilização de apenas este filtro para a filtração a vácuo não deve ser um método a adotar.

4.1.17 Seleção do método experimental para o poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes reativos

Após todos ensaios realizados, concluiu-se que os melhores métodos a adotar para realizar o poder dispersante dos corantes reativos seriam: a utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro do tipo A, a utilização de corante à temperatura ambiente e papéis de filtro do tipo C ou então a utilização de corante à temperatura ambiente e apenas um papel de filtro do tipo C.

Para tal, de modo a comprovar qual o melhor método a adotar, foram efetuados para diferentes produtos auxiliares, sendo estes: o produto A, produto B, produto C e produto D. Nos subcapítulos seguintes são apresentados os resultados obtidos.

4.1.17.1 Utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro da A

Tal como explicado anteriormente para este método, todo o procedimento se mantém, na exceção da utilização do corante à temperatura ambiente bem como, aquando da filtração a vácuo a utilização de papéis de filtro do tipo A. Para o produto A, os resultados obtidos estão na figura 4.33.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

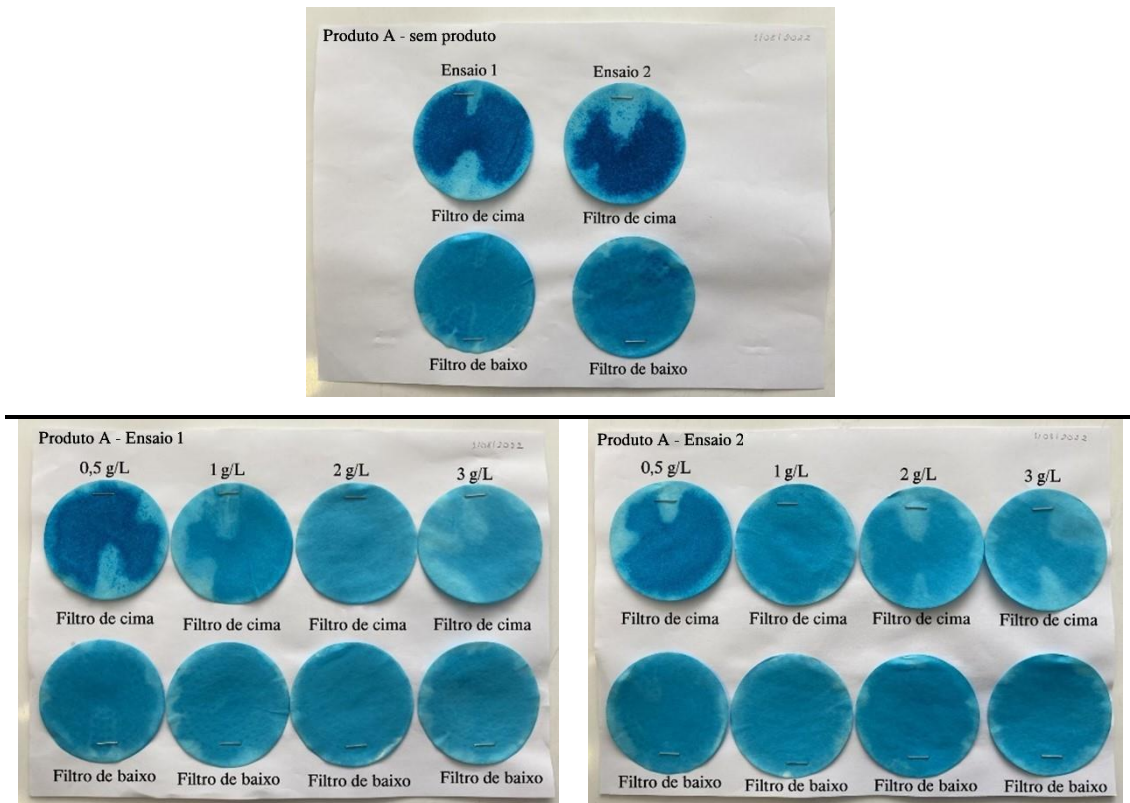


Figura 4.33 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto A_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

Foi realizado para os restantes produtos auxiliares este procedimento e os resultados obtidos são os representados da figura 4.34 até à figura 4.36.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

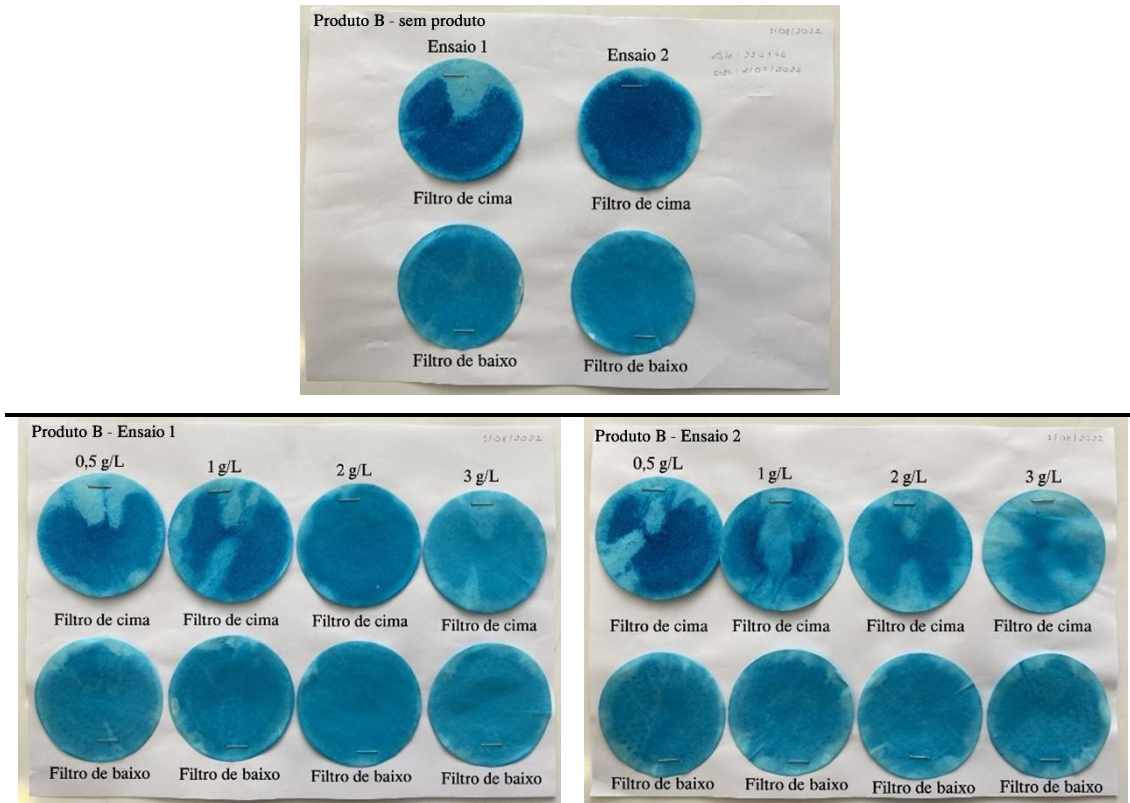


Figura 4.34 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto B_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

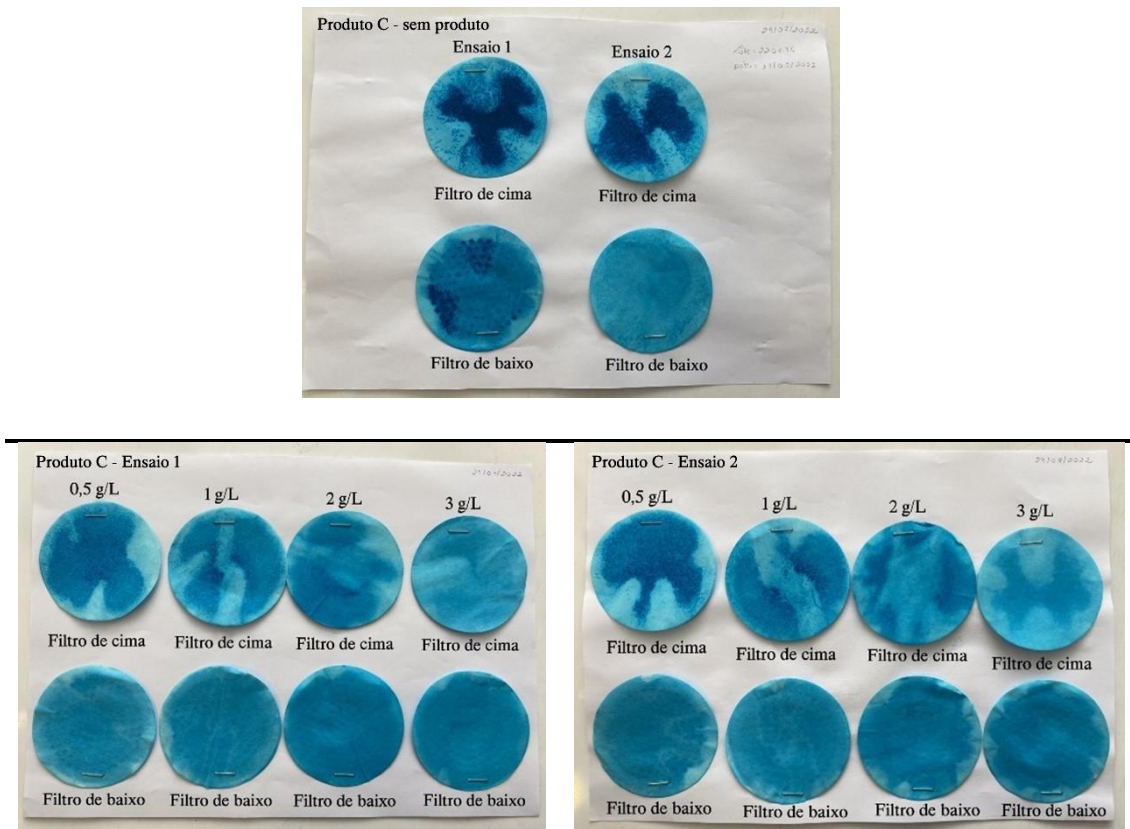


Figura 4.35 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto C_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

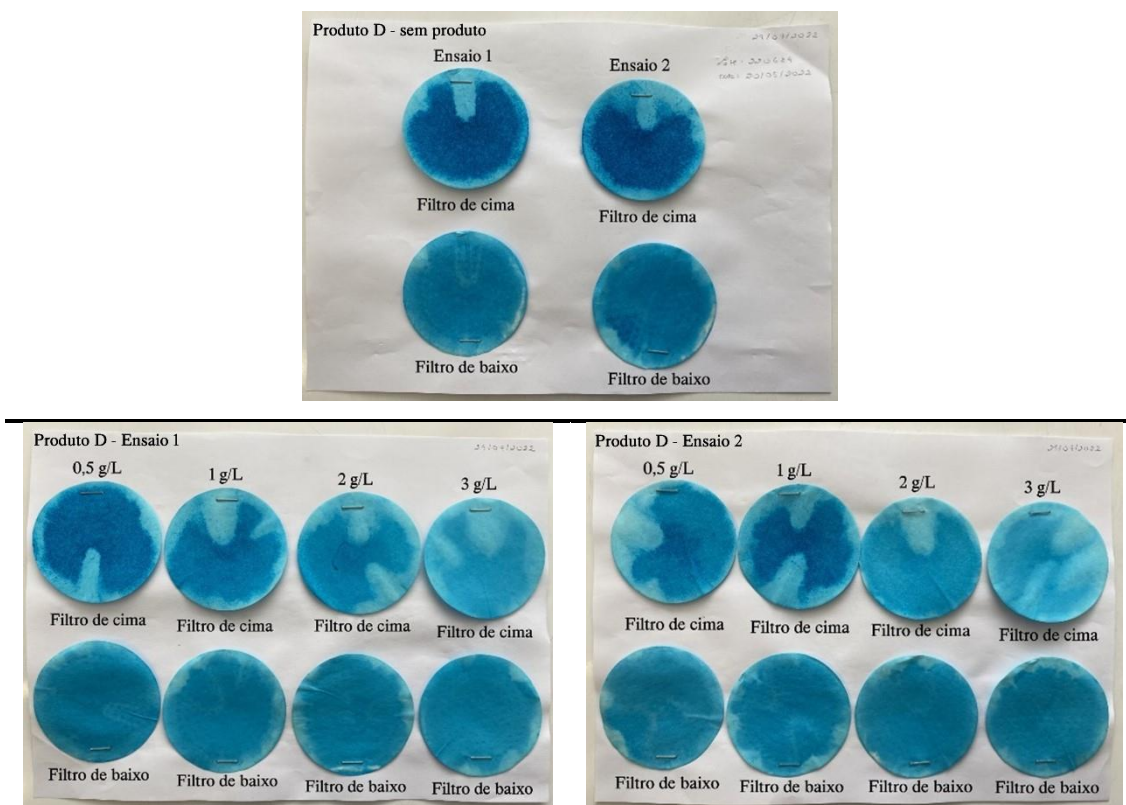


Figura 4.36 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto D_corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A

Os resultados obtidos utilizando este método não foram os melhores, visto que, os papéis de filtro, especialmente os de baixo são bastante idênticos entre si, não permitindo uma distinção clara de cada um dos produtos auxiliares.

4.1.17.2 Utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro diferentes do tipo C

Neste subcapítulo, o procedimento é mantido, alterando-se apenas o facto de que aquando da filtração, os papéis de filtro colocados no funil são os papéis de filtro do tipo C. Da figura 4.37 à figura 4.40 estão ilustrados os resultados obtidos para os produtos auxiliares em estudo.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

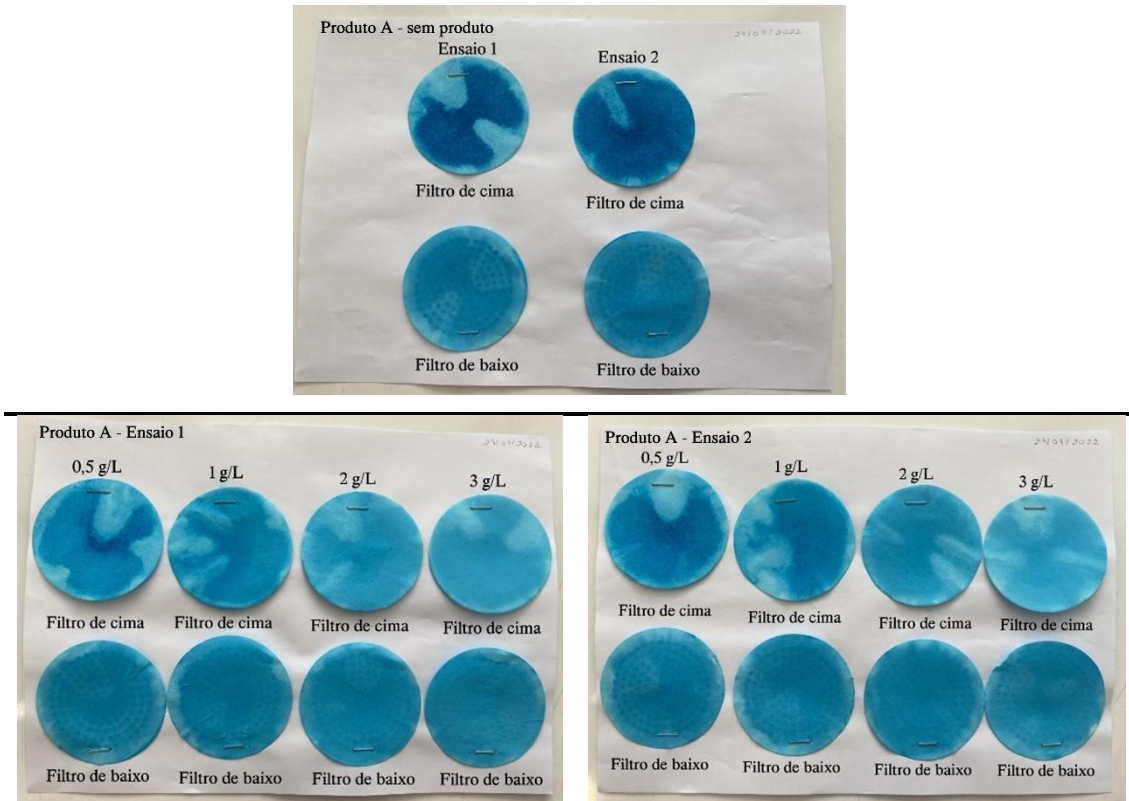


Figura 4.37 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto A_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

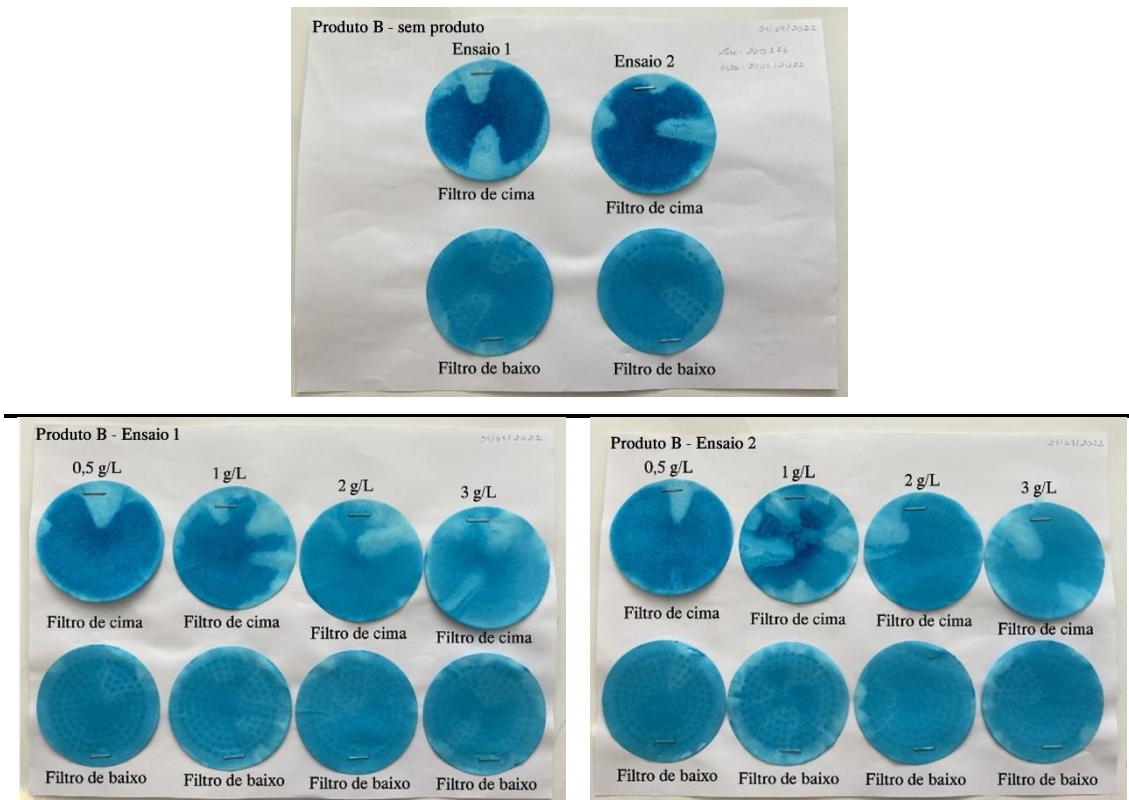


Figura 4.38 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto B_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

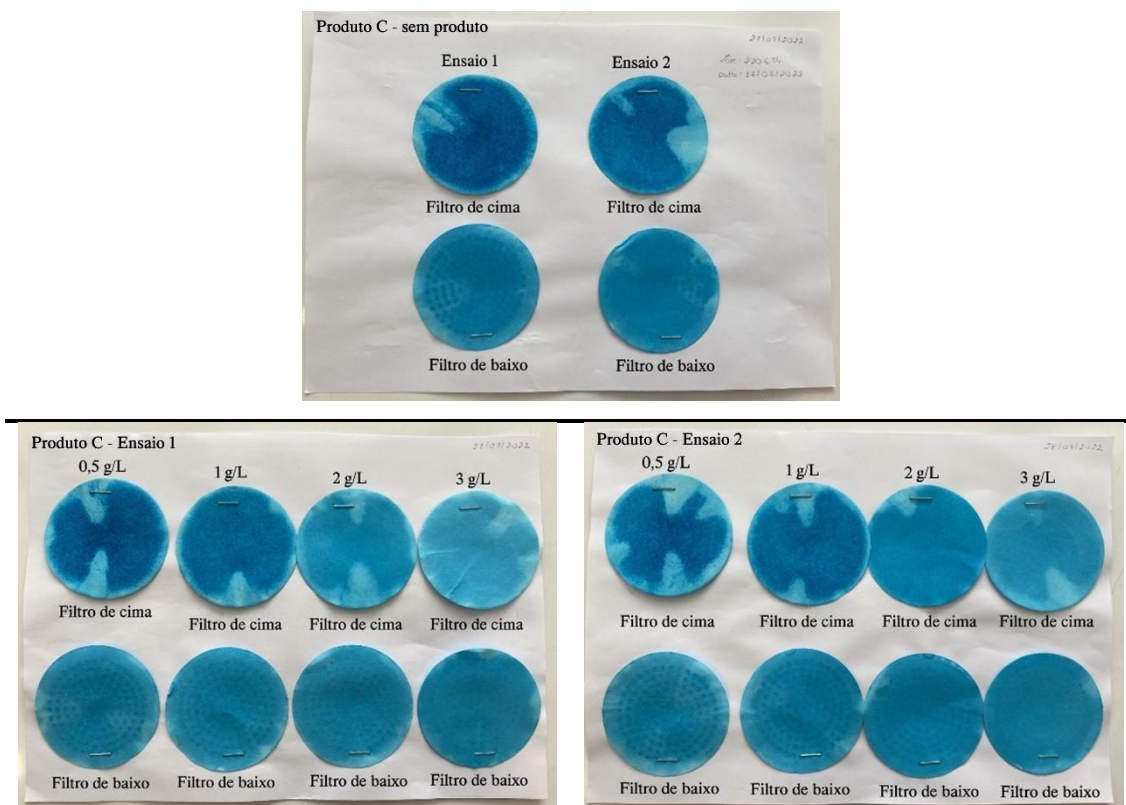


Figura 4.39 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto C_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

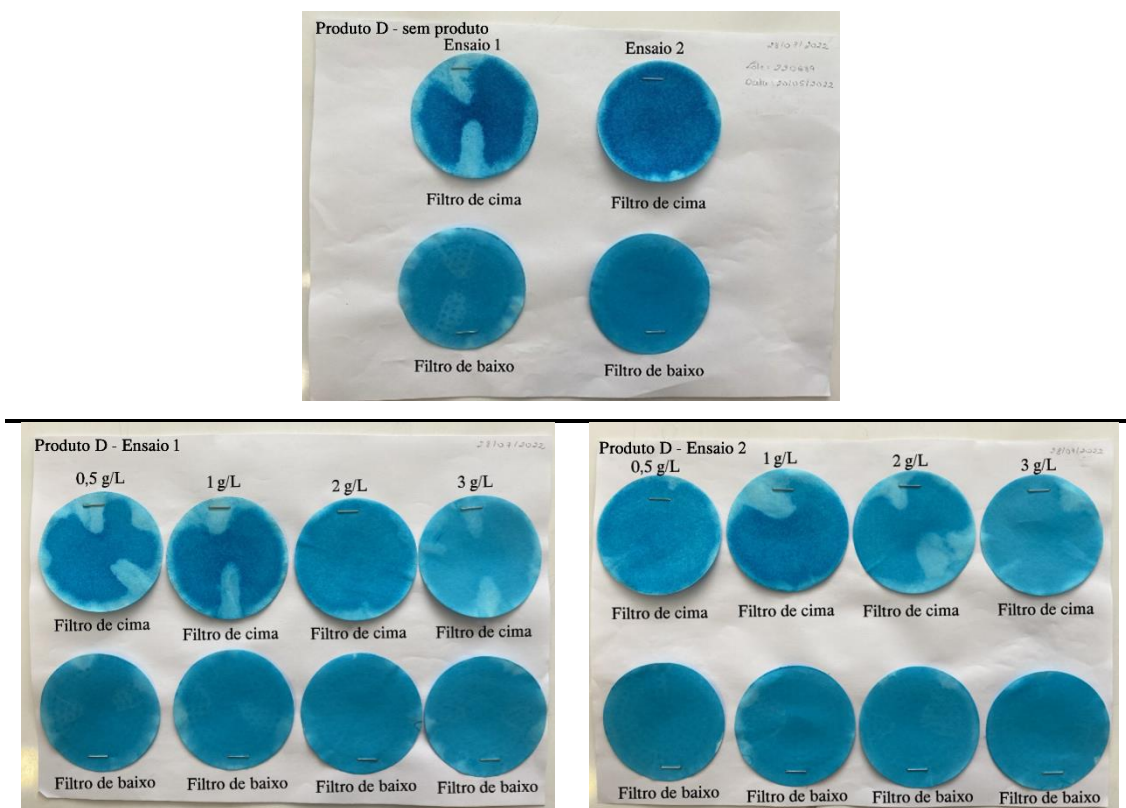


Figura 4.40 - Ensaio 1 e 2 e concentração nula do produto D_corante à temperatura ambiente e papéis de filtro C

Mais uma vez, para este método que envolve igualmente a utilização de dois papéis de filtro, os resultados obtidos não permitem uma fácil distinção entre cada um dos produtos auxiliares testados.

4.1.17.3 Utilização de corante à temperatura ambiente e papel de filtro do tipo C

Por último foi realizado este procedimento em que apenas se utiliza o papel de filtro C e os resultados obtidos para os produtos auxiliares foram os representados nas figuras 4.41 à figura 4.44.

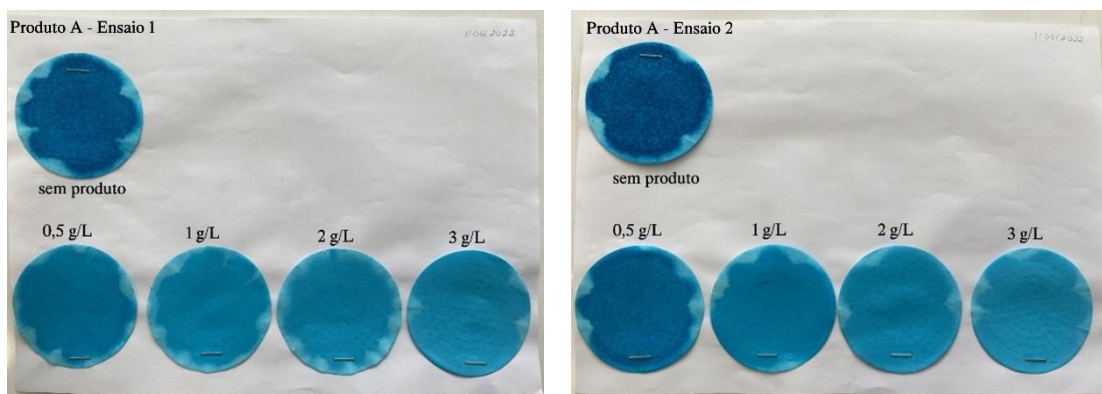


Figura 4.41 - Ensaio 1 e 2 do produto A_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C

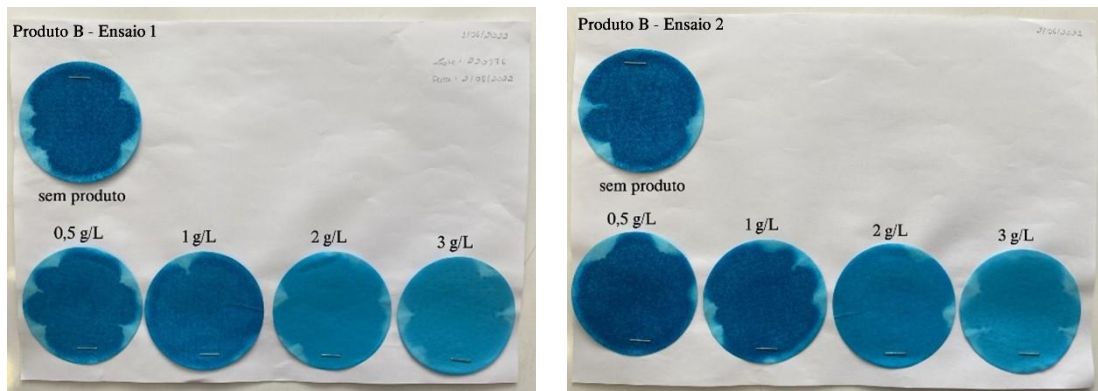


Figura 4.42 - Ensaio 1 e 2 do produto B_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C



Figura 4.43 - Ensaio 1 e 2 do produto C_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C



Figura 4.44 - Ensaio 1 e 2 do produto D_corante à temperatura ambiente e papel de filtro C

Após efetuados todos os ensaios reproduzindo as opções de melhoria do procedimento do poder dispersante de corantes reativos, verificou-se que nos procedimentos que envolviam a utilização de dois papéis de filtro, o filtro de baixo é praticamente igual para todos os produtos auxiliares logo, os métodos que envolvem a utilização de dois papéis de filtro são postos de parte. O procedimento escolhido é o que utiliza corante à temperatura ambiente e papel de filtro C por ser o melhor procedimento devido à melhor dispersão de corante, que leva a resultados consequentemente melhores e mais conformes. Por análise das figuras 4.41, 4.42, 4.43 e 4.44, conclui-se que o produto A é o melhor produto auxiliar, seguido do produto C, do produto D e por fim do produto B. Este procedimento encontra-se descrito nos **Anexo A** e passa a ser utilizado na empresa.

4.2 Poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes dispersos

Tal como foi dito no subcapítulo anterior para os corantes reativos, o poder dispersante é a capacidade de um produto dispersar o corante pela fibra. Para os corantes dispersos, o objetivo é o mesmo, ou seja, conseguir que os resultados obtidos para o mesmo produto auxiliar, nas mesmas condições, sejam idênticos.

Nos subcapítulos seguintes, são identificadas as tentativas realizadas para melhor definição deste método.

4.2.1 Filtração a vácuo com 2 papéis de filtro iguais do tipo A

Foi seguido o procedimento que está descrito no subcapítulo 3.2. Neste caso, utilizaram-se 2 papéis de filtro iguais A. Para o produto E, foram obtidos os resultados apresentados na figura 4.45.

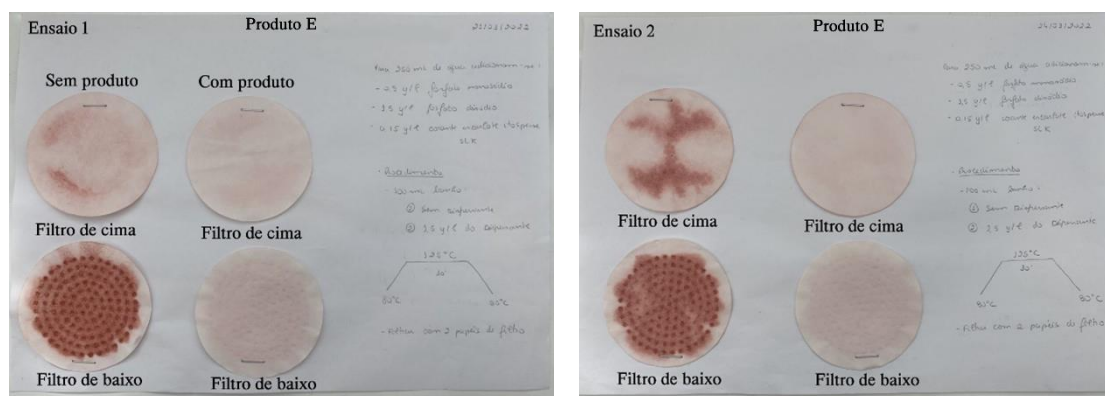


Figura 4.45 - Ensaio 1 e 2 do produto E

Verifica-se que os resultados obtidos para o poder dispersante deste produto foram relativamente idênticos entre si. De maneira a realizar uma melhor análise de que o poder dispersante foi bem realizado, estes ensaios foram comparados com os ensaios realizados por outro indivíduo e são apresentados na figura 4.46.

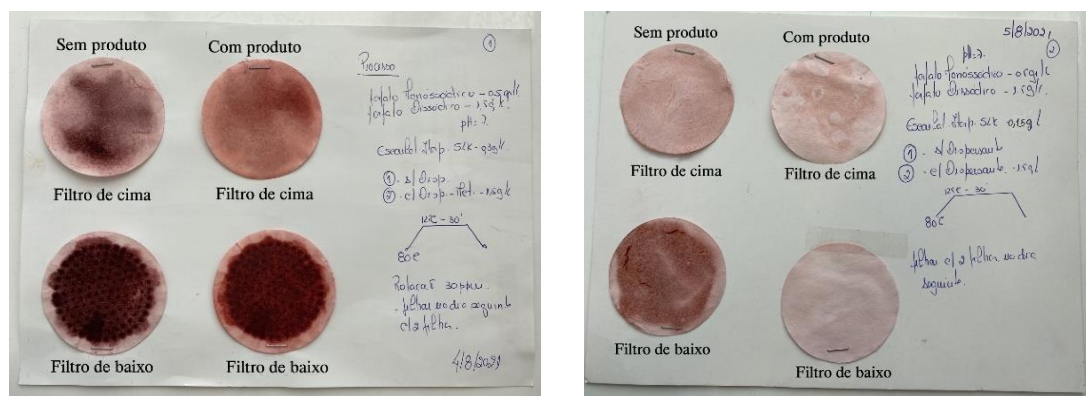


Figura 4.46 - Ensaio 1 e 2 do produto E_outro indivíduo

Estes ensaios, para além de não estarem idênticos entre si, também não estão idênticos aos realizados anteriormente. Assim sendo, este método não permite repetibilidade.

4.2.2 Influência da utilização de pH ácido

Um dos fatores que foi considerado que poderia afetar os resultados seria a não existência de correção do pH para um valor ácido. Posto isto, previamente a realizar-se a filtração, foi acertado o pH da solução com ácido acético para um valor próximo de 4. O resultado obtido para esta situação para o produto E está apresentado na figura 4.47. Para este ensaio foram utilizados 2 papéis de filtro iguais A.

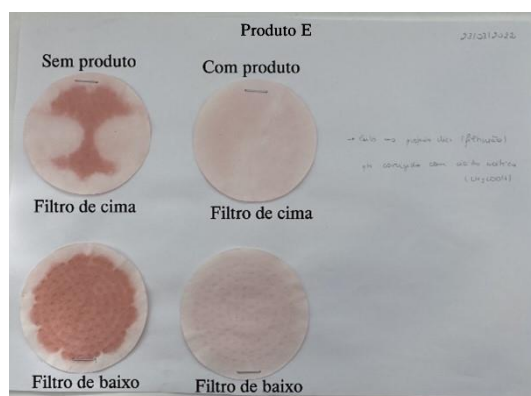


Figura 4.47 - Ensaio 1 do produto E_valor de pH com ácido acético

Analisando a figura, considerando os resultados do lado esquerdo os resultados de sem produto e os do lado direito os resultados em que foi adicionado o produto E, comprova-se que a correção do pH afeta a coloração do corante, tornando-se menos perceptível a visualização da dispersão do mesmo pelo que, esta opção deverá ser considerada inválida.

4.2.3 Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo B

Com esta hipótese, pretende-se tal como para o poder dispersante de reativos, avaliar o impacto da utilização de diferentes filtros. Neste caso específico, um dos papéis de filtro é colocado por cima e outro por baixo no funil, mantendo iguais todas as concentrações dos reagentes a utilizar. Para isso, foi utilizado o produto E e o produto F e obtiveram-se os resultados apresentados na figura 4.48.

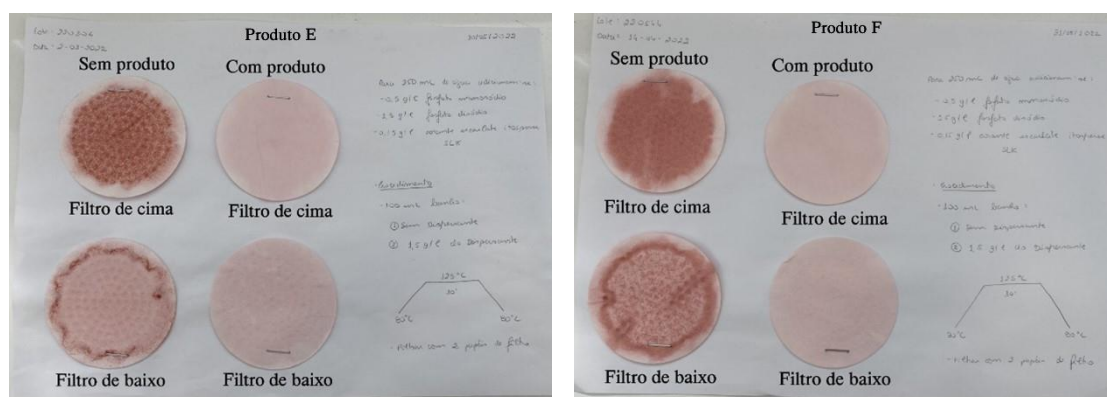


Figura 4.48 - Ensaio do produto E (à esquerda) e do produto F (à direita)_papéis de filtro B

Observando a figura, verifica-se que no filtro de cima ocorre a dispersão de corante e no filtro de baixo, apenas se verifica uma sujidade, provocada pela dispersão do corante. Este resultado é diferente quando se compara com os que se obtém com os papéis de filtro A. Os resultados dos produtos E e F da figura 4.48, são bastante similares entre si, dificultando a escolha de qual será o melhor produto auxiliar. No entanto, a utilização destes dois papéis de filtro poderá ser uma das alternativas para a realização deste teste e, por isso, devem ser testados em outras situações.

4.2.4 Influência da utilização de 2 papéis de filtro diferentes do tipo C

Para esta hipótese, as condições são similares às do subcapítulo anterior, alterando apenas os papéis de filtro utilizados, sendo neste caso os papéis de filtro C, considerando que, depois de colocados, é realizada a filtração. Mais uma vez, foi utilizado o produto E e o resultado obtido é apresentado na figura 4.49.

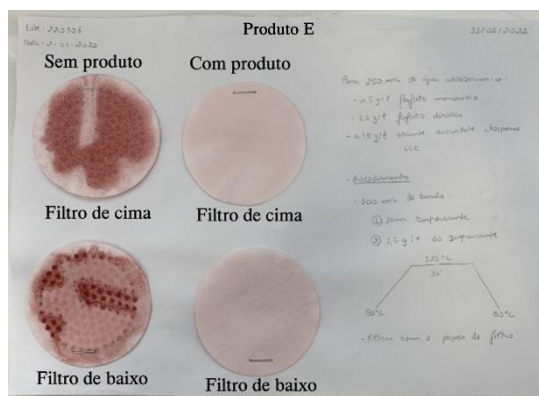


Figura 4.49 - Ensaio do produto E_papéis de filtro C

Analisando a figura, verifica-se que ao serem utilizados estes papéis de filtro, para o ensaio sem produto é perceptível a dispersão de corante no filtro de cima e no filtro de baixo, a sujidade causada pela filtração. Neste caso, a dispersão para o ensaio sem produto não é tão uniforme quando comparada com a dispersão dos papéis de filtro B. Desta forma, a utilização destes papéis de filtro é colocada de parte.

4.2.5 Influência da redução para metade da quantidade de produto dispersante a utilizar

Um dos fatores que pode interferir com os resultados obtidos é a quantidade de produto dispersante adicionado no tubo de tingimento antes deste ser colocado na máquina de tingimento. Posto isto, a quantidade de produto dispersante que, de acordo com o procedimento inicial seria de 1,5 g/L, neste caso vai ser testada a utilização de 0,75 g/L. O que se obteve para o produto E, com os papéis de filtro B, é apresentado na figura 4.50.

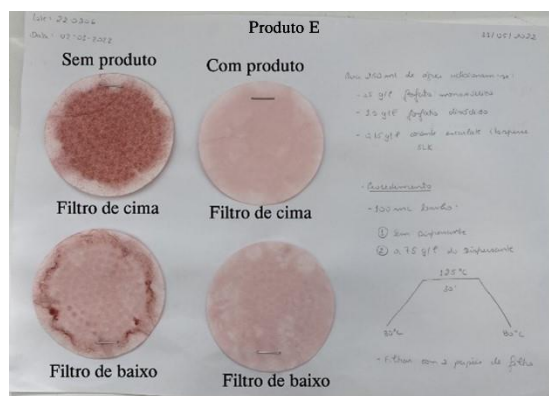


Figura 4.50 - Ensaio do produto E_redução para metade da quantidade de produto dispersante

Em conclusão da análise da figura 4.50, a utilização de metade da concentração de produto dispersante, traduz-se numa dispersão menos boa do corante, o que parece dar a entender que o produto não é tão bom dispersante quando comparado com os resultados

dos subcapítulos anteriores. Porém, para produtos auxiliares diferentes pode tornar-se mais fácil a distinção de qual será o melhor e o pior dispersante.

4.2.6 Influência da utilização de 1 g/L de corante escarlata itosperse SLK

O fator que é avaliado e que permite saber qual o melhor produto a utilizar no poder dispersante é a dispersão de corante. Dessa forma, foi realizado este teste alterando a quantidade de corante de 0,15 g/L para 1 g/L, para se perceber se, com uma maior quantidade de corante, se consegue identificar qual o melhor produto auxiliar. Na figura 4.51, são visíveis os resultados obtidos para esta hipótese para o produto auxiliar E e com os papéis de filtro B. Estes são os papéis de filtro que serão utilizados para todos os testes que se seguem, pois são considerados os melhores filtros para a análise da dispersão de corante.

É de notar que, quando se pipeta a quantidade de produto dispersante adicionar, esta quantidade é bastante pequena, pelo que, se deveria preparar uma solução com razão (1:20) desse mesmo produto e pipetar dessa solução. Porém, através de ensaios representados no **Anexo B**, verificou-se que deve pipetar-se diretamente do produto puro, visto que, os resultados obtidos quando se pipeta da solução (1:20) são semelhantes aos que se obtêm quando não se adiciona nenhum produto auxiliar.

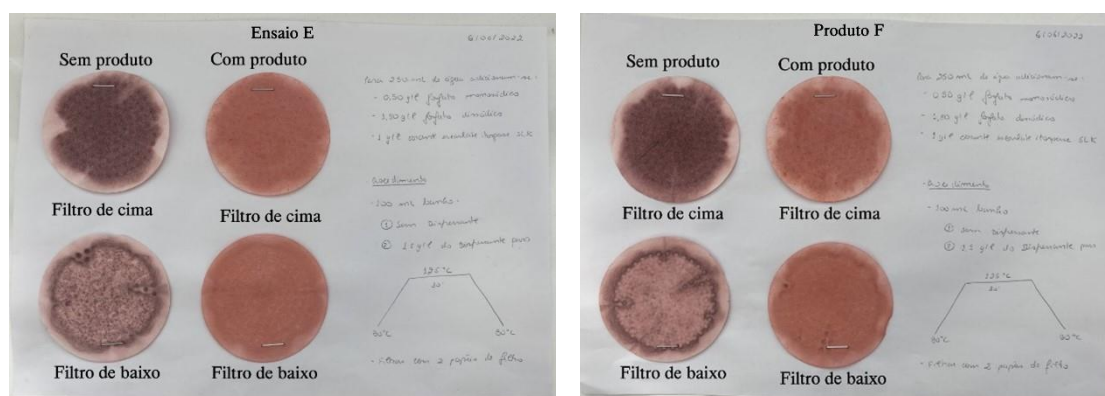


Figura 4.51 - Ensaio 1 e 2 do produto E_utilização de 1g/L de corante escarlata itosperse SLK

Analisando a figura 4.51, retira-se como conclusão de que a quantidade de corante não deve ser tão elevada, pois não evidencia obtenção de melhores resultados e por outro lado, gera um desperdício do mesmo. Por isso, a utilização de 1 g/L de corante escarlata não deve continuar a ser adotada para os testes seguintes no entanto, esta quantidade de corante foi ainda testada para o ensaio apresentado em 4.2.7.

4.2.7 Influência da utilização do dobro da quantidade dos fosfatos e de 1 g/L de corante escarlate itoperse SLK

Uma das hipóteses que deve também ser considerada é a utilização do dobro da quantidade de fosfatos. Foi mantida a quantidade de 1 g/L de corante para este ensaio e os resultados obtidos para o produto auxiliar E são os da figura 4.52.

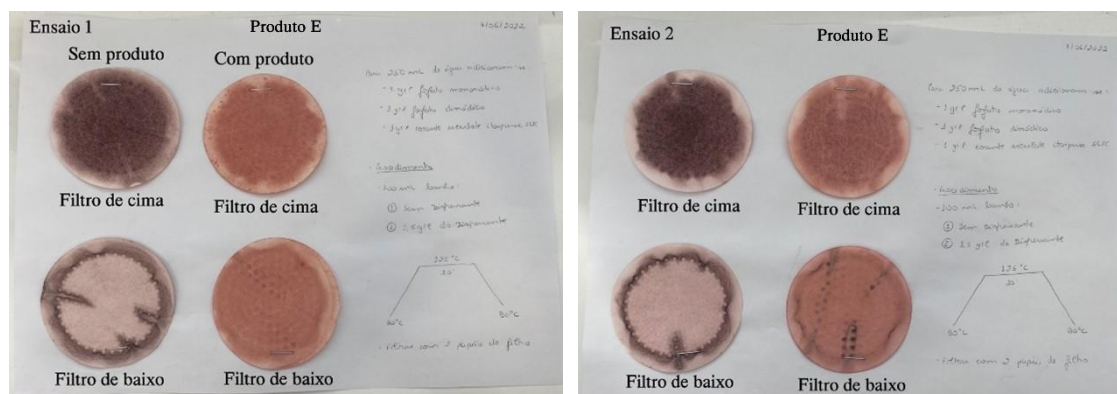


Figura 4.52 - Ensaio 1 e 2 do produto E_utilização do dobro da quantidade de fosfatos

Observando os resultados obtidos, comprova-se que os ensaio 1 e 2 não são coincidentes entre si, pelo que esta hipótese deve ser considerada inválida.

4.2.8 Influência da utilização de 0,5 g/L de corante escarlate itoperse SLK

Visto que, para um ensaio prévio, descrito no subcapítulo 4.2.6, se verificou que a utilização de 1 g/L de corante é considerada excessiva, foi testada a hipótese da utilização de 0,5 g/L deste mesmo corante. Assim sendo, esta possibilidade foi testada para o produto auxiliar E e para o produto auxiliar F (figura 4.53).

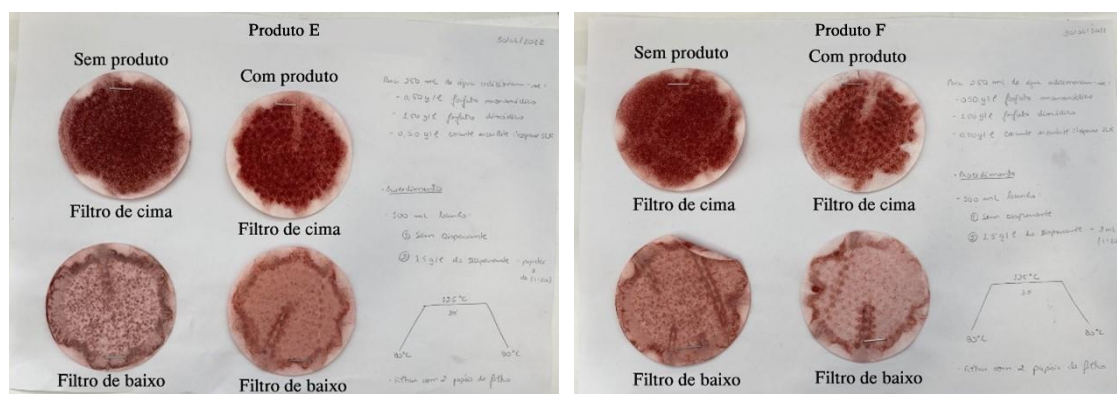


Figura 4.53 - Ensaio do produto E (à esquerda) e do produto F (à direita)_utilização de 0,5 g/L de corante escarlate itoperse SLK

Ao analisar as figuras, verifica-se que a utilização de 0,5 g/L de corante itoperse SLK será uma melhor opção do que a utilização de 1 g/L e mesmo do que 0,15 g/L. Conclui-se também que o melhor produto é o produto F quando comparado com o produto E, uma

vez que o produto F apresenta uma menor concentração de corante no papel de filtro, indicando que o corante foi melhor disperso. Portanto, deve ser considerada esta hipótese, uma vez que pode ser um possível método de avaliação do poder dispersante dos corantes dispersos, sendo necessária a realização deste teste para produtos auxiliares diferentes.

4.2.9 Influência do tempo entre filtrações

Algo que foi notado ao longo de todos estes ensaios, foi o facto de que, para o mesmo produto, ao realizar o segundo ensaio do mesmo era evidente uma diferença na dispersão de corante ao nível da sua coloração. Deste modo, foi testado para a concentração de 0,15 g/L e de 0,5 g/L de corante a influência do tempo entre filtrações. Na máquina de tingimento foram colocados tubos, todos sem produto auxiliar, a efetuar o processo característico dos dispersos (descrito em 3.2), apenas com o objetivo de verificar a diferença de tonalidade de corante entre cada ensaio. Na figura 4.54 está apresentado o resultado obtido para a concentração de 0,15 g/L de corante e na figura 4.55 está o resultado da concentração de 0,5 g/L.

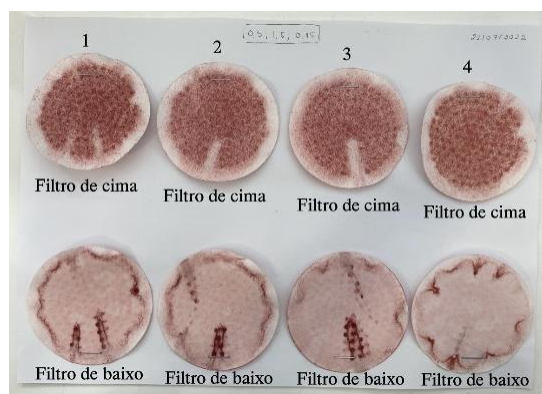


Figura 4.54 - Influência do tempo entre filtrações para 0,15 g/L de corante

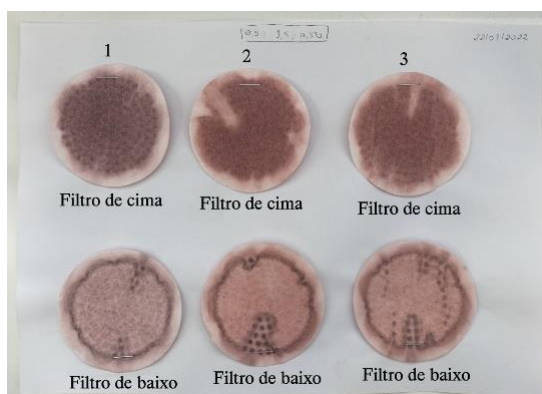


Figura 4.55 - Influência do tempo entre filtrações para 0,5 g/L de corante

De acordo com os resultados anteriores e considerando que os tubos foram sujeitos a filtração seguindo a ordem da esquerda para a direita, é de salientar que se nota uma ligeira diferença na tonalidade de corante. No entanto, esta diferença não é significativa, pelo que, é um fator que não é considerado relevante.

4.2.10 Procedimento diferente que envolve a utilização de corante *Cyanine*

Beweap

Este procedimento envolve a utilização do corante *Cyanine Beweap*. Para este procedimento é necessário colocar 500 mL de água da torneira num gobelé e aquecer na placa de aquecimento. De seguida, adiciona-se 1 g/L do produto dispersante a testar e deixa-se ferver. Quando estiver a ferver adiciona-se 0,30 g/L do corante e continua a ferver durante 5 minutos. Coloca-se a arrefecer 3 minutos em banho-maria e, por fim, filtra-se todo o banho, também com os papéis de filtro B.

Para avaliar a reprodutibilidade deste procedimento, foi efetuado para diferentes produtos auxiliares, sendo estes, o produto E e o produto G. Assim sendo, o resultado obtido está apresentado na figura 4.56.

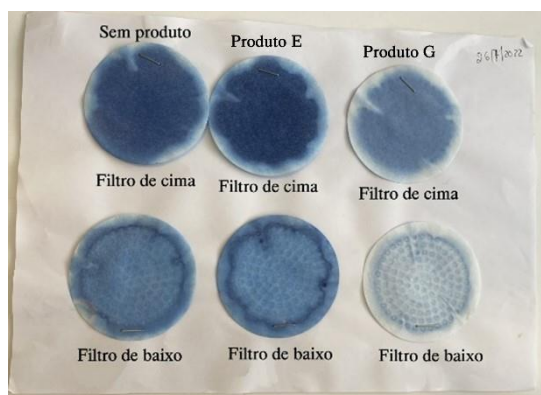


Figura 4.56 - Procedimento diferente com utilização de corante *Cyanine Beweap*

Observando o resultado anterior, percebe-se que se consegue distinguir os produtos auxiliares entre si, no entanto, o filtro de cima do produto E está mais concentrado do que o filtro sem produto e isto não é expectável. Porém, esta hipótese de método deve ser testada para mais produtos.

4.2.11 Seleção do método experimental para o poder dispersante de um produto auxiliar de tingimento de corantes dispersos

Para o procedimento de poder dispersante dos corantes dispersos, verificou-se que deve ser alvo de teste para produtos auxiliares diferentes, o procedimento que envolve aumento da concentração de corante itosperse SLK, tal como é descrito no subcapítulo 4.2.8, assim como, a utilização do corante Cyanine Beweap, descrito no subcapítulo 4.2.10. Deste modo, neste subcapítulo são apresentados os resultados obtidos para estas hipóteses.

4.2.11.1 Utilização de 0,2 g/L de corante escarlata itosperse SLK e de 2 g/L de produto dispersante

Durante a realização dos testes para melhoria deste procedimento, verificou-se que a utilização de uma quantidade exagerada de corante não era indicada devido à alta concentração dos resultados obtidos, e por isso, para estes ensaios foi utilizada a quantidade de 0,2 g/L de corante e ao invés de se utilizar 1,5 g/L de produto dispersante, foram utilizados 2 g/L. Para isto, foram utilizados os produtos auxiliares E, H e I utilizando água do armazém e o seu resultado está apresentado na figura 4.57. Foram também realizados ensaios com água da torneira para diferentes produtos auxiliares, no entanto, os resultados obtidos não foram satisfatórios e encontram-se descritos no **Anexo C**.



Figura 4.57 - Resultados obtidos para o poder dispersante de dispersos_0,2 g/L corante e 2 g/L dispersante

Analisando os resultados obtidos, verifica-se que o produto H é o produto auxiliar que é melhor dispersante, seguido do produto I e por fim do produto E. O resultado do produto E aproxima-se bastante do resultado em que não se adiciona nenhum produto dispersante, pelo que, tem um mau poder dispersante. Foi realizado este procedimento para mais um

produto auxiliar, sendo este o produto J, comparando o mesmo com o produto E, e o resultado obtido está representado na figura 4.58.



Figura 4.58 - Poder dispersante de dispersos_producto E e produto J

Observando o resultado obtido, verifica-se que o produto J possui um ótimo poder dispersante enquanto o produto E possui um mau poder dispersante, tal como já tinha sido verificado na figura 4.57. Com este procedimento, a distinção e escolha de qual o produto auxiliar que possui o melhor poder dispersante é possível, porém deve-se comparar este procedimento com o procedimento em que se utiliza corante *Cyanine Beweap*.

4.2.11.2 Utilização de corante *Cyanine Beweap*

Com o objetivo de verificar qual o procedimento melhor a utilizar, foi realizado o procedimento em que se utiliza o corante *Cyanine Beweap* que está descrito no capítulo 4.2.10. Para tal, foram utilizados os produtos auxiliares: produto H (de dois lotes diferentes), o produto I e o produto K. Na figura 4.59 apresenta-se o resultado obtido.

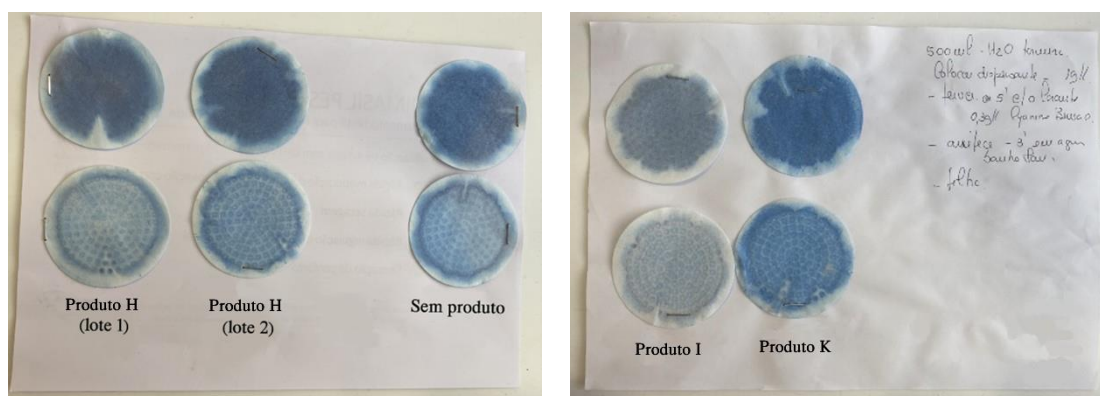


Figura 4.59 - Poder dispersante de dispersos_Corante Cyanine Beweap

Tendo em conta o resultado obtido para este procedimento, é de notar que, para cada produto auxiliar os resultados que se obtiveram são bastante idênticos entre si. Para além de que o produto H no procedimento anterior se verificou que era um melhor produto dispersante do que o produto I e nestes resultados verifica-se exatamente o contrário.

Posto isto, considera-se que o melhor procedimento a adotar para a determinação do poder dispersante de dispersos será o procedimento utilizado no subcapítulo 4.2.11.1 e este está descrito no **Anexo D**.

4.3 Poder de molhagem

O poder de molhagem, tal como o próprio nome indica, representa a facilidade de um tecido se molhar. O que se pretende, é obter os mesmos resultados para o mesmo tecido. Nos subcapítulos seguintes, são descritas as hipóteses para que seja possível estabelecer o melhor método possível a implementar.

4.3.1 Método inicial

Foram realizados 3 ensaios utilizando uma solução do produto molhante L com uma concentração de 0,2 g/L, seguindo o procedimento do subcapítulo 3.3. Apesar de se ter ultrapassado o tempo de espera de 5 min, o tempo foi cronometrado de forma a se verificar se os resultados seriam equivalentes. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Poder de molhagem do TOXOME WET

| Ensaio | Tempo de espera (min:seg) |
|--------|---------------------------|
| 1 | 16:02 |
| 2 | 16:59 |
| 3 | 29:23 |

Procedendo a uma análise da tabela, verifica-se que o tempo de espera do ensaio 1 e do ensaio 2 são parecidos, porém ao comparar com o tempo obtido para o ensaio 3, é de notar que este possui um tempo de espera muito superior. Assim sendo, é comprovada a necessidade de elaboração de outro método que seja mais fidedigno.

4.3.2 Método da determinação da hidrofiliidade

Neste método, são cortadas 3 tiras do tecido a testar e estas são marcadas com o auxílio de um marcador e de uma régua com dimensões (2 cm por 10 cm). De seguida, cada tira é colocada à vez numa solução de Azul Turquesa Itosperse S-GL 200%, de maneira a que o tecido fique 1 cm mergulhado na solução e o tempo é cronometrado até que se atinja os 2 cm. Este procedimento é repetido três vezes e é calculada a média dos tempos obtidos. De notar que o tempo máximo de espera são 2 minutos.

Após realização deste procedimento, notou-se que era impossível cronometrar o tempo que demora a chegar aos 2 cm, visto que é bastante instantâneo. Assim, foi necessário proceder-se a alterações para este método.

4.3.3 Método da determinação da hidrofiliidade (esperar 10 s e fazer medição)

Nesta tentativa de melhoria do método, cronometraram-se 10 segundos de contacto entre o tecido e a solução de Azul Turquesa, e de seguida colocaram-se os tecidos na estufa. Quando os tecidos ficaram secos, foi medida a distância de tecido que adsorveu corante. Os resultados obtidos para o tecido de jersey branqueado são apresentados na tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 1

| Ensaio | Distância (cm) | Distância média (cm) |
|--------|----------------|----------------------|
| 1 | 4,70 | 4,80 |
| 2 | 4,40 | |
| 3 | 5,30 | |

Por observação da tabela, verifica-se que os resultados obtidos para a distância percorrida pelo corante são relativamente parecidos, resultando numa distância média de 4,80 cm. Para se verificar a repetibilidade deste procedimento, foram realizadas mais duas tentativas que são exemplificadas nas tabelas 4.3 e 4.4.

Tabela 4.3 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 2

| Ensaio | Distância (cm) | Distância média (cm) |
|--------|----------------|----------------------|
| 1 | 4,70 | 4,43 |
| 2 | 4,60 | |
| 3 | 4,00 | |

Tabela 4.4 - Resultados obtidos para 10 s de contacto entre jersey branqueado e a solução de corante disperso_tentativa 3

| Ensaio | Distância (cm) | Distância média (cm) |
|--------|----------------|----------------------|
| 1 | 4,10 | 4,20 |
| 2 | 4,30 | |
| 3 | 4,20 | |

Verificando os resultados das tabelas, conclui-se que os resultados obtidos não possuem valores muito concordantes e por esse motivo, talvez este método não seja o mais indicado. No entanto, por serem valores que não são considerados muito diferentes entre si, este procedimento deve ser repetido um maior número de vezes, com o objetivo de verificar a sua aplicação.

4.3.4 Seleção do método experimental para o poder de molhagem

O procedimento escolhido para determinar o poder de molhagem, é o descrito no subcapítulo 4.3.2 e consiste em cortar tiras de tecido com uma dimensão de (2 cm por 10 cm), colocá-las em contacto com a solução de Azul Turquesa Itosperse S-GL 200% durante 10 segundos e, de seguida, colocar-se os tecidos na estufa. Quando estes ficarem secos, a distância que o tecido adsorveu de corante é medida.

Foram realizados mais ensaios com jersey branco para analisar se seria possível obter-se resultados mais concordantes e estes são apresentados nas tabelas 4.5 e 4.6.

Tabela 4.5 - Poder de molhagem de jersey branqueado e a solução de corante disperso_ensaio 1

| Ensaio | Distância (cm) | Distância média (cm) |
|--------|----------------|----------------------|
| 1 | 4,40 | 4,43 |
| 2 | 4,50 | |
| 3 | 4,40 | |

Tabela 4.6 - Poder de molhagem de jersey branqueado e a solução de corante disperso_ensaio 2

| Ensaio | Distância (cm) | Distância média (cm) |
|--------|----------------|----------------------|
| 1 | 4,50 | 4,50 |
| 2 | 4,60 | |
| 3 | 4,40 | |

Comparando os resultados das tabelas 4.5 e 4.6, verifica-se que os valores obtidos são bastante idênticos pelo que, este método torna-se assim válido. O seu procedimento encontra-se descrito no **Anexo E**.

4.4 Poder sequestrante de cálcio

O poder sequestrante representa a capacidade de complexar iões, neste caso, de complexar o ião de cálcio. A presença de cálcio em elevada quantidade pode originar problemas na absorção de corantes aquando do processo de tingimento e por isso, quanto maior o poder sequestrante, melhor o produto consegue complexar cálcio, ou seja, a adição de cálcio não afeta o tingimento.

O que justifica o acerto da solução para pH=7 é o facto de ser necessária a manutenção de um valor de pH neutro no início do tingimento e para processos de lavagem neutros. Já o valor de pH=12, corresponde ao valor de pH que ocorre o restante processo de tingimento. Assim, é permitida a seleção do melhor produto a utilizar para cada fase do processo. Nos subcapítulos a seguir, são apresentados os resultados obtidos na realização deste método.

4.4.1 Titulação (condições iniciais)

Para este método, foram utilizados novamente os produtos auxiliares F1 e F2. Após preparação de todas as soluções, atendendo ao subcapítulo 3.4, e do acerto do pH para 7, atingido através da adição de ácido acético e para 12, conseguido através da adição de soda cáustica, foi realizada a titulação para três ensaios. Foram também comparados os valores obtidos com dois ensaios (ensaio 4 e 5), que foram realizados por outro indivíduo. Para o produto F1 a pH 7, os resultados são apresentados na tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 7

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|-----------------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,60 | 3,60 | 90,00 |
| 2 | 0 | 4,20 | 4,20 | 105,00 |
| 3 | 0 | 4,15 | 4,15 | 103,75 |
| Realizado por outra pessoa | | | | |
| 4 | 0 | 3,55 | 3,55 | 88,75 |
| 5 | 0 | 3,75 | 3,75 | 93,75 |

Por análise da tabela 4.7, verifica-se que os valores obtidos para o poder sequestrante, calculados através da equação 1 (capítulo 3.4), não são concordantes e existe uma elevada variação entre os valores obtidos, quer entre os ensaios 1,2 e 3, quer entre os ensaios 4 e

5. Para o valor de pH 12, foram obtidos para o produto auxiliar F1, os resultados apresentados na tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 12

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|-----------------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,70 | 3,70 | 92,50 |
| 2 | 0 | 4,00 | 4,00 | 100,00 |
| 3 | 0 | 4,00 | 4,00 | 100,00 |
| Realizado por outra pessoa | | | | |
| 4 | 0 | 2,95 | 2,95 | 73,75 |
| 5 | 0 | 3,10 | 3,10 | 77,50 |

Analisando esta tabela, é de notar que os valores obtidos para o poder sequestrante destes ensaios são mais concordantes entre si, ou seja, o ensaio 1, 2 e 3 possuem valores concordantes bem como os ensaios 4 e 5. No entanto, comparando os cinco ensaios, é de notar que os valores de poder sequestrante não são idênticos. Assim sendo, este método não pode ser considerado para determinação do poder sequestrante de cálcio. O que pode justificar esta variação de resultados, pode ser a perceção de uma solução estar turva variar de pessoa para pessoa.

Para o produto F2 a um valor de pH de 7, os resultados obtidos foram os apresentados na tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 7

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|-----------------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,30 | 3,30 | 82,50 |
| 2 | 0 | 3,35 | 3,35 | 83,75 |
| 3 | 0 | 3,45 | 3,45 | 86,25 |
| Realizado por outra pessoa | | | | |
| 4 | 0 | 3,40 | 3,40 | 85,00 |
| 5 | 0 | 3,45 | 3,45 | 86,25 |

Observando esta tabela, constata-se que os valores de todos os ensaios são minimamente concordantes. Ainda assim, os valores dos ensaios 1 e 2 são ligeiramente diferentes dos restantes.

Para o valor de pH 12, os resultados são apresentados na tabela 4.10.

Tabela 4.10 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 12

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|-----------------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,40 | 3,40 | 85,00 |
| 2 | 0 | 3,00 | 3,00 | 75,00 |
| 3 | 0 | 2,95 | 2,95 | 73,75 |
| Realizado por outra pessoa | | | | |
| 4 | 0 | 2,70 | 2,70 | 67,50 |
| 5 | 0 | 2,40 | 2,40 | 60,00 |

Para este valor de pH, os resultados obtidos são bastante diferentes entre si, o que pode estar associado à visualização de cada indivíduo do ponto de viragem, ou então, do próprio procedimento em si.

Assim sendo, depois de analisadas todas as tabelas com os produtos auxiliares F1 e F2 e os valores de pH, conclui-se que estão associados vários erros a este método, que o tornam pouco fidedigno.

4.4.2 Titulação utilizando corante Amarelo Lx (1:1000)

Foi novamente realizado o procedimento descrito em 3.4 para os produtos auxiliares F1 e F2. Porém, com o objetivo de melhorar a visualização do ponto de turvação, foi utilizado o corante Amarelo Lx (1:1000), pipetando-se 0,5 mL para a solução de carbonato de sódio. Para o produto F1 a pH 7, foram obtidos os resultados apresentados na tabela 4.11.

Tabela 4.11 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|--------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,80 | 3,80 | 95,00 |
| 2 | 0 | 3,65 | 3,65 | 91,25 |
| 3 | 0 | 3,70 | 3,70 | 92,50 |

Analisando a tabela 4.11, verifica-se que os ensaios possuem valores concordantes, e o volume gasto foi praticamente o mesmo. De seguida, foram realizados a pH 12, os ensaios para F1 que são os apresentados na tabela 4.12.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

Tabela 4.12 - Poder sequestrante de cálcio de F1 a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|--------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,80 | 3,80 | 95,00 |
| 2 | 0 | 3,65 | 3,65 | 91,25 |
| 3 | 0 | 3,70 | 3,70 | 92,50 |

Após análise desta tabela, verifica-se que os resultados obtidos são idênticos, diferindo apenas no ensaio 1 que possui um valor um pouco superior. Foi seguida a mesma metodologia para o produto F2 e os resultados foram os apresentados nas tabelas 4.7 e 4.8.

Tabela 4.13 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|--------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,40 | 3,40 | 85,00 |
| 2 | 0 | 3,20 | 3,20 | 80,00 |
| 3 | 0 | 3,25 | 3,25 | 81,25 |

Tabela 4.14 - Poder sequestrante de cálcio de F2 a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} (mL) | V _{final} (mL) | V _{gasto} (mL) | Poder sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
|--------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
| 1 | 0 | 3,15 | 3,15 | 78,75 |
| 2 | 0 | 2,95 | 2,95 | 73,75 |
| 3 | 0 | 3,00 | 3,00 | 75,00 |

Os resultados obtidos para este produto auxiliar foram mais idênticos, quer para o valor de pH 7 quer para o valor de pH 12. No entanto, devem ser realizados mais ensaios para verificar se este método é reprodutível.

4.4.3 Seleção do método experimental para o poder sequestrante de cálcio

Para o poder sequestrante de cálcio, o principal objetivo era identificar o ponto de turvação resultante da reação do carbonato de sódio com o acetato de cálcio no momento correto. Principalmente para soluções transparentes tornava-se muito difícil a

visualização deste ponto de viragem e sendo assim, adicionou-se à solução que continha o carbonato de sódio, 0,5 mL de corante Amarelo Lx (1:1000) e os resultados foram satisfatórios para F1 e F2.

Posto isto, foram realizados para produtos auxiliares diferentes, sendo neste caso, o produto A, o produto B, o produto C e o produto D. Da tabela 4.15 à tabela 4.22 estão os resultados obtidos.

Tabela 4.15 - Poder sequestrante de cálcio do produto A a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 7,00 | 10,70 | 3,70 | 92,50 | 92,50 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 12,00 | 15,75 | 3,75 | 93,75 | |
| 3 | 17,00 | 20,65 | 3,65 | 91,25 | |

Tabela 4.16 - Poder sequestrante de cálcio do produto A a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 7,00 | 9,75 | 2,75 | 68,75 | 69,58 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 11,00 | 13,85 | 2,85 | 71,25 | |
| 3 | 15,00 | 17,75 | 2,75 | 68,75 | |

Tabela 4.17 - Poder sequestrante de cálcio do produto B a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 11,00 | 13,30 | 2,30 | 57,50 | 58,33 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 15,00 | 17,50 | 2,50 | 62,50 | |
| 3 | 19,00 | 21,20 | 2,20 | 55,00 | |

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

Tabela 4.18 - Poder sequestrante de cálcio do produto B a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 7,00 | 9,80 | 2,80 | 70,00 | 68,75 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 11,00 | 13,70 | 2,70 | 67,50 | |
| 3 | 15,00 | 17,75 | 2,75 | 68,75 | |

Tabela 4.19 - Poder sequestrante de cálcio do produto C a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 7,00 | 9,85 | 2,85 | 71,25 | 72,92 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 11,00 | 14,10 | 3,10 | 77,50 | |
| 3 | 16,00 | 18,80 | 2,80 | 70,00 | |

Tabela 4.20 - Poder sequestrante de cálcio do produto C a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 7,00 | 9,40 | 2,40 | 60,00 | 61,67 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 11,00 | 13,50 | 2,50 | 62,50 | |
| 3 | 14,00 | 16,50 | 2,50 | 62,50 | |

Tabela 4.21 - Poder sequestrante de cálcio do produto D a pH 7 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 19,00 | 21,50 | 2,50 | 62,50 | 65,00 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 7,00 | 9,70 | 2,70 | 67,50 | |
| 3 | 11,00 | 13,60 | 2,60 | 65,00 | |

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

Tabela 4.22 - Poder sequestrante de cálcio do produto D a pH 12 com Amarelo Lx

| Ensaio | V _{inicial} | V _{final} | V _{gasto} | Poder Sequestrante (mg de CaCO ₃ /g de produto) | Poder Sequestrante médio |
|--------|----------------------|--------------------|--------------------|--|---|
| 1 | 14,00 | 15,50 | 1,50 | 37,50 | 35,42 (mg de CaCO ₃ /g de produto) |
| 2 | 17,00 | 18,40 | 1,40 | 35,00 | |
| 3 | 20,00 | 21,35 | 1,35 | 33,75 | |

Os resultados obtidos para o poder sequestrante de cálcio de cada um dos produtos auxiliares utilizados são concordantes entre si, pelo que, este método pode assim ser aplicado e o seu procedimento está descrito no **Anexo F**.

De acordo com os valores obtidos, o produto que deve ser utilizado a pH 7 e a pH 12 deverá ser o produto A, pois é o produto que possui um melhor poder sequestrante de cálcio (92,50 mg de CaCO₃/g de produto a pH 7 e 69,58 mg de CaCO₃/g de produto a pH 12). Por outro lado, o produto com pior poder sequestrante de cálcio a pH 7 é o produto B que possui um poder sequestrante de 58,33 mg de CaCO₃/g de produto e pH 12 é o produto D que possui um poder sequestrante de 35,42 mg de CaCO₃/g de produto.

4.5 Poder sequestrante de ferro

Tal como referido no capítulo anterior, o poder sequestrante é a capacidade de complexar iões, o ião de ferro, nesta situação. A presença de ferro nos processos de branqueio pode originar diversos defeitos, como por exemplo gerar uma cor amarelada no tecido e por isso, quanto melhor um produto auxiliar for a sequestrar o ião de ferro, menor a possibilidade de isto acontecer.

Assim sendo, nos subcapítulos apresentados de seguida, estão os resultados obtidos para diferentes métodos de modo a melhorar a determinação deste parâmetro.

4.5.1 Condições iniciais

Inicialmente, foram realizados ensaios de acordo com o procedimento da empresa, descrito no subcapítulo 3.5. Este procedimento normalmente era realizado no CIETI que pertence ao ISEP (Instituto Superior de Engenharia do Porto), e o pretendido é que seja realizado na empresa por completo.

Os valores que estão tabelados no CIETI para a curva de calibração, com um comprimento de onda de 562 nm, são apresentados na tabela G.1 no **Anexo G**. Através destes valores foi construído o gráfico representado na figura 4.60.

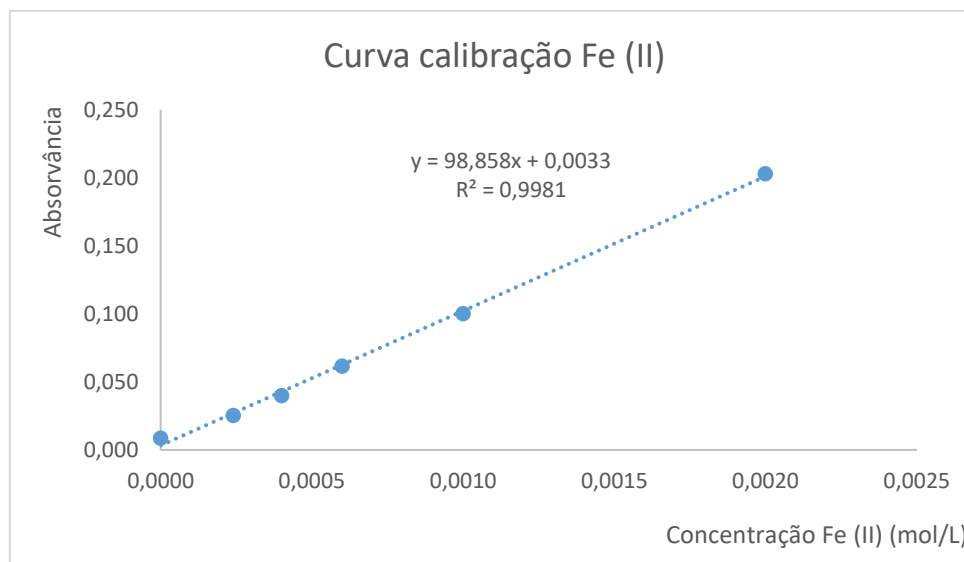


Figura 4.60 - Curva de calibração de ferro (II)_CIETI

Tendo em conta o procedimento anterior, foram preparadas todas as soluções necessárias e determinados os valores de absorvância a comprimento de onda de 562 nm e os resultados obtidos para os três ensaios realizados são apresentados nas tabelas H.1, H.2 e H.3 que estão no **Anexo H**.

Tendo em conta esses valores, foram construídos os gráficos apresentados nas figuras 4.61, 4.62 e 4.63.

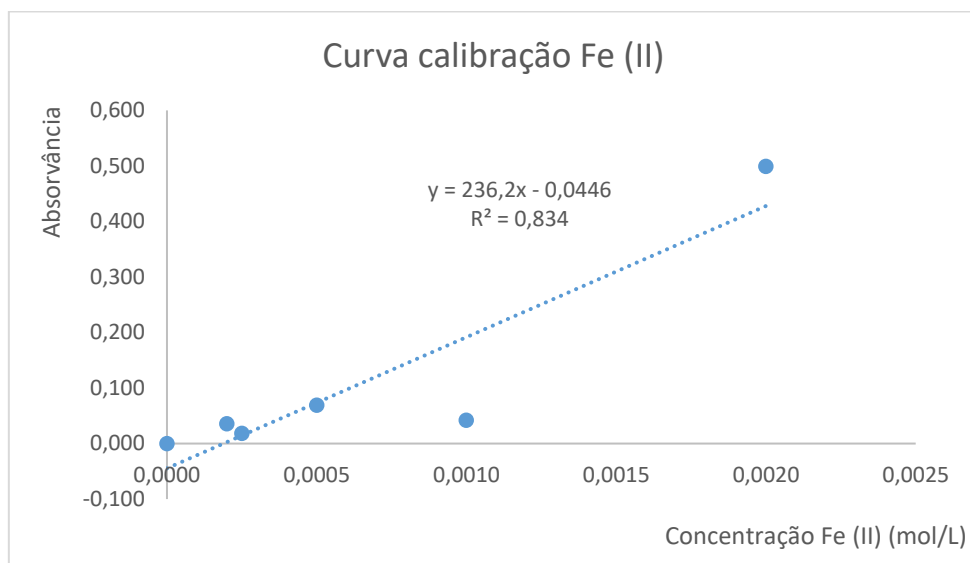


Figura 4.61 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 1

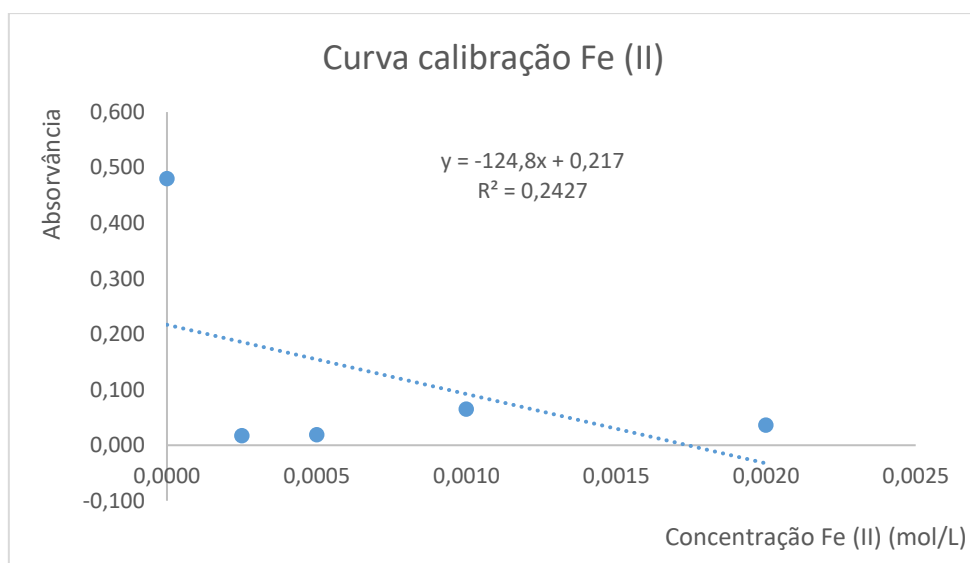


Figura 4.62 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 2

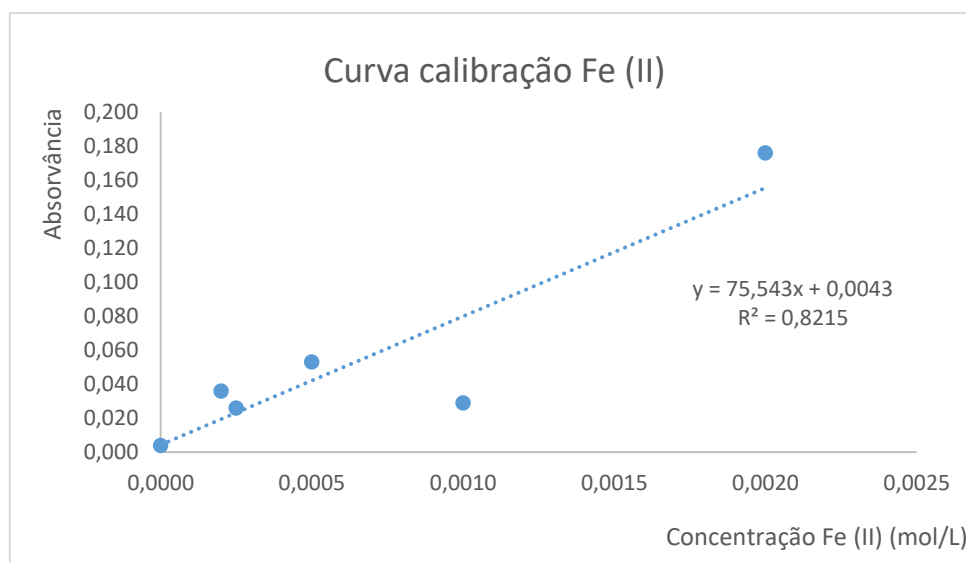


Figura 4.63 - Curva de calibração de ferro (II)_ensaio 3

Analisando os valores das tabelas do anexo H, verifica-se que não são concordantes entre si, nem similares com os valores obtidos para a curva de calibração utilizada pelo CIETI. Para além do mais, os gráficos também possuem um coeficiente de correlação bastante baixo e nenhum deles possui um valor aproximado de 1, como é o caso do valor obtido pelo CIETI.

Posto isto, este não deverá ser o melhor método a ser utilizado por não conferir conformidade entre os valores. Sabe-se também que ao serem testados produtos auxiliares diferentes com este método, os resultados obtidos para o poder sequestrante são bastante semelhantes entre si, tornando impossível a seleção de qual o melhor produto auxiliar a utilizar.

4.5.2 Determinação do poder sequestrante de ferro através de um método que usa a máquina de tingimento e uma filtração a vácuo

Este método foi efetuado essencialmente pelo seu carácter visual, e se este for reprodutível conseguir-se-á distinguir os produtos auxiliares através da sua dispersão pelo papel de filtro, tal como se verifica no poder dispersante de corantes reativos e dispersos. Para a realização deste método é necessário preparar uma solução de ferro adicionando-se 200 mg de ferro (III) a um balão volumétrico de 1 L. Para esse mesmo balão são ainda adicionadas 5 g de carbonato de sódio e perfaz-se o volume do mesmo com água até ao traço de referência.

De seguida, adiciona-se a um tubo de tingimento 100 mL da solução de ferro preparada e pipeta-se 0,2 mL do produto a testar. Coloca-se na máquina de tingimento a 90 °C

durante 20 minutos e no fim é realizada uma filtração a vácuo a 90 °C com papel de filtro do tipo A.

Nos subcapítulos seguintes, este método foi reproduzido, alterando alguns fatores para verificar qual a maneira mais indicada de executar o mesmo.

4.5.2.1 Utilização de diferentes águas

Ao adicionar-se água ao balão volumétrico, este já contendo a quantidade de ferro necessária à realização do método, verificou-se que era notável uma diferença na tonalidade da solução, sendo esta afetada pela utilização de água do armazém ou água da torneira.

Esta diferença de tonalidade relaciona-se com o facto de a água do armazém como é desionizada, não tem iões que reajam com o ferro, ao contrário da água da torneira que não é desionizada. Na figura 4.64 estão os resultados obtidos para diferentes produtos auxiliares utilizando estes dois tipos de águas.



Figura 4.64 - Poder sequestrante de ferro com água do armazém (à esquerda) e água da torneira (à direita)

Através da análise dos resultados da figura 4.64, verifica-se que a água que deverá ser utilizada será a água da torneira pois é esta que traduz melhores resultados, bem como os mais fiáveis. Isto porque, sabe-se previamente que o produto auxiliar N é um melhor produto auxiliar do que os restantes, algo que no resultado da água do armazém não é visível, pois, o seu papel de filtro ainda apresenta bastantes vestígios de ferro, ao contrário do resultado com água da torneira em que se verifica o sequestro da solução de ferro pela inexistência de vestígios da mesma.

O papel de filtro correspondente ao produto auxiliar M e ao N (utilizando água da torneira) são bastante similares, no entanto, verificou-se que ao cronometrar o tempo, o produto N demora muito menos tempo a ser filtrado (11s 99) do que o produto M (21s 86)

86). Assim, quando os resultados forem idênticos o tempo de filtração deve ser adotado para a distinção dos produtos auxiliares.

4.5.2.2 Utilização de 100 mg/L de ferro e de 200 mg/L de ferro

No procedimento 4.5.2 está descrita a utilização de uma solução de 200 mg/L de ferro (III), porém pretende verificar-se se o resultado é igualmente satisfatório ao utilizar-se uma quantidade menor de ferro. Assim sendo, na figura 4.65 é apresentado o resultado da utilização de uma solução de 100 mg/L de ferro com os mesmos produtos auxiliares.



Figura 4.65 - Poder sequestrante de ferro_100 mg de ferro

O resultado obtido, demonstra que a utilização de menor quantidade de ferro não é aconselhada por não ser igualmente visível a capacidade de cada produto auxiliar complexar o íão de ferro. Assim sendo, esta opção é excluída.

4.5.2.3 Utilização de pH básico

Na preparação da solução de ferro no balão volumétrico, foi medido o pH da mesma e verificou-se que este era de 3,63, contudo, ao adicionar-se cada um dos produtos auxiliares, conseqüentemente o pH era alterado, e por isso, foi acertado para todas as soluções para um valor próximo de 10 adicionando-se, para isso, carbonato de sódio. O que justifica o acerto do pH para um valor próximo de 10, é o facto de o processo de branqueio ocorrer em meio básico. Na figura 4.66 está apresentado o resultado para esta hipótese.



Figura 4.66 - Poder sequestrante de ferro_pH básico

Considerando o resultado representado na figura 4.66, é de notar que a utilização de carbonato de sódio não é aconselhável pois, o resultado obtido, mais uma vez, não permite a visualização da capacidade dos produtos auxiliares complexarem o ião de ferro.

4.5.3 Determinação do teor de ferro utilizando o espectrofotômetro

Através de pesquisa foi encontrado um método de determinação do teor de ferro [20]. É necessário para este método a preparação de uma solução de Sulfato de Ferro (2 mM), uma solução de ferrozine (5 mM) e uma solução de EDTA 2%.

De seguida, adiciona-se a uma célula própria do espectrofotômetro: 1 mL da amostra do produto auxiliar a testar, 3,7 mL de água desionizada, 0,1 mL da solução de ferro e 0,2 mL da solução de ferrozine. É essencial preparar-se também uma solução padrão que consiste em substituir 1 mL de amostra por 1 mL de água desionizada e o branco em que se substitui 1 mL de amostra por uma solução de EDTA. Todas as células devem ser agitadas e colocadas em repouso durante 20 minutos após a sua preparação. Após esse tempo, o espectrofotômetro é acertado com o branco e pode proceder-se à leitura do conteúdo de cada célula para o comprimento de onda do espectrofotômetro de 562 nm.

Para determinar a atividade quelante de cada produto auxiliar, utiliza-se a equação 2.

$$AQ (\%) = 100 - \left[\left(\frac{A_p - A_t}{A_p} \right) \times 100 \right] \quad (\text{equação 2})$$

Sendo,

AQ- Atividade quelante

A_p - Absorvância padrão

A_t - Absorvância teste (amostras)

Foi testado este procedimento para os produtos auxiliares P, M e N e os resultados estão apresentados na tabela 4.23.

Tabela 4.23 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 1

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média |
|------------------|---------------|---------------|---------------|-------------------|
| Padrão | 2,635 | 2,619 | 2,635 | 2,630 |
| Produto P | 0,264 | 0,264 | 0,264 | 0,264 |
| Produto M | 0,161 | 0,161 | 0,161 | 0,161 |
| Produto N | -0,004 | -0,003 | -0,004 | -0,004 |

O cálculo da atividade quelante para o produto P é efetuado seguindo a equação 2 da seguinte forma:

$$AQ (\%) = 100 - \left[\left(\frac{2,630 - 0,264}{2,630} \right) \times 100 \right] = 10,038\%$$

Calculando da mesma forma, o valor obtido para a atividade quelante do produto M foi de 6,122% e o do produto N foi de cerca de 0%. Comparando os resultados obtidos, sabe-se que o produto auxiliar com melhor poder sequestrante de ferro é o produto N, seguido do produto M e por fim do produto P.

Foi repetido este procedimento para os produtos auxiliares anteriores acrescentando um produto auxiliar, sendo este o produto Q e os resultados obtidos foram os apresentados nas tabelas 4.24 e 4.25.

Tabela 4.24 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 2

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média | AQ (%) |
|------------------|---------------|---------------|---------------|-------------------|--------|
| Padrão | 3,134 | 3,174 | 3,161 | 3,156 | - |
| Produto P | 0,097 | 0,096 | 0,095 | 0,096 | 3,042 |
| Produto M | 0,093 | 0,093 | 0,093 | 0,093 | 2,947 |
| Produto N | -0,017 | -0,017 | -0,017 | -0,017 | -0,539 |
| Produto Q | -0,030 | -0,030 | -0,030 | -0,030 | -0,951 |

Tabela 4.25 - Valores de absorvância obtidos_ensaio 3

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média | AQ (%) |
|------------------|---------------|---------------|---------------|-------------------|--------|
| Padrão | 3,159 | 3,192 | 3,147 | 3,166 | - |
| Produto P | 0,101 | 0,098 | 0,102 | 0,100 | 3,159 |
| Produto M | 0,098 | 0,099 | 0,099 | 0,099 | 3,127 |
| Produto N | -0,019 | -0,017 | -0,019 | -0,018 | -0,569 |
| Produto Q | -0,030 | -0,028 | -0,030 | -0,029 | -0,916 |

Analisando os valores das tabelas anteriores pode concluir-se que o melhor produto auxiliar é o produto Q, seguido do do produto N, do produto M e por último do produto P. Visto que os resultados obtidos são concordantes entre si pode assumir-se que este método é confiável e por isso, deve ser aplicado a outros produtos auxiliares.

4.5.4 Determinação do poder sequestrante de ferro por tingimento de malhas

Para ser possível efetuar o método da determinação do poder sequestrante de ferro por tingimento, é necessária a preparação das seguintes soluções: produto E (1:20), produto I (1:20), Corante Disperso Vermelho EFBL 200% (1:100), Sulfato de Ferro e Amónio II (1:100) e produto a testar (1:20).

Seguidamente, preparam-se os tubos de tingimento (A, B1, B2, B3, B4) para uma relação de banho de 1:20 adicionando-se os seguintes reagentes:

- A- 1 g/L de produto E (pipetar 2 mL da solução de 1:20)
0,5 g/L de produto I (pipetar 1 mL da solução de 1:20)
0,5% de Corante Disperso Vermelho EFBL 200% (pipetar 2,5 mL da solução de 1:100)
- B1- 1 g/L de produto E (pipetar 2 mL da solução de 1:20)
0,5 g/L de produto I (pipetar 1 mL da solução de 1:20)
0,5% de Corante Disperso Vermelho EFBL 200% (pipetar 2,5 mL da solução de 1:100)
0,5% de Sulfato de Ferro e Amónio II (pipetar 2,5 mL da solução de 1:100)
- B2- 1 g/L de produto E (pipetar 2 mL da solução de 1:20)
0,5 g/L de produto I (pipetar 1 mL da solução de 1:20)
0,5% de Corante Disperso Vermelho EFBL 200% (pipetar 2,5 mL da solução de 1:100)
0,5% de Sulfato de Ferro e Amónio II (pipetar 2,5 mL da solução de 1:100)
0,5 g/L do produto a testar (pipetar 1,0 mL da solução de 1:20)

Os tubos de tingimento B3 e B4 são idênticos ao tubo de tingimento B2, na exceção de que para B3 se utiliza 1,0 g/L do produto a testar (pipetar 2,0 mL da solução de 1:20) e para B4 utiliza-se 1,5 g/L do produto a testar (pipetar 2,5 mL da solução 1:20).

Logo após preparação de todos os tubos de tingimento, o pH é acertado a 4,5 com ácido acético e adicionam-se os 5 g de malha (poliéster) a cada tubo de tingimento, considerando que cada tubo de tingimento contém 100 mL de banho. Na máquina de tingimento seguem o processo seguinte: 2 °C/min até atingir a temperatura de 90°C, 1 °C/min até aos 130 °C e 60 min a 130 °C. Por fim, enxaguam-se a quente e a frio todas as malhas e avalia-se a cor comparando os ensaios B1-B4 com o A (referência).

Este procedimento foi realizado testando dois produtos diferentes, sendo estes o produto P e o produto N. Os resultados obtidos para cada um deles são visíveis na figura 4.67.



Figura 4.67 - Poder sequestrante de ferro por tingimento de malhas_producto P (à esquerda) e produto N (à direita)

Observando os resultados anteriores, é de notar que a tonalidade de todos os tecidos é bastante similar, quer para o produto P quer para o produto N. Era esperada uma maior diferença de tonalidades pelo que, este procedimento não deve ser considerado para testes futuros.

4.5.5 Seleção do método experimental para o poder sequestrante de ferro

Após todos os procedimentos desenvolvidos para a determinação do poder sequestrante de ferro, o método que melhor se adequou foi o método descrito no subcapítulo 4.5.2 que utiliza a máquina de tingimento e onde se realiza uma filtração a vácuo. Este método deve ser conciliado com o uso do espectrofotómetro para determinar a absorvância de cada produto a testar descrito no subcapítulo 4.5.3. Assim, com estes dois métodos realizados em simultâneo, obtém-se um resultado não só visual, mas também, numérico.

Foi efetuado o método do subcapítulo 4.5.2 para os produtos auxiliares: produto R, produto S, produto T e o produto N. O resultado obtido para a filtração a vácuo foi o que está apresentado na figura 4.68.

Métodos de análise de produtos químicos para processos têxteis

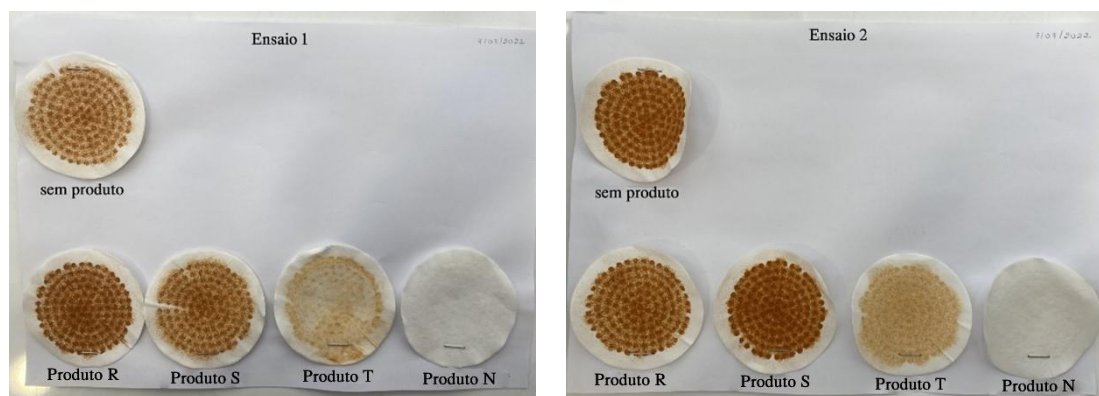


Figura 4.68 - Ensaio 1 e 2 do poder sequestrante de ferro

De seguida, de acordo com o procedimento do capítulo 4.5.3, foram preparadas as células do espectrofotómetro (figura 4.69) com o objetivo de determinar a absorvância destes produtos no espectrofotómetro. Considerar que AA-produto R, AC-produto S, TT-produto T e TE-produto N.



Figura 4.69 - Tubos de ensaio para a determinação da absorvância_poder sequestrante de ferro

Os valores obtidos para a absorvância de cada produto auxiliar, estão na tabela 4.26.

Tabela 4.26 - Valores obtidos para as absorvâncias_poder sequestrante de ferro

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média | AQ (%) |
|-----------|---------------|---------------|---------------|-------------------|--------|
| Padrão | 3,100 | 3,102 | 3,098 | 1,838 | - |
| Produto R | 2,911 | 2,891 | 2,896 | 2,899 | 93,516 |
| Produto S | 2,958 | 2,958 | 2,948 | 2,955 | 95,322 |
| Produto T | 0,347 | 0,346 | 0,346 | 0,346 | 11,161 |
| Produto N | -0,025 | -0,025 | -0,025 | -0,025 | -0,806 |

Procedendo a uma análise às absorvâncias obtidas para cada produto auxiliar verifica-se que, a absorvância do produto S é superior à do produto R, seguido do produto T e por fim do produto N. Estes resultados são congruentes com os resultados obtidos na figura 4.68 em que, o produto S possuiu uma concentração de corante superior à do produto N e este é considerado o melhor produto sequestrante de ferro.

Este procedimento é considerado válido e está descrito no **Anexo I**.

5. Conclusões e propostas para trabalhos futuros

O objetivo da presente dissertação de mestrado consistiu em melhorar os métodos de análise e avaliação de produtos químicos para processos têxteis. Os métodos estudados foram: o poder dispersante de um produto para corantes reativos e dispersos, o poder de molhagem, e o poder sequestrante de ferro e de cálcio. O principal problema era o facto de os procedimentos existentes não serem repetíveis nem reproduzíveis, sendo assim necessária a melhoria dos mesmos ou a apresentação de processos alternativos e fiáveis.

Para a avaliação do poder dispersante para corantes reativos e com base num procedimento já a ser utilizado na empresa, optou-se por fazer algumas alterações para verificar o impacto de cada alteração no resultado.

- utilizar sempre os mesmos produtos a avaliar;
- retirar o tempo de repouso das soluções após a sua preparação;
- deixar cada solução em agitação durante 20 minutos e depois filtrar;
- preparar um banho de 500 mL, metade da normalmente utilizada;
- utilizar sal diluído e não sólido para a solução de corante;
- utilizar corante à temperatura ambiente e não aquecido;
- utilizar diferentes papéis de filtro do tipo A, B e C.

Após a realização destes testes, aqueles em que se obteve melhores resultados foram: utilização de corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro A, corante à temperatura ambiente e 2 papéis de filtro do tipo C e corante à temperatura ambiente e utilização de apenas um papel de filtro do tipo C. Foi atingida reprodutibilidade e repetibilidade de resultados com a utilização de corante à temperatura ambiente com um só filtro, sendo este o C, que proporciona uma melhor dispersão do corante.

Para a avaliação do poder dispersante de um produto para corantes dispersos, foram igualmente estudados diferentes parâmetros sendo que, para este caso foram avaliados:

- a utilização de pH ácido;
- utilização de papéis de filtro B e C;
- variação da quantidade de produto dispersante a utilizar;

- variação da quantidade de corante escarlate itosperse SLK;
- variação da quantidade de fosfatos;
- um procedimento com corante *Cyanine Beweap*.

Os métodos com melhores resultados foram a utilização de uma maior quantidade de corante escarlate itosperse SLK mantendo constantes todas as concentrações restantes. O método com o corante *Cyanine* foi excluído pelo facto de todos os resultados serem bastante idênticos entre si, não permitindo assim a seleção do melhor produto auxiliar. O método aprovado foi o método que utiliza 0,2 g/L de corante escarlate itosperse SLK e 2 g/L de produto dispersante, assim como água do armazém (tratada), pela razão de proporcionar distinção entre os produtos auxiliares e tornar possível a escolha do melhor.

No poder de molhagem, o método inicial consistia em colocar uma amostra de tecido de dimensão padrão, num gobelé com auxílio de uma pinça e cronometrar o tempo que esta demora a tocar no fundo do gobelé. O tempo de espera máximo deste procedimento é de 5 minutos, porém, após a sua realização, verificou-se que um dos 3 ensaios realizados ultrapassou este tempo limite e os tempos obtidos não são semelhantes entre si. Foi assim efetuado um novo método, método esse em que são cortadas 3 tiras de tecido de dimensão estabelecida, que são colocados numa solução de Azul Turquesa Itosperse S-GL 200%, e em que é efetuada a contagem do tempo até chegar a 2 cm, considerando o tempo de espera de 2 minutos. Pelo facto de a adsorção de corante pelo tecido ser quase imediata, a solução encontrada foi colocar em contacto o tecido com a solução de corante durante 10 segundos e realizar a medição da distância percorrida pelo corante. Os resultados obtidos foram bastante idênticos assim sendo, este foi o método que foi selecionado para determinar o poder de molhagem de um tecido.

O poder sequestrante é a capacidade de complexar o ião logo, o poder sequestrante de cálcio representa a capacidade de complexar o ião de cálcio. Para este método, as soluções preparadas são corrigidas com ácido acético e soda cáustica para pH=7 e pH=12. O principal obstáculo deste método é a dificuldade na visualização do ponto de turvação que é originado pela reação entre o carbonato de sódio com o acetato de cálcio. Para melhorar esta visualização foi implementado o uso de corante Amarelo Lx (1:1000), pipetando 0,5 mL deste para a solução de carbonato de sódio. Para soluções turvas torna-se mais facilmente visível pela sua coloração amarela característica do corante.

Procedendo a este método, os resultados obtidos foram bastante satisfatórios e por isso, foi adicionada a adição de corante ao procedimento.

O método utilizado para analisar o poder sequestrante de ferro inicialmente era o método da Ferrozine, no entanto, os resultados que se obtinham por este método para diferentes produtos eram bastante semelhantes entre si, não se podendo desta forma avaliar qual o produto auxiliar mais eficiente. Este método era realizado no CIETI e com o objetivo de o implementar na empresa, e de alguma forma tentar a sua otimização foi realizada a curva de calibração de Ferrozine. Os valores obtidos para esta curva, não foram congruentes entre si e o coeficiente de correlação obtido foi bastante baixo, desta forma este método foi considerado inapropriado.

Foram então desenvolvidos novos métodos:

- 1- um método que envolve um tingimento e uma filtração a vácuo do banho residual;
- 2- uma determinação do teor de ferro utilizando o espectrofotómetro;
- 3- uma determinação do poder sequestrante num tingimento e avaliação da cor final do artigo-

Para o primeiro método foram avaliados parâmetros tais como: a utilização de água da torneira e do armazém, a utilização de 100 mg/L ou 200 mg/L de ferro e utilização de pH básico. Verificou-se que, os resultados obtidos para este método foram bastante satisfatórios essencialmente pelo seu carácter visual que permite uma melhor distinção dos produtos auxiliares e por isso deve ser um método a ser considerado. No método da determinação do teor de ferro pelo espectrofotómetro, foram realizados três ensaios para quatro produtos auxiliares diferentes e os valores obtidos foram concordantes entre si, este método também deve ser considerado. Para o terceiro e último método, foram tingidas malhas com concentrações diferentes de reagentes, porém, a tonalidade de todos os tecidos foi bastante similar pelo que esta opção foi descartada.

Pelo facto de os resultados serem bastante satisfatórios, foi combinada a realização do procedimento do método que envolve a máquina de tingimento e do procedimento com o espectrofotómetro. Os resultados foram congruentes entre si e assim, este é o procedimento que foi escolhido para ser implementado.

Como proposta de trabalho futuro, propõe-se o desenvolvimento de um método que utilize o espectrofotómetro para determinação do poder sequestrante de cálcio, objetivo

que não foi atingido. Outro método que deve ser desenvolvido é um método para determinar a capacidade desarejante de um produto auxiliar. É sugerida também a implementação de uma tabela para todos os produtos testados, principalmente os mais comercializados, com os resultados obtidos para cada produto auxiliar do seu poder sequestrante de ferro bem como, o seu poder dispersante de corantes reativos.

Bibliografia

- [1] “Aquitex ::” <https://www.aquitex.com/> (accessed Oct. 16, 2022).
- [2] “50000HE9 Livro 1997”.
- [3] “Textiles and Fashion.” [Online]. Available: <http://store.elsevier.com/>.
- [4] “Indústria Têxtil e Vestuário,” 2018.
- [5] “INDÚSTRIA TÊXTEL E DE VESTUÁRIO UMA REFERÊNCIA A NÍVEL MUNDIAL,” 2018. [Online]. Available: www.portugalsiteselection.pt
- [6] “Análise da Indústria Têxtil e do Vestuário - TextoVirtual.com.” <https://www.yumpu.com/pt/document/read/12680269/analise-da-industria-textil-e-do-vestuario-textovirtualcom> (accessed Mar. 02, 2022).
- [7] A. R. Horrocks and S. C. Anand, *Handbook of technical textiles. Volume 1, Technical textile processes*.
- [8] C. Rodrigues Da Silva, Z. Denchev, D. Nadya, D. Doutor, and S. Ferdov, “Universidade do Minho Escola de Engenharia”.
- [9] H. Castro, F. Giannasi, and C. Novello, “A luta pelo banimento do amianto nas Américas: uma questão de saúde pública.”
- [10] M. Clark, *Principles, processes and types of dyes*. Woodhead Pub, 2011.
- [11] S. Yasin and D. Sun, “Propelling textile waste to ascend the ladder of sustainability: EOL study on probing environmental parity in technical textiles,” *J Clean Prod*, vol. 233, pp. 1451–1464, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.06.009.
- [12] “P##f#SM #nI NG TW l k1% FQR.”
- [13] L. Zhao, H. Mitomo, M. Zhai, F. Yoshii, N. Nagasawa, and T. Kume, “Synthesis of antibacterial PVA/CM-chitosan blend hydrogels with electron beam irradiation,” *Carbohydr Polym*, vol. 53, no. 4, pp. 439–446, Sep. 2003, doi: 10.1016/S0144-8617(03)00103-6.
- [14] “Pilling de tecido, Pilling de tecido, Pilling em roupas, o guia completo.” <https://www.testextextile.com/pt/o-que-%C3%A9-pilling-em-tecido/> (accessed Mar. 16, 2022).
- [15] “InfTecnica preparação”.
- [16] “Handbook for bleaching”.
- [17] “InfTecnica tING REACT”.
- [18] P. Maria dos Santos de Sá Luís, D. Rui Alfredo da Rocha Boaventura, and D. Cheng Chia-Yau, “REMOÇÃO DE COR EM EFLUENTES TÊXTEIS POR ADSORÇÃO EM MATERIAIS INORGÂNICOS DE ORIGEM NATURAL.”

- [19] “Mestrado Integrado em Engenharia Química Estudo da Reprodutibilidade Laboratorial no Processo de Tingimento Têxtil.”
- [20] A. R. Lima *et al.*, “COMPOSTOS BIOATIVOS DO CAFÉ: ATIVIDADE ANTIOXIDANTE IN VITRO DO CAFÉ VERDE E TORRADO ANTES E APÓS A DESCAFEINAÇÃO,” 2010.

Anexos

Anexo A. Determinação do poder dispersante de corantes reativos

1. OBJETIVO

Este procedimento de ensaio tem como objetivo descrever o modo de realização o modo de realização dos ensaios para a determinação do poder dispersante dos reativos.

2. MATERIAL

- Agitador magnético
- Placa de agitação
- Gobelés
- Provetas
- Pipetas volumétricas
- Colheres
- Cronómetro
- Funil
- Balão de Erlenmeyer
- Bomba de vácuo
- Papéis de filtro C

Reagentes:

- Cloreto de cálcio
- Cloreto de magnésio
- Carbonato de sódio
- Soda cáustica 50%
- Corante azul turquesa 6%
- Água desionizada
- Produto dispersante a testar

3. PROCEDIMENTO

- a) Preparar as soluções necessárias:
 - Cloreto de cálcio

- Cloreto de magnésio
 - Solução de alcali
 - Solução do produto dispersante a testar (1:10)
 - Solução de corante (3 g em 1 L de água)
- b) Quando a solução de corante estiver pronta, deixar homogeneizar na placa de agitação durante 5 min para que o corante fique bem dissolvido.
- c) Quando passarem os 5 min de agitação sempre à mesma velocidade, adicionar à solução de corante:
- 20 mL da solução de cloreto de cálcio,
 - 20 mL da solução de cloreto de magnésio,
 - 60 g/L de sal (NaCl)
- Agitar durante 15 minutos.
- d) Testar o produto em 4 concentrações diferentes, sendo estas: sem produto dispersante, 0,5 g/L, 1 g/L, 2 g/L e 3 g/L.
- Colocar 100 mL da solução de corante em 5 gobelés,
 - Adicionar o produto dispersante a testar a cada um dos gobelés com a devida concentração,
 - Adicionar 10 mL da solução de alcali,
 - Homogeneizar as soluções de todos os gobelés com colheres durante 15 segundos,
 - Deixar repousar 20 min.
- e) No fim dos 20 minutos de repouso, filtrar cada gobelé com papel de filtro C.

Na figura A.1 apresentam-se um exemplo dos resultados obtidos com este procedimento para o produto auxiliar F1.

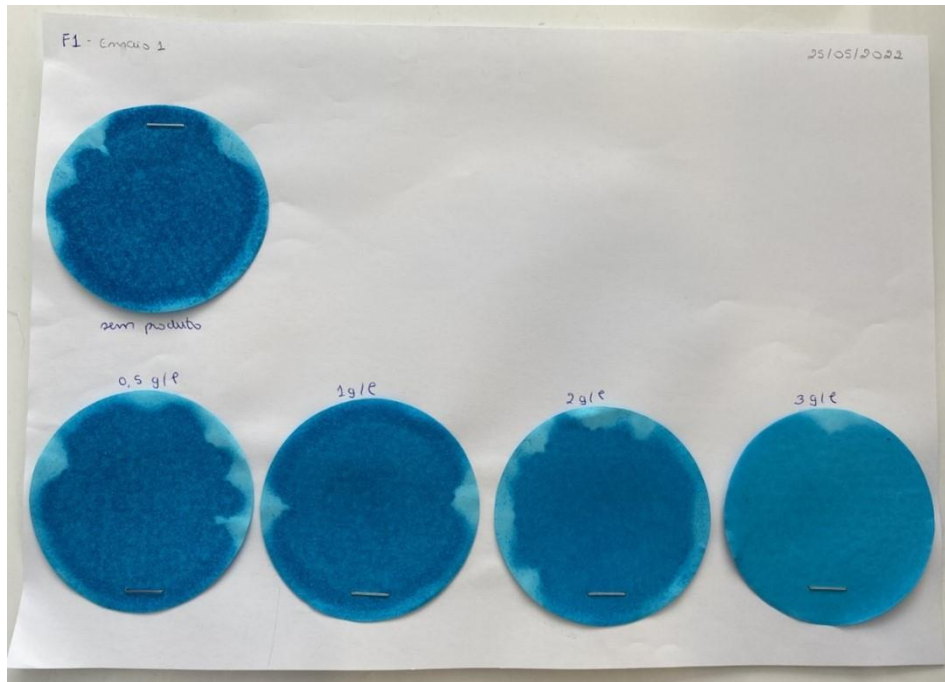


Figura A.1 - Resultado do ensaio de reativos para o produto F1

Anexo B. Ensaio para avaliar a forma como deve ser utilizado cada produto auxiliar quando se pretende realizar o poder dispersante de corantes dispersos

Para a realização do poder dispersante de corantes dispersos de um determinado produto auxiliar, é necessário saber qual a quantidade a pipetar deste, quantidade esta que deve ser sempre a mesma para todos os ensaios realizados. Para estes ensaios, a concentração de produto utilizada é de 1,50 g/L de produto, e como esta quantidade é bastante reduzida, deveria preparar-se uma solução com uma razão de 1:20. No entanto, após os ensaios realizados para concentrações de 0,15 g/L e 0,50 g/L, os resultados obtidos foram os que estão apresentados nas figuras B.1 e B.2.

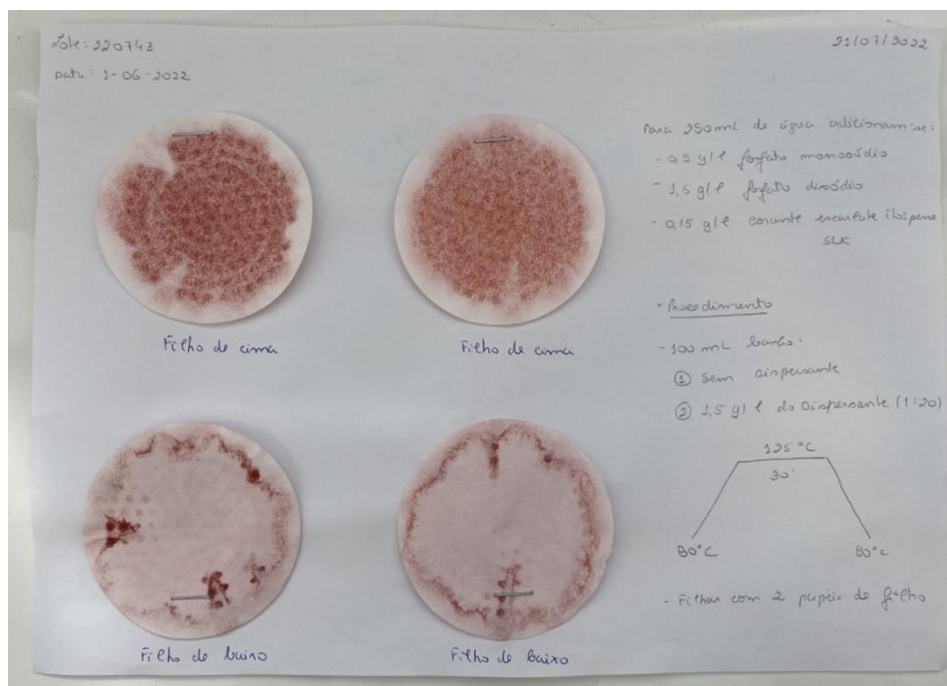


Figura B.1 - Concentração de 0,15 g/L de corante_producto E com papéis de filtro B

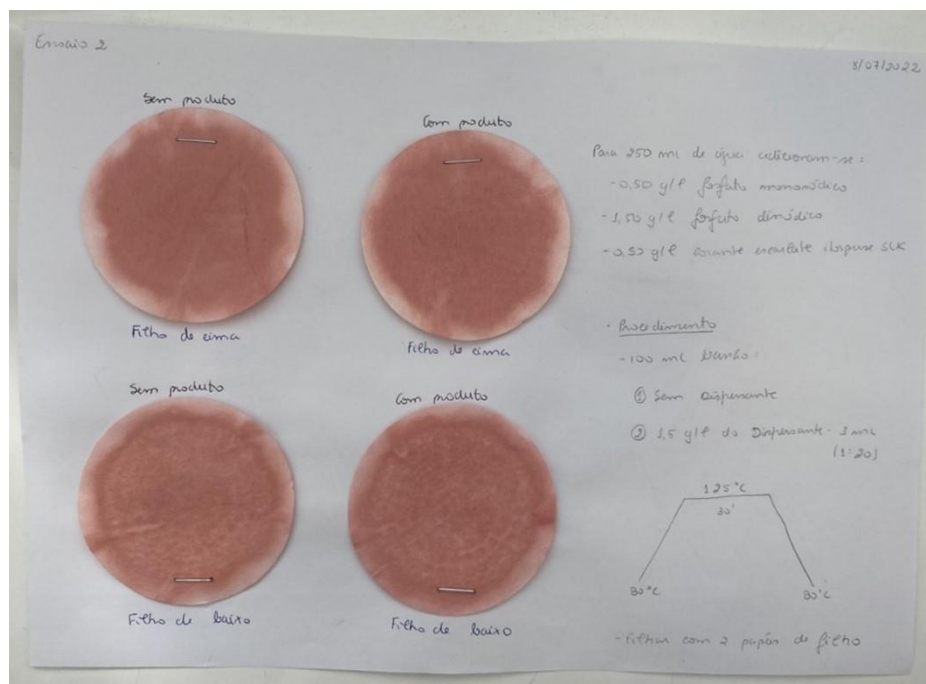


Figura B.2 - Concentração de 0,5 g/L de corante_producto E com papéis de filtro B

Observando estes resultados, é de notar que praticamente não se verifica diferença entre o resultado sem produto e o resultado com produto. Deste modo, conclui-se que, ao se utilizar o produto dispersante a partir de uma solução diluída deste utilizando uma razão de 1:20, os resultados não são fidedignos, não permitindo retirar conclusões, daí o uso do produto puro.

Anexo C. Ensaio para selecionar a água a utilizar no poder dispersante de corantes dispersos

Tal como já foi verificado ao longo de toda esta dissertação, a água possui um fator de bastante importância aquando da realização de todos os métodos de análise realizados. O poder dispersante não é exceção e, por esse motivo, foi realizado para dois produtos auxiliares H de lotes diferentes. O resultado obtido está descrito na figura C.1.

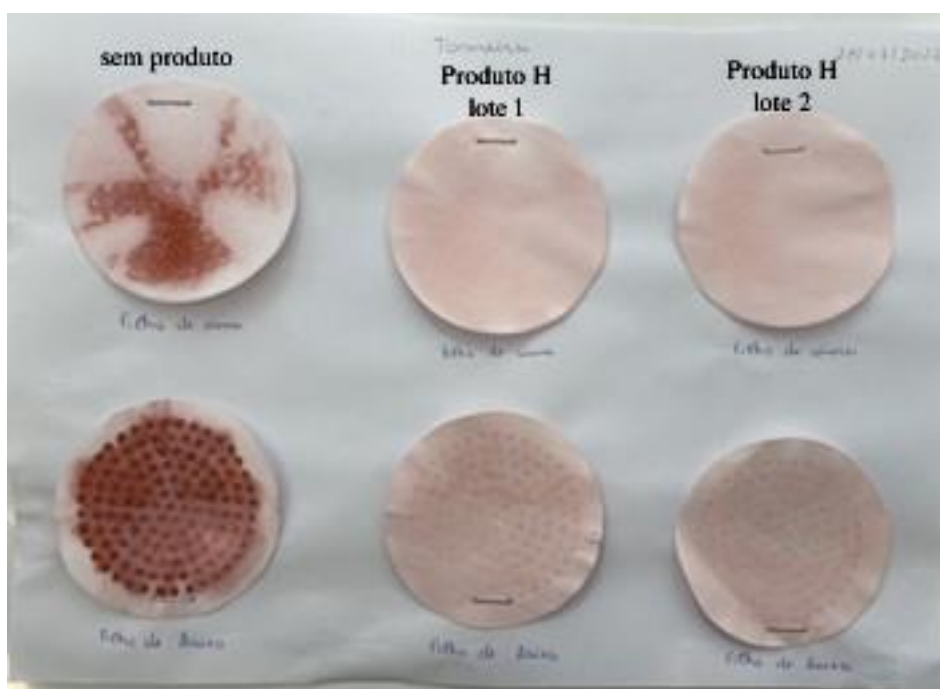


Figura C.1 - Utilização de água da torneira para o procedimento do poder dispersante de dispersos

Analisando o resultado obtido, reconhece-se que para o resultado sem produto a concentração de corante não está uniformemente distribuída pelo papel de filtro pelo que, a água da torneira por possuir iões reage com este corante afetando os seus resultados. Desta forma, não deve ser considerado o uso desta água.

Anexo D. Determinação do poder dispersante de corantes dispersos

1. OBJETIVO

Este procedimento de ensaio tem como objetivo descrever o modo de realização dos ensaios para a determinação do poder dispersante dos corantes dispersos.

2. MATERIAL

- Agitador magnético
- Placa de agitação
- Gobelés
- Bureta
- Tubos de ensaio
- Máquina de tingimento
- Funil
- Matraz
- Bomba de vácuo
- Papéis de filtro do tipo B

Reagentes:

- Fosfato monosódico
- Fosfato dissódico
- Corante escarlate disperse S-LK
- Produto a testar

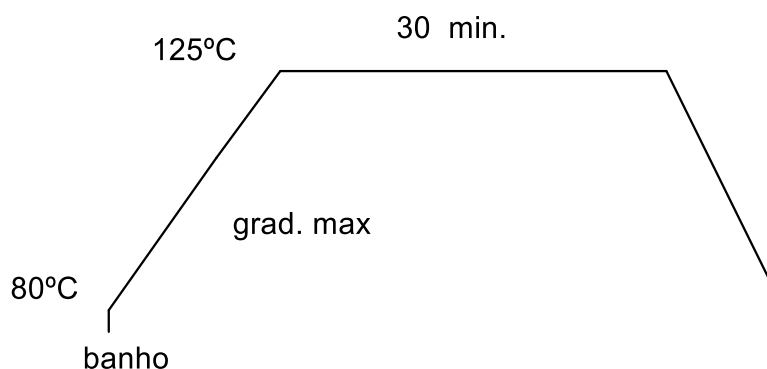
3. PROCEDIMENTO

- a) Para 250 mL de água adicionam-se:
 - 0,50 g/L de fosfato monosódico
 - 1,50 g/L de fosfato dissódico
 - 0,20 g/L corante disperse S-LK

- b) Para 100 mL de banho:
 - 1- Sem produto a testar

2- 2 g/L do produto a testar (solução de 1:20 – pipetar 3 mL desta)

c) Colocar os tubos de ensaio na máquina de tingimento seguindo o seguinte processo:



d) Filtrar com 2 papéis de filtro B a 80° C;

e) Comparar os resultados obtidos para o ensaio sem produto e o ensaio com produto.

Na figura D.1 apresenta-se um exemplo dos resultados obtidos para análise do poder de dispersão dos produtos auxiliares produto E, produto H e produto I na dispersão de corantes dispersos.



Figura D.1 - Exemplo de resultado obtido para dispersão de corantes dispersos

Anexo E. Determinação do poder de molhagem

1. OBJETIVO

Este procedimento de ensaio tem como objetivo descrever o modo de realização dos ensaios para a determinação da hidrofiliabilidade de uma malha.

2. MATERIAL

- Suporte com mola
- Marcador
- Régua
- Gobelé com 1 cm de altura de solução de corante
- Cronómetro

Reagentes:

- Azul Turquesa Itospense S-GL 200% (12,5 g/L) – corante disperso

3. PROCEDIMENTO

- a) Cortar 3 tiras do tecido a testar (O/C/O);
- b) Marcar as tiras (1 cm e 2 cm) com a ajuda do marcador e da régua;
- c) Colocar a solução com 12,5 g/L de Azul Turquesa Itospense S-GL 200% no gobelé de modo que o tecido mergulhado apenas superficialmente;
- d) Cronometra-se 10 segundos e mede-se a distância percorrida pelo corante;
- e) Repete-se 3 vezes e calcula-se a média da distância.

Anexo F. Determinação do poder sequestrante de cálcio

1. OBJETIVO

Este procedimento de ensaio tem como objetivo descrever o modo de realização dos ensaios para a determinação do poder sequestrante de cálcio.

2. MATERIAL

- Agitador magnético
- Placa de agitação
- Gobelés
- Bureta
- Cartolina preta (opcional)

Reagentes:

- Na_2CO_3 2%
- $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 44,1 g/L (25 mg CaCO_3/mL)

3. PROCEDIMENTO

- a) Preparação da solução a titular:
 - 1 g Produto a testar (Sequestrante)
 - 100 mL água

 - 1L Solução Na_2CO_3 2%
- b) Titular esta solução a pH 7 e 12, para isso preparar três soluções e acertar o pH de cada uma delas com uma solução NaOH e CH_3COOH ;
- c) Para a titulação, colocar na base do agitador a cartolina preta (para facilitar a visualização) e colocar por cima o gobelé com a solução preparada em b), como podemos ver na figura 1.



Figura F.1 - Exemplificação da montagem

- d) Mergulhar o elétrico de pH na solução para se poder controlar o pH. Durante a titulação é muito importante manter uma agitação constante e sempre o mesmo valor de pH (7 ou 12), acertar o pH com as soluções de NaOH e CH₃COOH;
- e) Colocar na bureta a solução titulante de 44,1 g/l de (CH₃COO)₂Ca. H₂O (25 mg CaCO₃/mL);
- f) Quando a solução no gobelé começar a ficar turva, parar com a titulação e registrar o volume gasto de (CH₃COO)₂Ca.H₂O. Para soluções transparentes (figura 2), adicionar corante Amarelo Lx (1:100) de modo a facilitar a visualização do ponto de turvação.

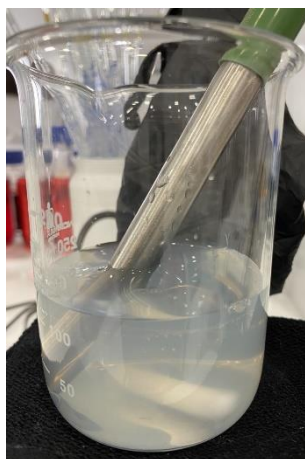


Figura F.2 - Solução turva

4. MÉTODO DE CÁLCULO

Poder sequestrante = CaCO_3 (mg/g) = $25 \times V(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca.H}_2\text{O}$ (mL) / m produto testado (g)

Anexo G. Valores da curva de calibração de ferro-ferrozine do CIETI

Os valores que estão tabelados no CIETI, para um comprimento de onda de 562 nm, são os apresentados na tabela G.1.

Tabela G.1 -Valores do CIETI para a curva de calibração ferro-ferrozine

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média |
|-----------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------------|
| Branco | 0,010 | 0,009 | 0,007 | 0,009 |
| Padrão 1 | 0,203 | 0,204 | 0,202 | 0,203 |
| Padrão 2 | 0,100 | 0,100 | 0,101 | 0,100 |
| Padrão 3 | 0,061 | 0,062 | 0,062 | 0,062 |
| Padrão 4 | 0,041 | 0,040 | 0,039 | 0,040 |
| Padrão 5 | 0,025 | 0,026 | 0,025 | 0,025 |

Anexo H. Valores da curva de ferro-ferrozine obtidos

Nas tabelas H.1, H.2 e H.3 estão representados os valores obtidos para a construção da curvas de calibração de ferro-ferrozine.

Tabela H.1 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 1

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média |
|-----------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------------|
| Branco | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Padrão 1 | 0,498 | 0,500 | 0,501 | 0,500 |
| Padrão 2 | 0,042 | 0,041 | 0,044 | 0,042 |
| Padrão 3 | 0,067 | 0,069 | 0,072 | 0,069 |
| Padrão 4 | 0,016 | 0,020 | 0,019 | 0,018 |
| Padrão 5 | 0,039 | 0,040 | 0,028 | 0,036 |

Tabela H.2 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 2

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média |
|-----------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------------|
| Branco | 0 | -0,003 | -0,004 | -0,003 |
| Padrão 1 | 0,480 | 0,480 | 0,482 | 0,480 |
| Padrão 2 | 0,034 | 0,036 | 0,037 | 0,036 |
| Padrão 3 | 0,065 | 0,069 | 0,065 | 0,065 |
| Padrão 4 | 0,019 | 0,019 | 0,021 | 0,019 |
| Padrão 5 | 0,015 | 0,017 | 0,022 | 0,017 |

Tabela H.3 - Valores obtidos para a curva de calibração ferro-ferrozine_ensaio 3

| Amostra | Absorvância 1 | Absorvância 2 | Absorvância 3 | Absorvância média |
|-----------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------------|
| Branco | 0 | 0,003 | 0,004 | 0,004 |
| Padrão 1 | 0,170 | 0,179 | 0,176 | 0,176 |
| Padrão 2 | 0,021 | 0,032 | 0,029 | 0,029 |
| Padrão 3 | 0,053 | 0,058 | 0,053 | 0,053 |
| Padrão 4 | 0,025 | 0,030 | 0,026 | 0,026 |
| Padrão 5 | 0,037 | 0,037 | 0,036 | 0,036 |

Anexo I. Determinação do poder sequestrante de ferro

1. OBJETIVO

Este procedimento de ensaio tem como objetivo descrever o modo de realização dos ensaios para a determinação do poder sequestrante de ferro.

2. MATERIAL

- Agitador magnético
- Placa de agitação
- Gobelés
- Tubos de tingimento
- Máquina de tingimento
- Papéis de filtro do tipo A
- Funil
- Células para o espetofotômetro

Reagentes:

- Ferro III
- Carbonato de sódio
- Ferrozine
- Sulfato de ferro II
- EDTA

3. PROCEDIMENTO

3.1 AVALIAR A QUANTIDADE DE FERRO VISUALMENTE

- Pesar 200 mg de ferro III e colocar num balão de 1 L;
- Pesar 5 g de carbonato de sódio e adicionar ao balão;
- Adicionar água da torneira até ao traço de referência;

Quando a solução do balão estiver homogeneizada,

- Colocar 100 mL da solução em cada tubo de ensaio para cada ensaio necessário;

- Pipetar 0,2 mL de cada produto a testar e colocar na máquina de tingimento 20 min a 90°C;

-Filtrar a 90 °C com papéis de filtro A.

A figura I.1 apresenta um exemplo dos resultados obtidos para os produtos R, S, T e N.

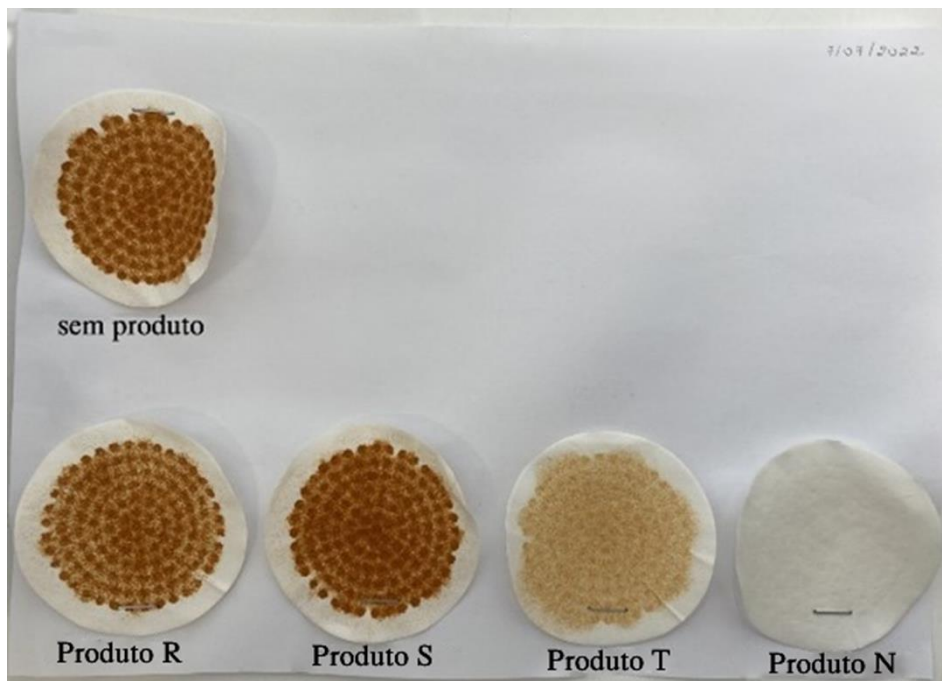


Figura I.1 - Exemplo de resultado obtido para o poder sequestrante de ferro

3.2 AVALIAR A QUANTIDADE DE FERRO QUANTITATIVAMENTE

-Preparar uma solução de 5 mM de ferrozine;

-Preparar uma solução de 2 mM de sulfato de ferro II;

-Preparar uma solução de EDTA 2%.

Para cada amostra que se pretende determinar a absorvância, deve-se preparar um tubo com esta amostra, um tubo padrão e um tubo branco.

Para o tubo da amostra adicionar:

- 1 mL da amostra;

- 3,7 mL de água desionizada;

- 0,1 mL de sulfato de ferro;

- 0,2 mL de ferrozine.

No tubo padrão adicionam-se:

- 4,7 mL de água desionizada;
- 0,1 mL de sulfato de ferro;
- 0,2 mL de ferrozine.

No tubo do branco:

- 1 mL de EDTA 2%;
- 3,7 mL de água desionizada;
- 0,1 mL de sulfato de ferro;
- 0,2 mL de ferrozine.

A figura I.2 mostra um exemplo dos tubos utilizados para medir a absorvâncias dos produtos R, S, T e N.

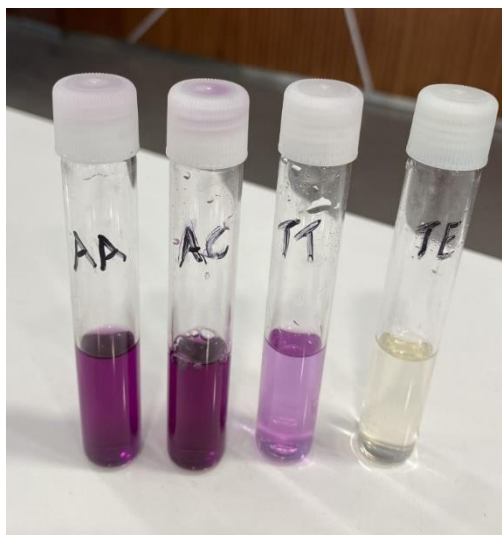


Figura I.2 - Tubos utilizados para medir a absorvância no espetofotômetro

Depois de todas as soluções preparadas, estes tubos devem ser agitados e deixados em repouso durante 20 minutos. Após estes 20 minutos, o espetofotômetro deve ser acertado com o branco e o comprimento de onda definido para 562 nm.

Para determinar a atividade quelante (%) utiliza-se a seguinte fórmula:

$$AQ (\%) = 100 - \left[\left(\frac{A_p - A_t}{A_p} \right) \times 100 \right]$$

Sendo,

AQ- Atividade Quelante

A_p – Absorvância padrão

A_t – Absorvância teste (amostras)