



Universidade do Minho

Escola de Engenharia

Maria Isabel Castro da Costa Alves

**Modificação química do poliéster para
obtenção de efeitos “soil-release”**

Dissertação de Mestrado

Mestrado Integrado em Engenharia Têxtil

Trabalho efetuado sobre a orientação de:

Professor Doutor Jorge Gomes Santos

Professora Doutora Teresa Maria Figueiredo

Passos Ramos Mota Miranda

DECLARAÇÃO

Nome: Maria Isabel Castro da Costa Alves

Endereço eletrónico: mariabelinha15@hotmail.com

Telefone: 917948310

Número do Bilhete de Identidade: 14369177

Título dissertação: Modificação química do poliéster para obtenção de efeitos “soil-release”

Orientador: Doutor Jorge Gomes Santos

Coorientador: Doutora Teresa Maria Figueiredo Passos Ramos Mota Miranda

Ano de conclusão: 2016

Designação do Mestrado: Mestrado Integrado em Engenharia Têxtil

É AUTORIZADA A REPRODUÇÃO PARCIAL DESTA TESE/TRABALHO (indicar, caso tal seja necessário, nº máximo de páginas, ilustrações, gráficos, etc.), APENAS PARA EFEITOS DE INVESTIGAÇÃO, , MEDIANTE DECLARAÇÃO ESCRITA DO INTERESSADO, QUE A TAL SE COMPROMETE;

Universidade do Minho, ___/___/_____

Assinatura: _____

Agradecimentos

A realização deste trabalho não teria sido possível sem a ajuda preciosa de algumas pessoas, por isso gostaria de lhes agradecer. Primeiro gostaria de agradecer ao meu orientador, o Dr. Jorge Santos e à minha coorientadora, a Dr.^a. Teresa Miranda por toda a disponibilidade, sabedoria, atenção, apoio constante, empenho contínuo e orientação ao longo de toda a dissertação. Gostaria de agradecer aos dois, toda a motivação que sempre demonstraram desde o início até ao fim da dissertação, assim como toda a preocupação e ajuda para que não me faltasse nada para poder concluir este trabalho. Gostaria também de agradecer em particular à Dr.^a Teresa Miranda por toda a ajuda e tempo gasto comigo nos laboratórios.

Quero também agradecer à técnica de laboratório Anabela Pereira e ao Eng. Joaquim Jorge, toda a ajuda e disponibilidade fornecida no manuseamento de diferentes aparelhos e materiais.

À colega Marta Fernandes por toda a ajuda e disponibilidade fornecida no equipamento do ângulo de contacto, e também ao colega Fábio Scacchetti por toda a ajuda com o equipamento de permeabilidade ao vapor de água.

Por fim, gostaria de agradecer à minha família e namorado, por todo o apoio, força e motivação durante todo este percurso. Gostaria também de agradecer por terem sempre acreditado em mim, e me terem dado forças para continuar.

Muito obrigada.

Resumo

Pretendeu-se com a realização deste trabalho desenvolver um processo de modificação química das fibras de poliéster, tendo em vista a melhoria das suas propriedades “Soil-Release”. Para tal, procedeu-se à incorporação de um polímero hidrofílico (polietilenoglicol) no substrato, funcionalizando-o de forma a melhorar substancialmente a sua hidrofiliidade e a facilidade de remoção de sujidades.

Numa primeira fase, procedeu-se à saponificação das fibras de poliéster, tendo para o efeito sido estudadas várias condições de tratamento, no sentido de otimizar os resultados obtidos. Esta etapa teve como principal objetivo o incremento da hidrofiliidade do material, permitindo uma melhor penetração da solução de tratamento, bem como aumentar a reatividade do substrato, através da criação de novos grupos funcionais capazes de permitir a posterior ligação do PEG ao material. Após realização de vários ensaios, em diferentes condições de tratamento, concluiu-se que aquelas que permitiam alcançar os objetivos propostos, com a menor degradação das propriedades mecânicas das fibras, consistiam na realização do tratamento utilizando uma solução de NaOH 3M à temperatura de 55 °C, durante 30 minutos.

Concluída a saponificação, procedeu-se à incorporação do polietilenoglicol (PEG) no substrato, tendo-se para o efeito utilizado diferentes massas moleculares médias do polímero, nomeadamente 1000 e 2000 e uma resina DMDHEU (N,N'-dimetilol-4,5-dihidroxi-etileno ureia) modificada, com diferentes concentrações.

A avaliação dos resultados obtidos, no que concerne à facilidade de remoção de sujidades oleosas depositadas nos materiais modificados, foi realizada de acordo com os procedimentos descritos na norma AATCC Test Method 130 – 2000. Para avaliar a hidrofiliidade dos materiais após o tratamento, procedeu-se também à determinação do ângulo de contacto das amostras modificadas.

Analisando os resultados obtidos pela aplicação dos procedimentos descritos na norma AATCC Test Method 130 – 2000, pode concluir-se que a aplicação de PEG 2000, independentemente da concentração de resina utilizada é aquela que produz os melhores resultados. Contudo, no teste de ângulo de contacto foi possível verificar que, no que diz respeito

à hidrofilidade dos materiais, os melhores resultados foram os obtidos pelas amostras tratadas com PEG 2000 na presença de 60 g/L de resina.

Abstract

With the realization of this work, it was intended to develop a process of chemical modification of polyester fibers, with the purpose of improving their "Soil-Release" properties. To this end, we proceeded with the incorporation of a hydrophilic polymer (polyethylene glycol) on the substrate, functionalizing it to substantially improve their hydrophilicity and the ease of removing dirt.

As a first step, one proceeded with the saponification of the polyester fibers. For that purpose, various conditions of treatment in order to optimize the obtained results have been studied. This step had as main goal the increase of the hydrophilicity of the material, in order to allow a better penetration of the treatment solution and to increase the reactivity of the substrate through the creation of new functional groups, able to allow the subsequent connection of the PEG to the material. After several experiments in different conditions of treatment, it was concluded that those which allowed to reach the proposed goals with less degradation of mechanical properties of fibers, consisted in the realization of the treatment using a 3 m NaOH solution at a temperature of 55° C, for 30 minutes.

After the saponification reaction, the polyethylene glycol (PEG) was incorporated into the substrate, using different average molecular weights, namely 1000 and 2000 and a modified DMDHEU (N, N'-dimethylol-4,5 Dihydroxyethylene urea) resin with different concentrations.

The evaluation of the obtained results with regard to the ease of oily dirt deposited in modified materials removal, has been carried out according to the procedures outlined in the AATCC Test Method standard 130-2000. To evaluate the hydrophilicity of the materials after treatment, the measurement of the contact angle of the modified samples was also carried on.

Analyzing the obtained results by applying the procedures described in the standard AATCC Test Method 130-2000, it can be concluded that the application of PEG 2000, regardless of the used resin concentration, is the one that produces best results. However, with the angle of contact test, it was possible to verify that, the best results regarding the materials hydrophilicity, were obtained for the samples treated with PEG 2000 in the presence of 60 g/L of resin.

Índice

1. Introdução	21
1.1. Enquadramento teórico	21
1.2. Justificação do trabalho	22
1.3. Objetivos	22
1.4. Metodologia adotada	23
1.4.1. Definição dos objetivos	23
1.4.2. Pesquisa bibliográfica	23
1.4.3. Desenvolvimento experimental	23
1.4.4. Conclusões finais e proposta de trabalhos futuros	23
1.5. Estrutura da dissertação	24
2. Conceitos teóricos.....	25
2.1. Fibras têxteis.....	25
2.1.1. Classificação das fibras têxteis	25
2.2. Fibra de poliéster	27
2.2.1. Síntese do poliéster	27
2.2.2. Estrutura e morfologia	28
2.2.3. Propriedades físicas.....	29
2.2.4. Propriedades químicas	29
2.2.5. Hidrólise do poliéster	30
2.3. Acabamentos	32
2.3.1. Acabamentos funcionais	33
2.4. Acabamento “soil-release”	35
2.4.1. Detergência	37
2.4.2. Mecanismos que conduzem à deposição de sujidades nos materiais.....	39

2.4.3.	Importância da hidrofili­dade do poliéster no mecanismo soil-release.....	41
2.4.4.	Fatores que afetam a sujidade e a libertação de sujidade	42
2.4.6.	Compostos químicos utilizados nos acabamentos “soil-release”	45
2.4.7.	Avaliação do acabamento soil-release.....	49
2.4.8.	Problemas associados aos acabamentos “soil-release”	51
3.	Desenvolvimento experimental	53
3.1.	Materiais.....	53
3.2.	Químicos.....	53
3.3.	Equipamentos utilizados.....	54
3.4.	Métodos experimentais.....	54
3.4.1.	Hidrólise alcalina do poliéster.....	55
3.4.2.	Determinação da perda de peso	55
3.4.3.	Modificação do poliéster com polietilenoglicol e a resina Adipret P-LF	55
3.4.4.	Avaliação da resistência à tração.....	56
3.4.6.	Avaliação da permeabilidade ao ar	58
3.4.7.	Avaliação da permeabilidade ao vapor de água	59
3.4.8.	Espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR)	60
3.4.9.	Aplicação da calorimetria diferencial de varrimento (DSC) na caracterização de poliésteres saponificados e sem tratamento	62
3.4.10.	Avaliação das propriedades “soil-release”	64
4.	Análise e discussão dos resultados.....	66
4.1.	Hidrólise alcalina do poliéster	66
4.1.1.	Determinação da perda de peso	66
4.1.2.	Avaliação da resistência à tração das amostras de poliéster hidrolisadas em meio alcalino	70

4.1.3.	Avaliação do ângulo de contacto das amostras de poliéster hidrolisadas em meio alcalino	78
4.1.4.	Análise dos poliésteres saponificados e não tratados por Espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR)	83
4.1.5.	Análise dos poliésteres hidrolisados em meio alcalino e não tratados por DSC..	85
4.2.1.	Avaliação das variações de peso associada aos tratamentos com PEG e resina	90
4.2.2.	Avaliação da resistência à tração das amostras de poliéster tratadas pelo processo “pad-dry-cure” na presença de PEG e resina.....	93
4.2.3.	Avaliação do ângulo de contacto das amostras de poliéster tratadas com o processo “pad-dry-cure” com resina e PEG.....	101
4.2.4.	Avaliação da permeabilidade ao ar das amostras tratadas pelo processo “pad-dry-cure” com PEG e resina	106
4.2.5.	Avaliação do índice de permeabilidade ao vapor de água.....	110
4.3.	Avaliação do efeito “soil-release”	113
5.	Conclusões finais e perspetivas futuras	117
	Bibliografia	119
	Anexo I – Ficha técnica da resina Adipret P-LF	A

Índice de figuras

Figura 1: Classificação das fibras têxteis	25
Figura 2: Reação de policondensação entre o ácido teraftálico e o etilenoglicol	28
Figura 3: Hidrólise das fibras de poliéster numa solução alcalina aquosa.....	31
Figura 4: Mecanismo da hidrólise alcalina do Poli (etileno tereftalato).....	32
Figura 5: Processo “soil-release”	36
Figura 6: Interface entre a fibra-água e a partícula oleosa	38
Figura 7: Mecanismo de remoção das partículas oleosas	39
Figura 8: Difusão da água na interface da nódoa de óleo em tecidos hidrofóbicos: sem agente de remoção de sujidade (A); com um polímero de remoção de sujidade (B)	41
Figura 9: Efeito dum acabamento soil-release tendo por base um polímero de acrílica, na remoção dum óleo de motor degradado a partir de tecido de poliéster.	41
Figura 10: Mecanismo do acabamento soil-release com copolímeros de acrílico	46
Figura 11: Copolímero com blocos hidrofílicos e hidrofóbicos na fibra hidrofóbica.....	47
Figura 12: Mecanismo de ação dupla	48
Figura 13: Dinamómetro HOUNSFIELD modelo H10KS	57
Figura 14: Ângulo de contacto de uma superfície hidrofílica e de uma superfície hidrofóbica....	58
Figura 15: Permeabilímetro ao ar utilizado neste trabalho	59
Figura 16: Aparelho “Control dish method” para avaliação da permeabilidade ao vapor de água	60
Figura 17: Esquema de funcionamento de um FTIR	61
Figura 18: Aparelho de FTIR-ATR utilizado neste trabalho	61
Figura 19: Termograma obtido por DSC a 20 °C min ⁻¹ de uma amostra de polietileno. O degrau corresponde à passagem pela T _g , o pico exotérmico à cristalização a frio e o pico endotérmico à fusão. O declive à face ascendente deste pico (onset) é a temperatura de fusão (Martins, 2001).	63
Figura 20: DSC utilizado neste trabalho: Modelo: DSC 822 ^e da Mettler Toledo, com uma capacidade do forno de 200 W, intervalo de temperatura: -65°C a 500 °C, com “intercooler” e uma velocidade de aquecimento/arrefecimento: 1 a 20K/min.	64

Figura 21: Ensaio “soil – release” segundo a norma AATCC Teste “Method” 130 – 2000 efetuado na amostra de PES.....	65
Figura 22: Amostras de poliéster manchadas com óleo de milho.....	65
Figura 23: Valor médio da variação de peso para cada uma das amostras hidrolisadas	67
Figura 24: <i>Boxplot</i> da variação de peso para cada uma das amostras hidrolisadas	68
Figura 25: diferença das médias de variação de peso das amostras hidrolisadas.....	70
Figura 26: Valores médios da resistência à tração para cada amostra hidrolisada no sentido da teia.....	72
Figura 27: <i>Boxplot</i> dos valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da teia.....	72
Figura 28: Diferença das médias de resistência à tração no sentido da teia	74
Figura 29: Valores médios da resistência à tração para as amostras hidrolisadas no sentido da trama	75
Figura 30: <i>Boxplot</i> dos valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da trama	76
Figura 31: Diferença das médias de resistência à tração no sentido da trama	78
Figura 32: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratada com NaOH (2M) à temperatura de 90°C durante 30 minutos c) amostra de poliéster tratada com NaOH (2,5 M) à temperatura de 90°C durante 30 minutos d) amostra de poliéster tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.....	79
Figura 33: Valor médio do ângulo de contacto das amostras estudadas.....	80
Figura 34: <i>Boxplot</i> do ângulo de contacto das amostras sem tratamento e hidrolisadas	81
Figura 35: Diferença das médias do ângulo de contacto das amostras hidrolisadas	83
Figura 36: Espectro de FTIR da amostra de poliéster original.....	84
Figura 37: Espectro de FTIR da amostra de poliéster tratada com uma solução de NaOH (3,0 M) com uma temperatura de 55°C, durante 30 minutos.	84
Figura 38: Sobreposição dos espectros de FTIR das amostras de PES sem tratamento (—) e PES tratado com solução NaOH (3M) á temperatura de 55°C, durante 30 minutos (—).	85
Figura 39: Termograma de DSC obtido para o poliéster sem tratamento.	86

Figura 40: Curva de DSC do PES tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.....	86
Figura 41: Quadro resumo da saponificação do poliéster.....	88
Figura 42: Valores médios da variação de peso das amostras tratadas	91
Figura 43: Boxplot da variação de peso das amostras tratadas	91
Figura 44: Diferença das médias de variação de peso das amostras tratadas	93
Figura 45: Valores médios da resistência à tração no sentido da teia	94
Figura 46: <i>Boxplot</i> da resistência á tração no sentido da teia.....	95
Figura 47: Diferença das médias da resistência à tração no sentido da teia	97
Figura 48: Valor médio da resistência à tração no sentido da trama	98
Figura 49: <i>Boxplot</i> da resistência à tração no sentido da trama	98
Figura 50: Diferença das médias da resistência à tração	100
Figura 51: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratado com PEG (massa molecular média, 1000) e resina Adipret P-LF (60 g/L) c) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 1000) e resina Adipret P-LF (120 g/L).	101
Figura 52: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 2000) e resina Adipret P-LF (60 g/L) c) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 2000) e resina Adipret P-LF (120 g/L).	101
Figura 53: Valor médio do ângulo de contacto.....	102
Figura 54: <i>Boxplot</i> para o ângulo de contacto.....	103
Figura 55: Diferença das médias do ângulo de contacto.....	105
Figura 56: Valores médios da permeabilidade ao ar	107
Figura 57: <i>Boxplot</i> da permeabilidade ao ar	107
Figura 58: Diferença das médias da permeabilidade ao ar.....	109
Figura 59: Valores médios do índice de permeabilidade ao vapor de água	111
Figura 60: Boxplot do índice de permeabilidade ao vapor de água.....	111
Figura 61: Diferença das médias do índice de permeabilidade ao vapor de água	113
Figura 62: Provetes utilizados na avaliação das propriedades soil-release	114

Figura 63: Quadro resumo do tratamento do poliéster com PEG na presença de uma resina com diferentes concentrações. 115

Índice de tabelas

Tabela 1: Propriedades físicas do poliéster.....	29
Tabela 2: Variação do peso das amostras de poliéster após hidrólise alcalina	67
Tabela 3: ANOVA para a variação média de peso das amostras hidrolisadas.....	68
Tabela 4: Teste de Tukey das amostras hidrolisadas	69
Tabela 5: Resultados obtidos nos ensaios de resistência à tração no sentido das teia dos tecidos de poliéster tratados com NaOH	71
Tabela 6: ANOVA para os valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da teia.....	73
Tabela 7: Teste de Tukey para os valores de resistência à tração no sentido da teia.....	73
Tabela 8: Resultados obtidos nos ensaios de resistência à tração no sentido da trama dos tecidos de poliéster tratados com NaOH.....	75
Tabela 9: ANOVA das médias da resistência á tração no sentido da trama.....	76
Tabela 10: Teste de Tukey para as médias de resistência à tração no sentido da trama.....	77
Tabela 11: Valores médios do ângulo de contacto das amostras sem tratamento e hidrolisadas	80
Tabela 12: ANOVA para o ângulo de contacto das amostras hidrolisadas.....	81
Tabela 13: Teste de Tukey para o ângulo de contacto das amostras hidrolisadas.....	82
Tabela 14: Estudo das entalpias de fusão (ΔH) e temperaturas de fusão (T_f) obtidas por DSC, para as amostras: PES não tratado e PES tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.	87
Tabela 15: Valores médios da variação de peso das amostras tratadas	90
Tabela 16: ANOVA para a variação de peso das amostras tratadas.....	92
Tabela 17: Teste de Tukey para a variação de peso das amostras tratadas.....	92
Tabela 18: Valores médios da resistência à tração para as amostras tratadas no sentido da teia	94
Tabela 19: ANOVA da resistência à tração no sentido da teia.....	95
Tabela 20: Teste de Tukey para a resistência à tração no sentido da teia.....	96
Tabela 21: Valor médio da resistência à tração no sentido da trama.....	97
Tabela 22: ANOVA da resistência à tração no sentido da trama	99
Tabela 23: Teste de Tukey para a resistência á tração no sentido da trama	99

Tabela 24: Valor médio do ângulo de contacto das amostras tratadas	102
Tabela 25: ANOVA para o ângulo de contacto	103
Tabela 26: Teste de Tukey do ângulo de contacto	104
Tabela 27: Valores médios da permeabilidade ao ar.....	106
Tabela 28. ANOVA da permeabilidade ao ar	108
Tabela 29: Teste de Tukey para a permeabilidade ao ar	108
Tabela 30: Valores médios do índice de permeabilidade ao vapor de água	110
Tabela 31: ANOVA para o índice de permeabilidade ao vapor de água.....	112
Tabela 32: Teste de Tukey para o índice de permeabilidade ao vapor de água.....	112
Tabela 33: Avaliação do grau de "soil-release"	114

Siglas e abreviaturas

PES – Poliéster

PEG – Polietilenoglicol

DMDHEU –N,N'-dimetilol-4,5-dihidroxi-etileno ureia

IV – Infravermelho

FTIR - Infravermelho com transformadas de Fourier

ATR - Refletância total atenuada

DSC - Calorimetria diferencial de varrimento

T_f - Temperatura de fusão

ΔH_f - Entalpia de fusão

T_g – Temperatura de transição vítrea

1. Introdução

1.1. Enquadramento teórico

Com o aumento contínuo da utilização de fibras sintéticas nos últimos quinze anos, muitas investigações têm sido realizadas com o objetivo de melhorar as propriedades químicas e físicas das fibras sintéticas (Elnagar, et al., 2014, p. 1).

As fibras sintéticas são obtidas por extrusão e apresentam vantagens como elevada resistência, rigidez, elasticidade e custo relativamente baixo. As desvantagens do uso de fibras sintéticas são a falta de conforto ao utilizar peças produzidas com estas fibras, a acumulação de cargas eletrostáticas, a tendência à formação de pilling, as fracas propriedades de “soil-release” e a dificuldade em se tingirem. Estas desvantagens estão largamente associadas à sua natureza hidrofóbica. Para tornar as suas superfícies hidrofílicas, são utilizados vários métodos de modificação física e química (Elnagar, et al., 2014, p. 1).

O acabamento “soil-release” é um acabamento químico que aumenta a facilidade de remoção de sujidade nas usuais condições de lavagem doméstica. A capacidade de remoção da sujidade de um determinado material têxtil depende do tipo de fibras a partir do qual é produzido e dos tipos de agentes de acabamento aplicados. As fibras naturais tais como algodão e a lã exibem pouca repelência à sujidade. Algumas fibras sintéticas, como o poliéster, além de um baixo nível de repelência das sujidades, manifestam de igual forma elevada dificuldade na sua remoção das fibras. O aumento da procura de materiais têxteis produzidos com misturas de algodão ou lã com poliéster tornou a resolução deste problema ainda mais premente (Pavlidou & Paul, 2015, p. 102).

O acabamento “easy-care” incorporado em materiais têxteis produzidos com fibras de algodão e fibras sintéticas, começou a ser aceite pelos consumidores na década de 60. Contudo, constataram que a limpeza dos materiais que incorporavam este tipo de acabamentos apresentava maiores dificuldades. Com o objetivo de solucionar estes problemas vários trabalhos de investigação têm vindo a ser desenvolvidos ao longo dos últimos anos. Assim, foi recentemente descoberta a possibilidade de aplicar acabamentos “soil-release” diretamente sobre as fibras. Tecidos com este tipo de acabamentos manifestam elevada facilidade de remoção de sujidades de vários tipos, podendo ser aplicados em várias áreas, nomeadamente

na produção de materiais para utilização em atividades ao ar livre (Schindler & Hauser, 2004, p. 132).

Além da maior facilidade de limpeza, os materiais submetidos a acabamentos “soil-release” exibem também uma maior proteção contra a redeposição das sujidades durante a lavagem (Schindler & Hauser, 2004, p. 132).

1.2. Justificação do trabalho

Hoje em dia, a indústria têxtil tem-se deparado com uma necessidade enorme de inovar para fazer face a todas as exigências dos consumidores. As fibras sintéticas são cada vez mais utilizadas, em parte devido às suas propriedades “easy-care” que ajudam o consumidor final na gestão do seu tempo. Contudo, estas fibras são hidrofóbicas, e por isso, apresentam dificuldades na remoção de sujidades prejudicando assim a gestão do tempo do consumidor final.

Assim, o objetivo deste trabalho consiste em desenvolver um acabamento “soil-release” que permita a eliminação de nódoas, sem ser necessário recorrer a gastos dispendiosos e demorados, como lavandarias, sendo possível resolver o problema recorrendo a uma simples lavagem doméstica.

1.3. Objetivos

Pretende-se com a realização deste trabalho desenvolver um acabamento funcional “soil-release” que permita aumentar de forma substancial e duradoura a facilidade de limpeza das fibras de poliéster. Neste contexto, será dada especial atenção à remoção de sujidades oleosas, dada a habitual dificuldade associada à sua remoção das fibras de poliéster não tratadas, nas condições usuais de lavagem doméstica. O acabamento a desenvolver resultará da incorporação de copolímeros hidrofílicos na estrutura da fibra nomeadamente polietilenoglicol.

Na sequência do conjunto de tratamentos a realizar, pretende-se, de igual forma melhorar o toque do material, conferindo-lhe um carácter mais agradável e sedoso, bem como melhorar substancialmente a sua hidrofiliidade, contribuindo dessa forma para tornar mais confortáveis as peças de vestuário que venham a ser produzidas a partir desses materiais.

A concretização dos objetivos propostos não poderá, no entanto, colocar em causa as propriedades mecânicas dos materiais ao ponto de inviabilizar a sua utilização na produção de vestuário

1.4. Metodologia adotada

Para a elaboração deste trabalho recorreu-se à seguinte metodologia:

1.4.1. Definição dos objetivos

A primeira fase e a mais importante para o desenvolvimento da dissertação é a elaboração de objetivos. Esta fase é muito importante, porque permite que a investigação não se disperse por assuntos menos importantes para o tema.

1.4.2. Pesquisa bibliográfica

A segunda fase de desenvolvimento deste trabalho pretende o levantamento bibliográfico acerca das fibras de poliéster, desde a sua síntese, a sua estrutura e morfologia, assim como, as suas propriedades físicas e químicas. Pretende-se igualmente reunir e analisar informação científica sobre os acabamentos tanto químicos como físicos.

Por fim, pretende-se ainda recolher e reunir informação acerca do acabamento “soil-release”, os seus mecanismos, reagentes utilizados, assim como, a sua avaliação. Assim, deve utilizar-se como suporte de pesquisa artigos científicos, livros de autores credíveis, conferências e patentes.

1.4.3. Desenvolvimento experimental

Tendo por base a pesquisa bibliográfica efetuada na fase anterior, torna-se necessário estabelecer as especificações do tecido e do acabamento em estudo, assim como efetuar o plano de testes laboratoriais que possa levar à obtenção das conclusões mais relevantes para o estudo em questão.

Serão realizados vários testes laboratoriais, nomeadamente a avaliação do peso/m², propriedades mecânicas dos materiais, permeabilidade ao ar e ao vapor de água, determinação do ângulo de contacto e propriedades “soil-release”.

1.4.4. Conclusões finais e proposta de trabalhos futuros

Nesta última fase do trabalho são apresentadas as conclusões mais significativas retiradas ao longo do trabalho e é aqui onde o trabalho é todo apresentado de uma forma crítica e apreciativa. Nesta fase devem ser apresentados melhoramentos a ser tomados na realização de trabalhos futuros. Através da análise de resultados concluir-se-á acerca das condições mais favoráveis para a aplicação do acabamento.

1.5. Estrutura da dissertação

A dissertação é composta por 5 capítulos: Introdução, Conceitos teóricos, Procedimento experimental, Testes efetuados e sua análise e por último Conclusão e Perspectivas futuras.

No Capítulo 1 é feita uma breve apresentação introdutória contendo a introdução, enquadramento teórico, justificação do trabalho, objetivos, metodologia adotada e a estrutura da presente dissertação.

O Capítulo 2 inclui a parte referente aos conceitos teóricos, do assunto tratado neste trabalho, que inclui informações sobre a fibra de poliéster, os acabamentos e as resinas têxteis, assim como, informação sobre o acabamento “soil-release”.

No Capítulo 3 é descrito o procedimento experimental usado, nomeadamente todo o pré-tratamento efetuado antes do acabamento, assim como, o procedimento da aplicação do acabamento “soil-release”. Neste capítulo são ainda descritos todos os testes efetuados ao longo do trabalho.

No Capítulo 4 apresentam-se todos os resultados obtidos assim como, a sua análise e discussão.

Por fim, no Capítulo 5 apresentam-se as conclusões finais e perspectivas futuras do trabalho desenvolvido.

2. Conceitos teóricos

2.1. Fibras têxteis

O termo "fibra têxtil" é definido como qualquer produto suscetível de ser tecido, ou qualquer produto que possa ser transformado em tecido, através de várias etapas. A fibra pode ainda ser comparada a um cabelo, pois apresenta um diâmetro pequeno em relação ao seu comprimento. As fibras são as unidades fundamentais utilizadas na construção de fios têxteis e tecidos e podem definir quase todos os aspectos dos têxteis acabados (Bieap, s.d.).

As fibras têxteis precisam de ser fortes o suficiente para manter a sua forma, flexíveis o suficiente para serem moldadas e duráveis o suficiente para durarem o mesmo tempo que o substrato têxtil. As fibras têxteis têm ainda que apresentar no mínimo 5 milímetros de comprimento. Caso as fibras não apresentem esse comprimento, não podem ser fiadas em conjunto (Muscato, 2003).

2.1.1. Classificação das fibras têxteis

De acordo com a fonte a partir da qual as fibras são obtidas, as fibras têxteis podem ser divididas em dois grandes grupos: fibras naturais e fibras não naturais.

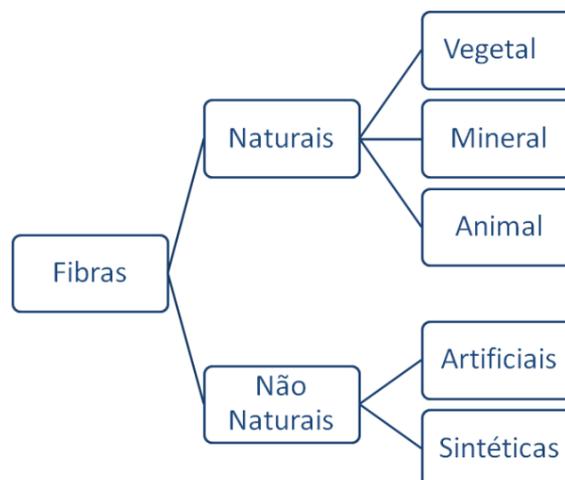


Figura 1: Classificação das fibras têxteis

2.1.1.1. Fibras vegetais

As fibras derivadas de plantas são designadas de fibras vegetais. Um dos materiais básicos das fibras vegetais é a celulose. A celulose é composta por elementos como carbono, hidrogénio e oxigénio. Estas fibras de celulose apresentam certas propriedades comuns como baixa elasticidade, alta densidade e boa condutividade térmica. As fibras vegetais são também altamente absorventes e resistentes a altas temperaturas. O linho, o algodão, a juta e o rami são alguns dos exemplos de fibras vegetais (Bieap, s.d.).

2.1.1.2. Fibras animais

As fibras obtidas a partir de animais são designadas de fibras de origem animal. Lã e seda são alguns exemplos dessas fibras. As fibras animais são constituídas por moléculas de proteína e os elementos básicos presentes nas moléculas de proteína são carbono, hidrogénio, oxigénio e azoto. Estas fibras apresentam alta resiliência quando secas, mas fraca quando molhadas e apresentam má condutividade térmica (Bieap, s.d.).

2.1.1.3. Fibras minerais

As fibras minerais são obtidas a partir de materiais inorgânicos e são utilizadas principalmente na produção de tecidos à prova de fogo. O amianto é um exemplo de uma fibra mineral. As fibras minerais são ignífugas e resistentes aos ácidos, sendo especialmente utilizadas para fins industriais (Bieap, s.d.).

2.1.1.4. Fibras artificiais

As fibras artificiais são obtidas por dissolução ou por tratamento químico de polímeros orgânicos naturais, por exemplo a celulose, para produzir polímeros como o cupro e a viscose. Estas fibras podem ainda ser obtidas por modificação química de polímeros orgânicos naturais, como a caseína e outras proteínas ou ácido algínico, para produzir polímeros tais como o acetato de celulose ou o alginato (Anon., 2011).

2.1.1.5. Fibras sintéticas

As fibras sintéticas são obtidas através da polimerização de monómeros orgânicos para produzir polímeros, tais como poliamidas, poliésteres, poliolefinas ou poliuretanos. Estas fibras podem ainda ser obtidas por modificação química de polímeros produzidos por este processo,

por exemplo, o poli (álcool de vinilo) é obtido através da hidrólise do poli (acetato de vinilo) (Anon., 2011).

2.2. Fibra de poliéster

Na Diretiva 66/74/CE do Parlamento Europeu e do Conselho de 16 de dezembro de 1996, relativa às denominações têxteis, a fibra de poliéster é descrita como sendo uma fibra formada por macromoléculas lineares cuja cadeia contem, pelo menos 85% em massa, dum éster, dum diol e do ácido teraftálico.

A fibra de Poliéster (PES) é uma fibra têxtil de enorme importância comercial e é um polímero formado por policondensação do ácido teraftálico com o diol etileno glicol. As fibras de poliéster são altamente flexíveis e resistentes ao enrugamento, possuem elevada durabilidade e estabilidade dimensional, e são resistentes ao ataque químico e ambiental (Needles, 1986, p. 80).

Contudo, as fibras de poliéster são hidrofóbicas. A sua recuperação de humidade é menor que 0,5% de acordo com as condições de humidade relativa normais (65%), levando a um mau desempenho em relação à gestão da humidade, propriedades anti-estáticas e de limpeza para manchas hidrofóbicas (Wang & Zhejiang, 2009, p. 271).

Estas fibras são utilizadas em diversos campos da têxtil, nomeadamente vestuário, têxtil lar e aplicações industriais. No que diz respeito ao vestuário, estas fibras normalmente são utilizadas em misturas com outras fibras como algodão, lã e viscose (Vasconcelos, 2005, p. 2).

2.2.1. Síntese do poliéster

A reação de policondensação entre dois grupos funcionais diferentes, um diácido (ácido teraftálico) e um diálcool (etilenoglicol), à temperatura de 280°C dá origem a outro grupo funcional éster (polietileno teraftalato), formando-se o poliéster. O álcool metílico formado é destilado e o éster diglicólico é pré-condensado no decurso desta operação. A constituição química do poliéster fabricado à base de etilenoglicol e ácido teraftálico está representada na figura a seguir (Carneiro, 2003, pp. 18-19).

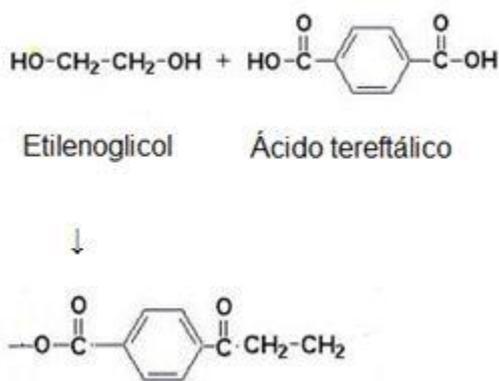


Figura 2: Reação de policondensação entre o ácido tereftálico e o etilenoglicol

De seguida o polímero é extrudido por fusão, a uma temperatura de 260 °C e depois da extrusão, os filamentos sofrem um estiramento para orientar as macromoléculas segundo o eixo da fibra. Através deste processo de estiragem obtém-se a cristalinidade do poliéster, pois as cadeias moleculares do poliéster ficam bastante rígidas como consequência da presença dos grupos ésteres do poli (etileno tereftalato). Os anéis aromáticos deste tendem a agrupar-se de um modo orientado e ordenado, formando-se cristais muito resistentes (Carneiro, 2003, p. 19).

Aas fibras de poliéster são geralmente suaves e de forma cilíndrica alongada com secções transversais redondas ou trilobais (Needles, 1986, p. 81).

2.2.2. Estrutura e morfologia

Num polímero, a sua densidade varia com o grau de perfeição dos cristais. As cadeias moleculares estão ligeiramente inclinadas em relação ao eixo da fibra. Os segmentos alifáticos (-CH₂-CH₂-) adotam uma configuração trans e o agrupamento das cadeias é bastante apertado implicando falta de espaço livre.

Nas fibras de poliéster as forças de atração entre os átomos e as moléculas vizinhas, denominam-se por forças de Van der Waals. Estas forças de atração não são muito fortes, e por isso conclui-se que o elevado ponto de fusão da fibra não deve ser atribuído a forças de atração fortes entre as moléculas, mas sim à rigidez do anel aromático e às ligações éster.

As fibras convencionais utilizadas na indústria têxtil apresentam uma estrutura cristalina – orientada, com uma grande proporção de regiões de ordem intermédia. Essas regiões intermédias, segundo o modelo clássico, situam-se entre as regiões cristalinas e amorfas. De um modo geral, pode dizer-se que as regiões cristalinas estão divididas em duas partes que diferem

na orientação. Podem distinguir-se como frações cristalinas anisotrópicas (orientadas) e isotrópicas (desorientadas) (Vasconcelos, 2005, p. 4).

2.2.3. Propriedades físicas

As fibras de poliéster apresentam uma secção transversal reduzida. Os valores de tenacidade, alongamento à rutura e resistência à rutura, apresentados na tabela abaixo, dependem do estiramento e da temperatura de estabilização (orientação e cristalinidade) da fibra. A amplitude destes intervalos é grande como consequência das grandes possibilidades que o polímero oferece para preparar fibras com propriedades muito diferentes (Vasconcelos, 2005, p. 4).

Estas fibras sintéticas são pouco elásticas, e a sua recuperação ao alongamento é menor quando comparada com a poliamida. Contudo, a recuperação à deformação por flexão é excelente devido à rigidez intrínseca destas fibras. Daqui resulta a alta resistência à formação de rugas nos artigos de PES (Vasconcelos, 2005, p. 5).

A fibra apresenta ainda condutividade térmica moderada e alta resistência (Needles, 1986, p. 83). Outras das propriedades físicas da fibra de poliéster são apresentadas na tabela em baixo.

Tabela 1: Propriedades físicas do poliéster

Propriedades Físicas	Poliéster (PES)
Densidade	1,38 g/cm ³
Tenacidade	23 – 80 cN/Tex
Alongamento à rutura	8 – 50%
Resistência à rutura	250 – 1200 cN/Tex
Temperatura de fusão	260°C
Temperatura de transição vítrea	67°C
Temperatura de cristalização	100°C

2.2.4. Propriedades químicas

As fibras de poliéster são altamente hidrófobas, a sua capacidade de retenção da água varia entre 2–5%. O poliéster apresenta uma excelente resistência aos ácidos inorgânicos (H₂SO₄,

HCl, HNO₃, H₃PO₄) em concentrações diluídas, e a ação destes na fibra depende da concentração, temperatura e tempo de atuação. A ação dos ácidos pode traduzir-se na perda de resistência da fibra ou na sua dissolução (concentrações de H₂SO₄ > 83%).

Verifica-se que o ataque produzido pelo ácido clorídrico é mais intenso que o ataque produzido pelo ácido sulfúrico, e esta característica é atribuída às diferenças de velocidade de difusão no interior da fibra. Devido ao seu volume molecular, a ação do ácido sulfúrico localiza-se à superfície da fibra e produz-se a hidrólise do polímero a ácido teraftálico, antes que haja a difusão para o interior da fibra. Por este motivo, um tecido muito atacado pelo H₂SO₄ conserva uma excelente flexibilidade.

As fibras de PES possuem uma adequada resistência às bases, especialmente às que são utilizadas na lavagem, devido ao elevado grau de orientação. As bases fortes atacam a superfície da fibra e as bases fracas penetram no interior da fibra, modificando as suas propriedades físicas.

A velocidade da hidrólise superficial depende da concentração de base e da temperatura. Se estas variáveis forem adequadamente combinadas implicam a eliminação da camada superficial e podem conseguir-se efeitos de acabamento positivos pois produzem uma superfície ligeiramente ondulada, que confere aos artigos um toque mais suave.

As fibras de poliéster a altas temperaturas incham e dissolvem-se na presença de fenóis, ácido cloroacético e alguns hidrocarbonetos clorados.

Devido ao seu carácter hidrofóbico, à elevada cristalinidade, e à orientação relativamente elevada das regiões desordenadas, as fibras de PES são difíceis de tingir, por isso, o tingimento é feito a altas temperaturas (120 – 130 °C) ou a 100 °C na presença de “carriers” (Vasconcelos, 2005, pp. 5-6).

Quando exposta à luz solar, a fibra sofre lentamente um ataque oxidativo, sem mudança de cor mas com uma perda lenta de resistência (Needles, 1986, p. 83).

2.2.5. Hidrólise do poliéster

As fibras têxteis, sejam elas naturais (algodão, seda, lã, linho, entre outros) ou sintéticas (poliéster, poliamida, acrílica, entre outros) contêm impurezas naturais ou adicionadas. No caso das fibras sintéticas, como o poliéster, muitos aditivos, em especial agentes lubrificantes adicionados durante o processamento podem estar presentes na superfície da fibra. Estas

impurezas tornam a superfície da fibra têxtil muito hidrofóbica dificultando as operações de tingimento e acabamento. Assim, estas impurezas devem ser removidas nas fases de preparação ou de pré-tratamento. No caso de tecidos, os encolantes, principalmente amido, derivados de amido e álcool polivinílico - têm também que ser removidos (Wang & Zhejiang, 2009, p. 271).

As soluções alcalinas são frequentemente utilizadas nas preparações dos materiais têxteis, a fim de remover as impurezas da superfície do tecido de forma eficaz. A soda cáustica (NaOH), o carbonato de sódio (Na_2CO_3) e os fosfatos são os reagentes alcalinos mais frequentemente utilizados, muitas vezes juntamente com surfactantes e agentes sequestrantes, e às vezes com agentes oxidantes ou redutores. As soluções alcalinas, promovem o inchamento das impurezas podendo mesmo hidrolisá-las de forma a que possam ser facilmente removidas por lavagem (Wang & Zhejiang, 2009, p. 271).

Assim, sob as condições adequadas, os grupos éster hidrofóbicos das fibras de poliéster podem ser hidrolisados para formar grupos hidrofílicos, nomeadamente, grupos carboxílicos e hidroxilos, figura 3. Uma das formas de aumentar a hidrofiliidade do poliéster é hidrolisando alguns dos seus grupos éster na superfície do poliéster (Wang & Zhejiang, 2009, p. 271).

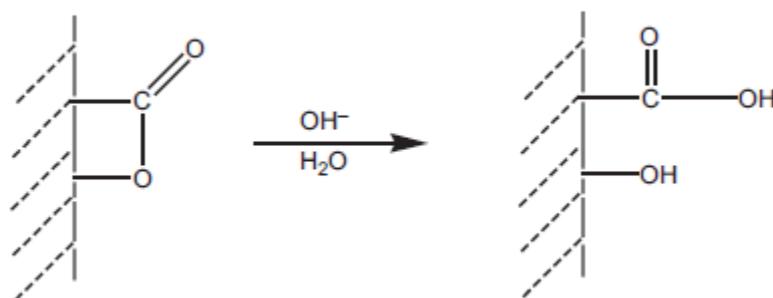


Figura 3: Hidrólise das fibras de poliéster numa solução alcalina aquosa

O mecanismo de hidrólise alcalina do poliéster é ilustrado na figura 4. A reação do hidróxido de sódio com o poliéster é iniciada pelo ataque nucleofílico dos iões hidroxilos sobre os carbonos dos grupos carbonilo deficientes de elétrões levando à quebra da das ligações éster ao longo das cadeias produzindo grupos carboxilo e hidroxilo na superfície da fibra. Na presença de

um álcali, a reação prossegue pois o ácido libertado é imediatamente convertido num anião carboxilato (Wang & Zhejiang, 2009).

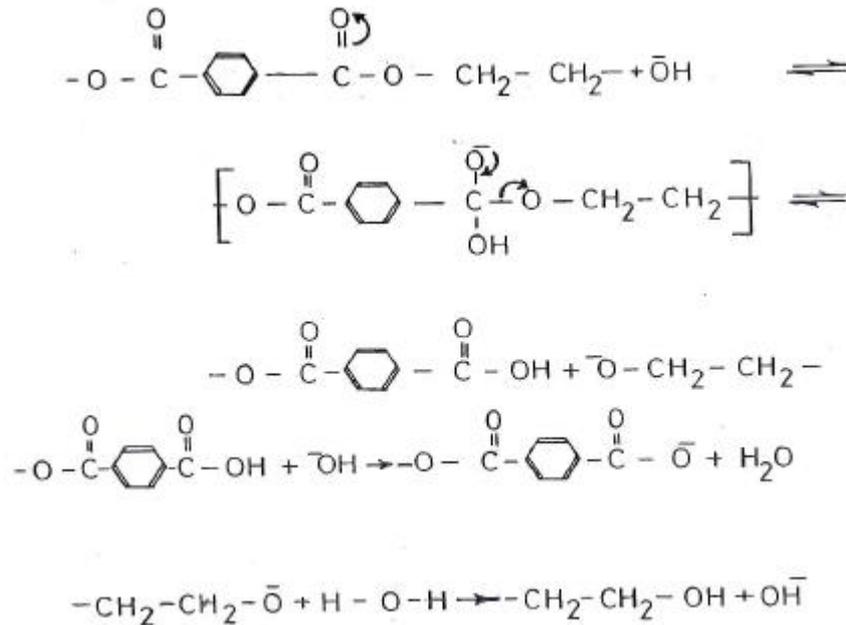


Figura 4: Mecanismo da hidrólise alcalina do Poli (etileno tereftalato)

A lavagem doméstica ocorre principalmente em soluções aquosas alcalinas e por isso, os tecidos de poliéster estão sujeitos à hidrólise lenta da superfície, o que torna a superfície da fibra mais hidrófila e menos propensa para a retenção e redeposição de manchas de óleo e ácidos gordos (Wang & Zhejiang, 2009, p. 272).

2.3. Acabamentos

O tratamento químico dos substratos têxteis envolve três grandes fases: pré-tratamento, tingimento e acabamento. O acabamento é a última fase do processo, e tem por objetivo conferir aos artigos têxteis, propriedades e características adequadas, quer do ponto de vista estético, quer do ponto de vista funcional, satisfazendo as necessidades do mercado e, de uma forma particular, as exigências técnicas da indústria da confeção (Sousa, 2010, p. 19).

Algumas das propriedades a ser melhoradas são o aspeto, brilho, toque, resistência ao amarrotamento, estabilidade dimensional, entre outros e para isso é necessário ter em atenção

o tipo de fibras, como foi tecido, como foi branqueado e que tipo de corantes foram utilizados no tingimento.

Os acabamentos têxteis podem ser divididos em dois grandes grupos: acabamentos mecânicos e acabamentos químicos. Os acabamentos mecânicos vão alterar as propriedades dos tecidos apenas por ação mecânica. Os acabamentos químicos baseiam-se na aplicação de substâncias que vão reagir com as fibras ou cuja simples presença no tecido atua sobre as suas propriedades. Na maior parte dos casos combina-se a ação mecânica com a ação química (Vilas Boas, 2012, p. 8).

Os acabamentos mecânicos são normalmente realizados no fio ou no substrato têxtil formado, enquanto que os acabamentos químicos podem ser adicionados à solução de extrusão antes da formação de fibras sintéticas, ou aplicado a fibras individuais, fios, ou a estruturas têxteis completas (Needles, 1986, p. 210)..

2.3.1. Acabamentos funcionais

O desenvolvimento técnico de estratégias para aumentarem o conhecimento na área têxtil, de forma a serem correspondidas as exigências do consumidor, tem levado a uma junção entre a indústria e o ensino (Jocic, s.d., p. 40).

Existem assim, hoje em dia, dois métodos utilizados para corresponder às exigências do consumidor: desenvolvimento e utilização de fibras funcionais e acabamentos funcionais. O desenvolvimento de fibras funcionais baseia-se no processo de incorporação de substâncias químicas ativas, na fase de produção, tendo aumentando bastante hoje em dia. Contudo, é bem conhecido que o acabamento têxtil, tem um papel fundamental na modificação da aparência e textura, assim como no desempenho que os tecidos irão apresentar dependendo da finalidade pelo qual foi produzido. Os acabamentos funcionais são assim uma área muito explorada pela indústria têxtil, uma vez que envolvem técnicas de modificação da superfície que podem ser obtidas mesmo na última fase de produção do material têxtil. Assim, os acabamentos funcionais permitem a utilização de fibras têxteis tradicionais, permitindo simultaneamente atingir valores que serão capazes de estimular e capturar potenciais mercados de consumidores (Jocic, s.d., p. 41).

A estrutura da superfície e o comportamento das fibras têxteis são de extrema importância para as propriedades finais dos materiais têxteis após produção. Ao utilizar métodos de modificação da superfície sobre materiais têxteis tradicionais, obtêm-se a funcionalização destes. Essas novas funcionalidades levam ao desenvolvimento de novos materiais têxteis que apresentam maiores níveis de conforto, segurança, estética e desempenho funcional (Jocic, s.d., p. 41).

Os acabamentos funcionais podem ser divididos em duas categorias: acabamentos funcionais físicos e acabamentos funcionais químicos. Alguns exemplos de acabamentos funcionais físicos que atualmente atraem grande atenção são: tratamento com plasma a baixa temperatura; tratamento com ozono; tratamento com radiação UV e radiação laser. Os exemplos de acabamentos funcionais químicos são: a ativação da superfície do material têxtil através da incorporação de grupos reativos; revestimento da superfície do material têxtil através da incorporação de substâncias orgânicas; revestimento do material por incorporação de substâncias inorgânicas; condensação de “sol-gel”; entre outros. Atualmente, os acabamentos funcionais químicos são mais utilizados, contudo a combinação destes acabamentos com acabamentos funcionais físicos tem vindo a aumentar (Jocic, s.d., p. 41).

2.3.1.1. Acabamentos de repelência

Os acabamentos que repelem a água, o óleo e a sujidade seca são importantes em todos os setores do mercado têxtil, seja para o vestuário ou para os têxteis-lar. A repelência à água é conseguida utilizando diferentes grupos de produtos, mas a repelência ao óleo é atingida apenas com polímeros fluorcarbonados.

O acabamento de repelência mais antigo é o acabamento que repele água. O objetivo deste acabamento é evidente, as gotas de água não devem ser absorvidas pela superfície do material têxtil e não devem molhar o tecido. As gotas devem ficar na superfície e escorrerem facilmente. De forma semelhante, os acabamentos repelentes de óleo devem evitar que os fluidos oleosos penetrem nos têxteis tratados. De forma semelhante, os acabamentos repelentes às nódoas devem proteger os têxteis tanto das nódoas secas como das húmidas. Em todos os casos, a permeabilidade ao ar do tecido acabado não deve ser significativamente reduzida.

Deve no entanto estabelecer-se a diferença entre aquilo que se classifica como um material repelente à água e um material impermeável à água. Assim, um material têxtil impermeável deve resistir à pressão hidrostática exercida por uma coluna de água de pelo menos um metro de altura antes que as primeiras gotas de água penetrem através do tecido. Na prática, isto é conseguido principalmente com revestimentos que têm como desvantagens a rigidez, a falta de permeabilidade ao ar e ao vapor de água e conseqüentemente, afetam significativamente os níveis de conforto proporcionados pelos materiais (Schindler & Hauser, 2004, pp. 114-115).

Além dos efeitos de repelência pretendidos, existe um conjunto de propriedades dos materiais têxteis que são também beneficiadas com a realização deste tipo de acabamentos, nomeadamente o ângulo de recuperação da ruga, a velocidade de secagem e a resistência a ácidos, bases e outros agentes químicos.

Associados aos efeitos benéficos resultantes dos acabamentos de repelência, encontramos também alguns inconvenientes que podem resultar da sua realização. Assim surgem frequentemente problemas relacionados com a formação de eletricidade estática, dificuldades na remoção de sujidades nas lavagens em meio aquoso, rigidez do tecido, redeposição de sujidades durante a lavagem e aumento da inflamabilidade dos materiais (Schindler & Hauser, 2004, p. 115).

2.4. Acabamento “soil-release”

A expressão “soil-release” refere-se à capacidade de libertação da sujidade através das operações de lavagem. O objetivo deste tratamento não é evitar que um têxtil se suje, ou reduzir a sua tendência para absorver sujidades, mas sim facilitar a remoção da sujidade por meio de limpeza em meio aquoso. A maioria dos tipos de sujidades é hidrofóbica e aderem bem a fibras sintéticas hidrofóbicas, como o poliéster. A acumulação de eletricidade estática nas fibras sintéticas também contribui para uma maior acumulação de sujidades, quando comparada com fibras mais hidrofílicas. A eletricidade estática é mais facilmente dissipada em fibras como o algodão, dada a sua maior capacidade de absorção de humidade.

Devido a essa maior absorção de sujidades, o acabamento “soil-release” é utilizado principalmente nos tecidos de poliéster e na produção de artigos têxteis destinados a têxteis-lar ou roupa interior.

O acabamento “soil-release”, como demonstra a figura 6, baseia-se num processo que melhora as propriedades hidrófilicas das fibras, de tal maneira que a sujidade, particularmente a sujidade repelente à água, possa ser removida mais facilmente durante os ciclos de lavagem doméstica. A figura abaixo representada explica a relação que se estabelece entre a nódoa e o detergente durante a lavagem: a parte mais longa da molécula do detergente (a parte apolar e hidrofóbica) fica orientada para a nódoa, enquanto que a parte hidrofílica (polar) permanece orientada para o meio aquoso.

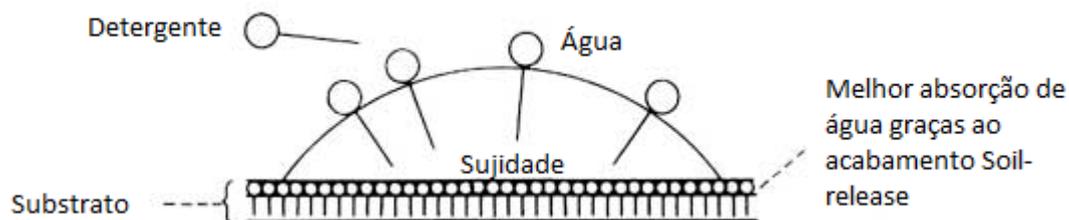


Figura 5: Processo “soil-release”

Através da figura 5 é possível observar que o efeito do acabamento “soil-release” é obtido através da utilização de um agente químico que tem a capacidade de formar, na superfície do tecido, uma camada, que é capaz de reduzir a atração da nódoa para a parte hidrófilica da superfície do material e, ao mesmo tempo, facilitar a penetração da solução de detergente entre a nódoa e essa superfície (Bellini, et al., Novembro, p. 154).

Para este tipo de acabamento, os produtos químicos mais adequados são os que contêm um polímero fluorcarbonado em combinação com um polímero de silicone e possuem a capacidade de formar uma película fina de cargas negativas na superfície do tecido. Estes produtos são capazes de conferir um efeito anti-estático, o que favorece o acabamento “soil-release”, pois a acumulação de cargas eletrostáticas é uma das razões pelas quais as partículas suspensas no ar são retidas por fibras sintéticas. Ao existirem cargas eletrostáticas na superfície

da fibra, estas atraem e ligam-se à partículas de sujidade através de mecanismos eletrostáticos, fazendo com que a sua remoção do tecido seja muito difícil (Bellini, et al., Novembro, p. 154).

2.4.1. Detergência

O sucesso de qualquer tratamento destinado à libertação de sujidades está intimamente associado à capacidade de remoção da sujidade pela ação de detergentes.

A detergência refere-se à ação físico-química de limpeza de uma superfície sólida através duma solução aquosa de surfactante. A detergencia é realizada através duma combinação de efeitos que envolvem a alteração das tensões interfaciais e a emulsificação da sujidade removida. As partículas oleosas e as nódoas, são bastante diferentes no que respeita às suas características físicas e químicas, e por isso, são removidas por mecanismos diferentes (Pailthorpe & David, s.d., pp. 320-321).

2.4.1.1. Remoção das nódoas

A remoção das nódoas é iniciada pelo contacto íntimo entre a solução de detergente (D), a fibra (F) e a nódoa (N). O trabalho necessário à remoção da nódoa do substrato pode ser definido como:

$$W_{FN} = \gamma_{DF} + \gamma_{DN} - \gamma_{NF}$$

Onde,

γ_{DF} = tensão interfacial entre o detergente e a fibra

γ_{DN} = tensão interfacial entre o detergente e a nódoa

γ_{NF} = tensão interfacial entre a nódoa e a fibra

A adsorção do surfactante nas interfaces fibra-detergente (DF) e nódoa-detergente (DN), resulta na diminuição de γ_{DF} e γ_{DN} , o que diminuirá conseqüentemente, o trabalho (W_{FN}) necessário para causar a remoção da nódoa da fibra.

Deste modo, podemos concluir que a solvatação da fibra e das superfícies das nódoas pela solução de surfactante facilita a separação da nódoa da fibra. A nódoa desalojada é então capaz de se mover livremente, auxiliada pela ação mecânica desenvolvida no decurso das operações de lavagem (Pailthorpe & David, s.d., p. 321).

2.4.1.2. Remoção das partículas oleosas

Considera-se que a remoção das partículas oleosas ocorre através do mecanismo “roll-up”. A força responsável pela remoção do óleo é definida como a resultante, R , das tensões interfaciais (figura 6):

$$R = \gamma_{NF} - \gamma_{DF} + \gamma_{DS} \cos \theta_d$$

Onde,

γ_{DF} = tensão interfacial entre o detergente e a fibra

γ_{DN} = tensão interfacial entre o detergente e a nódoa

γ_{NF} = tensão interfacial entre a nódoa e a fibra

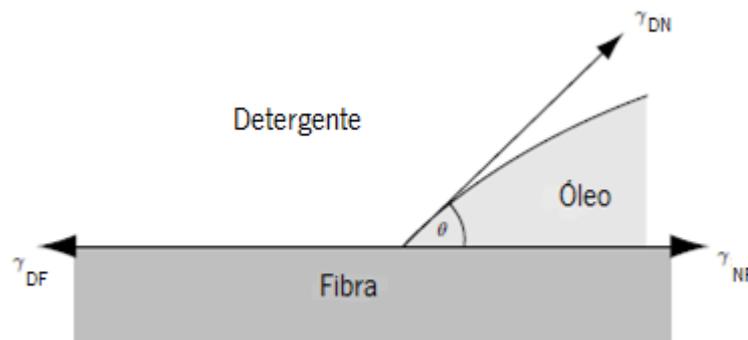


Figura 6: Interface entre a fibra-água e a partícula oleosa

Este mecanismo é facilitado pela molhagem preferencial da fibra pela solução de detergente. À medida que o ângulo de contato dinâmico, θ_d , se aproxima de 180° , $\cos \theta_d$ aproxima-se de -1 e a partícula oleosa é assim enrolada formando uma esfera, e esta é prontamente separada do substrato, sendo esta ação potenciada pela agitação mecânica desenvolvida no decorrer do processo de lavagem, figura 7 (Pailthorpe & David, s.d., p. 322).



Figura 7: Mecanismo de remoção das partículas oleosas

2.4.1.3. Redeposição da sujidade

Durante a lavagem, a nódoa desalojada de um tecido pode ser redepositada sobre o mesmo tecido ou sobre um tecido diferente através da solução do detergente. O grau em que isso ocorre é determinado por interações complexas entre todas as variáveis envolvidas - por exemplo, condições de lavagem, solução do detergente, tipo de sujidade, tipo de fibra e geometria do tecido. A prevenção da redeposição da nódoa, ou a suspensão eficaz da nódoa na solução do detergente, é uma parte essencial do processo geral de detergentia. Um dos agentes anti-redeposição mais utilizados nas formulações de detergentes comerciais é a carboximetilcelulose de sódio (SCMC). Considera-se que a prevenção da redeposição das nódoas, envolve a formação de duplas camadas elétricas de fibras carregadas negativamente revestidas com SCMC e nódoas revestidas com detergente, o que resulta em repulsão electrostática entre as duas. Este reagente é razoavelmente eficaz para a lavagem de tecidos de algodão, enquanto que os éteres de celulose são mais eficazmente utilizados no caso de tecidos sintéticos (Pailthorpe & David, s.d., p. 323).

2.4.2. Mecanismos que conduzem à deposição de sujidades nos materiais

Um tecido pode ficar sujo, através de três tipos de mecanismos. Em primeiro lugar, pela adesão mecânica da nódoa ao tecido por contacto direto com uma superfície suja ou por fricção das peças de vestuário contra a pele. A construção do tecido facilita essa adesão, uma vez que a nódoa pode ficar retida nos espaços inter-fios e inter-fibras do tecido (Pavlidou & Paul, 2015, pp. 106-107).

O segundo mecanismo funciona pela ação de forças elétricas, como resultado da atração de partículas de sujidade do ar pela superfície das fibras carregadas eletricamente. Este fenómeno ocorre principalmente com fibras sintéticas devido ao seu reduzido teor de humidade. As superfícies de tecidos carregados positivamente são mais afetadas pela sujidade do que as superfícies carregadas negativamente (Pavlidou & Paul, 2015, pp. 106-107).

Outro mecanismo consiste na re-deposição das nódoas durante a lavagem, fenómeno que ocorre particularmente com tecidos sintéticos. A re-deposição sobre essas fibras ocorre devido à sua natureza hidrofóbica. O intervalo de tempo que decorre entre a deposição da sujidade e a lavagem é também um parâmetro importante. Quando um tecido permanece sujo durante muitos dias, a nódoa difunde-se para o interior da fibra e torna mais difícil a sua remoção (Kumar, s.d., p. 1).

Os acabamentos “soil-release” podem facilitar a remoção de partículas de sujidade, diminuindo a adesão das mesmas e promovendo a difusão de água e detergente na interface fibra-partícula, figura 8. A capacidade de remoção de partículas através do detergente não é dominada pela hidrofiliidade das fibras, mas depende da localização das partículas e da sua adesão à superfície da fibra. De entre os mecanismos de remoção da sujidade de tecidos, a solubilização e a emulsificação das nódoas são controladas pela composição do detergente, enquanto que o fluxo hidrodinâmico responsável pelo transporte das partículas removidas é controlado pelo design da máquina de lavar, e a flexão da fibra para forçar a partícula de sujidade entre as fibras é controlada pela estrutura do tecido (Pavlidou & Paul, 2015, pp. 106-107).

Os acabamentos químicos podem influenciar os mecanismos que envolvem a superfície das fibras, nomeadamente o mecanismo “roll-up” das sujidades oleosas, a penetração da interface partícula de sujidade-fibra pela solução de lavagem e o inchamento das fibras para reduzir o espaçamento inter-fibras. Os acabamentos soil-release desenvolvidos potenciam o desenvolvimento de todos estes mecanismos.

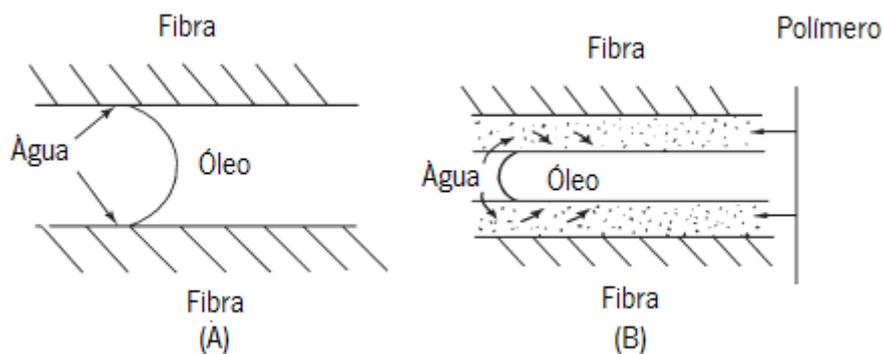


Figura 8: Difusão da água na interface da nódoa de óleo em tecidos hidrofóbicos: sem agente de remoção de sujidade (A); com um polímero de remoção de sujidade (B)

2.4.3. Importância da hidrofilidade do poliéster no mecanismo soil-release

A taxa de remoção de sujidade, está dependente do carácter hidrófilico ou hidrófobico da fibra. Na figura 9, é possível observar que com o aumento do tempo de lavagem numa fibra de poliéster modificada (hidrófilica) a taxa de sujidade tende para zero, enquanto que na fibra de poliéster não tratado, apesar da percentagem de sujidade diminuir, esta continua bastante elevada (Butola, 2008, pp. 333-334).

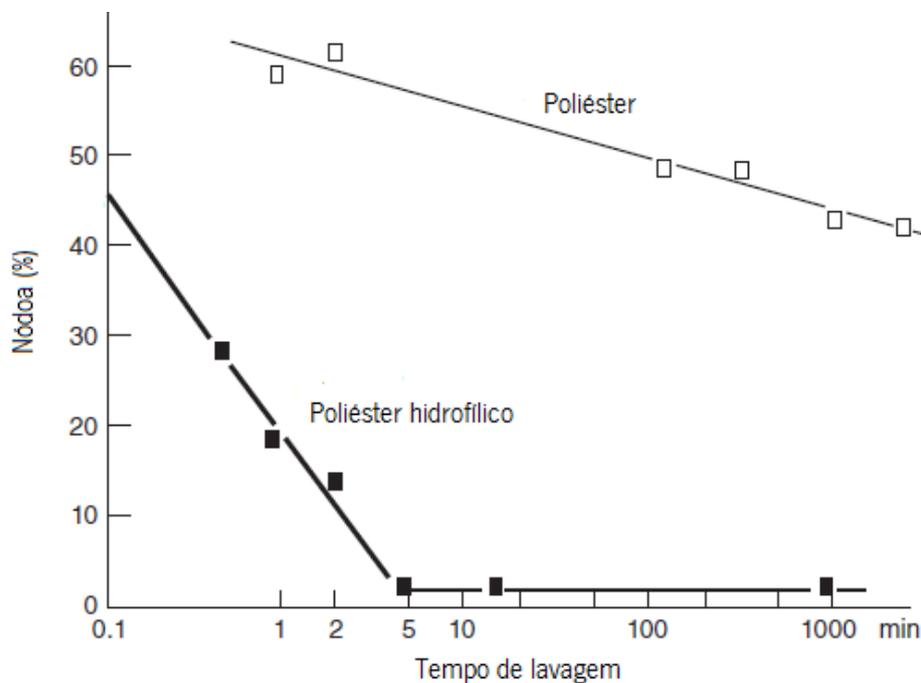


Figura 9: Efeito dum acabamento soil-release tendo por base um polímero de acrílica, na remoção dum óleo de motor degradado a partir de tecido de poliéster.

2.4.4. Fatores que afetam a sujidade e a libertação de sujidade

2.4.4.1. Natureza da nódoa

Uma das nódoas mais frequentemente encontradas nos tecidos têxteis e que requerem a sua remoção durante a lavagem é aquela que resulta da absorção de gorduras libertadas pelas glândulas sebáceas que acaba por criar manchas nos materiais têxteis, nomeadamente nos colarinhos das camisas. Este tipo de nódoa contém principalmente ácidos gordos, triglicéridos e álcoois gordos, os quais são predominantemente removidos a temperaturas de lavagem inferiores a 50°C. No entanto, se esta permanecer sobre o tecido durante muito tempo, o componente do ácido gordo tem tendência para oxidar, formando substâncias de maior viscosidade que requerem temperaturas mais elevadas para a sua eficaz remoção (Pailthorpe & David, s.d., p. 323).

Alguns autores avaliaram quantitativamente o efeito de uma película de líquido na remoção de partículas de sujidade nos tecidos de poliéster e algodão. Para o efeito selecionaram líquidos com diferentes graus de viscosidade e constante dielétrica, de modo a simular vários componentes das sujidades oleosas. Verificou-se que o grau de sujidade aumenta com o aumento da razão viscosidade/constante dielétrica (Pailthorpe & David, s.d., p. 323).

Considera-se que a viscosidade afeta a resistência à remoção do composto óleo-partícula por forças tangenciais, enquanto que o efeito da constante dielétrica na adesão da nódoa não é clara. É também possível afirmar que, quando uma partícula é forçada a penetrar na película de líquido, a molhabilidade da partícula pelo líquido não é aparentemente um pré-requisito para a adesão (Pailthorpe & David, s.d., p. 323).

2.4.4.2. Natureza do substrato

A remoção da sujidade é muito mais difícil a partir de fibras sintéticas hidrofóbicas, como o poliéster, do que a partir de fibras naturais hidrofílicas. No geral, tecidos com baixa recuperação de humidade, ou tratamentos que reduzam a hidrofiliidade dos materiais, aumentam a tendência para a retenção da sujidade. Por outro lado, a facilidade de remoção da sujidade melhora com o aumento da natureza hidrofílica de um tecido.

A formação de manchas nos materiais está também fortemente dependente da área de contacto entre a sujidade e o substrato. Assim, a geometria da fibra e as características dos fios

e tecidos desempenham um papel fundamental no mecanismo de libertação da sujidade de um determinado tecido. Técnicas de microscopia eletrónica, mostraram que a sujidade oleosa pode ser localizada nos capilares inter-fibra, na superfície do fio e incorporada nas fendas formadas entre fibras adjacentes dentro do fio. Além disso, nas fibras de algodão a sujidade pode ser localizada dentro do lúmen, e na parede secundária da fibra. Particularmente no caso do algodão danificado, sabe-se que através das lavagens repetidas as gorduras corporais podem deslocar-se rapidamente para os capilares da fibra e para dentro do lúmen do algodão. Este tipo de sujidade, nomeadamente o encontrado em colarinhos, é especialmente difícil de remover durante a lavagem.

Vários autores têm investigado o papel dos capilares dos fios no "ponto de libertação" da sujidade oleosa nos tecidos de poliéster. O "ponto de libertação" foi registrado como a tensão superficial do detergente necessário para libertar gotas de sujidade espontaneamente a partir de um tecido sujo. A libertação das gotas foi observada através do microscópio em soluções com diferentes graus de tensão superficial. Enquanto que fios sujeitos a acabamentos e relaxados (não esticados), libertam a sujidade a aproximadamente 43 dynes/cm; verificou-se que fios esticados não libertam sujidade mesmo em soluções com uma tensão superficial na ordem de 15 dynes/cm. Além disso, a hidrofiliidade do acabamento utilizado não parece afetar significativamente os resultados obtidos. Estes autores atribuíram as diferenças observadas, às menores dimensões dos espaços vazios existentes nas amostras de fio esticado. Este raciocínio foi também apoiado pelo tamanho observado das gotas de óleo libertadas numa malha de fios texturizados, que eram maiores do que as observadas nas malhas ou tecidos fabricados a partir de fios não texturizados. Por conseguinte, esta evidência ajuda a explicar a razão pela qual os acabamentos "soil-release" realizados sobre tecidos produzidos com fios de poliéster não funcionam tão bem como em tecidos de malha texturizados. A sujidade oleosa residente nos capilares de menores dimensões são mais difíceis de remover, devido à incapacidade da solução de detergente penetrar com sucesso nesses pequenos capilares, e devido à elevada pressão capilar envolvida no transporte da gota de óleo até à superfície do fio. Da mesma forma, o grau de torção dos fios afeta diretamente a distância interfibras e, por conseguinte, condiciona qual a taxa à qual o líquido pode ser transportado por capilaridade até à superfície do tecido (Pailthorpe & David, s.d., pp. 324-325).

2.4.5. Mecanismos do acabamento “soil-release”

A remoção de nódoas a partir de tecidos tem sido descrita de acordo com vários tipos de mecanismos (Schindler & Hauser, 2004, pp. 87-88):

- ✓ **Adsorção de detergente e absorção de água conduzindo a:**
 - “Roll-up” de gotículas de sujidade oleosa;
 - Penetração da solução de lavagem na interface fibra-nódoa;
 - Solubilização e emulsificação das nódoas.

- ✓ **Trabalho mecânico que conduz a:**
 - Transporte das gotículas de sujidade para o exterior do material através do fluxo hidrodinâmico criado pela ação mecânica desenvolvida;
 - Flexão das fibras que conduz à expulsão da sujidade localizada entre as fibras;
 - Abrasão superficial que potencia a remoção das partículas de sujidade
 - Inchamento dos agentes de acabamento, reduzindo dessa forma o espaço interfibras.

Dos mecanismos acima referidos, a solubilização e emulsificação das nódoas é controlada pela composição do detergente, o fluxo hidrodinâmico é determinado pelo design e funcionamento da máquina de lavar. Por sua vez o grau de flexão da fibra está essencialmente dependente da estrutura de tecido.

As partículas de sujidade são removidas das fibras através dum processo que se efetua em duas etapas. Em primeiro lugar, uma fina camada de líquido de lavagem penetra entre a partícula e a superfície da fibra, permitindo aos tensoativos adsorverem à superfície da partícula de sujidade. Em seguida, a partícula é solvatada e é transportada para o exterior da fibra, mais concretamente para a solução de lavagem através de uma ação mecânica desenvolvida (Schindler & Hauser, 2004, pp. 87-89).

Acabamentos que melhorem a hidrofiliidade dos materiais permitindo uma melhor penetração das soluções de lavagem na interface fibra-partícula contribuem para facilitar a libertação da sujidade. Contudo, a composição do detergente e a ação mecânica desenvolvidos têm também um papel importante na remoção da sujidade.

2.4.6. Compostos químicos utilizados nos acabamentos “soil-release”

Os acabamentos “soil-release” podem ser classificados de várias maneiras, pelo método de aplicação, pelo tipo de fibra utilizado, pela estrutura química, carga eléctrica, entre outros. Nos sub-capítulos apresentados a seguir vão ser retratadas algumas das estruturas químicas que podem ser encontradas nos compostos dos acabamentos “soil-release” comercialmente disponíveis (Schindler & Hauser, 2004, p. 91).

2.4.6.1. Compostos contendo grupos carboxílicos

Alguns dos primeiros acabamentos efetuados com este tipo de compostos foram desenvolvidos para serem aplicados em tecidos de algodão e suas misturas com outras fibras, tendo a primeira patente aparecido em 1969. A composição destes acabamentos baseia-se na utilização de ácido acrílico e metacrílico. A proporção 70:30 entre o éster e o ácido é a mais usual, uma vez que permite obter uma combinação adequada de hidrofiliidade e oleofobicidade (equilíbrio hidrofílico-lipofílico, HLB) exigível a um acabamento “soil-release”. A escala HLB é frequentemente usada para a pré-selecção de surfactantes de 0 (muito hidrofóbica) até 20 (muito hidrofílica). Para um bom desempenho do acabamento “soil-release”, os valores de HLB devem ser próximos de 15. Contudo, esta escala constitui apenas uma orientação aproximada, uma vez que o arranjo dos copolímeros de bloco, importantes neste tipo de acabamentos, não é expresso por estes valores de HLB (Schindler & Hauser, 2004, p. 91).

2.4.6.2. Compostos à base de amido e celulose

Um dos primeiros materiais utilizados para o acabamento “soil-release” foi o amido. Outros materiais derivados do amido e da celulose têm sido utilizados como agentes “soil-release”, nomeadamente a metilcelulose, etilcelulose, hidroxipropilamido, hidroxietilcelulose, hidroxipropilmetilcelulose e acetatos de celulose hidrolisados. Com algumas exceções, estes acabamentos não apresentam solidez à lavagem, o que é um aspeto negativo uma vez que se pretende que os mesmos exerçam os efeitos ao longo da vida útil dos materiais. Acabamentos à base de amido e celulose devem ser aplicados em conjunto com um aglutinante ou agente de reticulação (Schindler & Hauser, 2004, pp. 91-92). O mecanismo de libertação de sujidade associado a estes acabamentos é apresentado na figura 10.

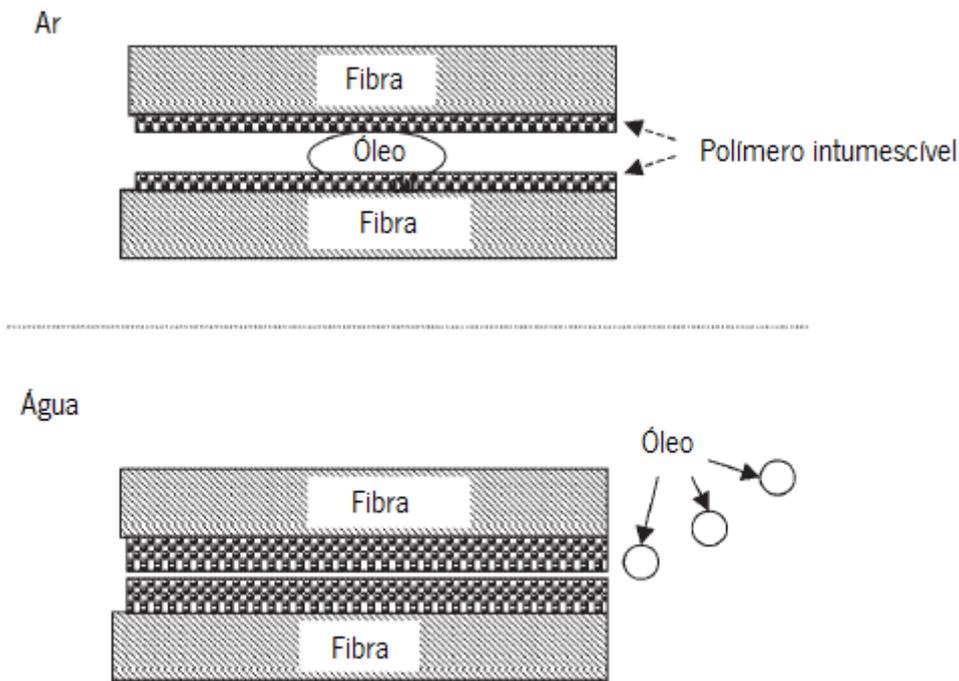


Figura 10: Mecanismo do acabamento soil-release com copolímeros de acrílico

2.4.6.3. Compostos à base de grupos etoxi

Uma grande variedade de materiais contendo grupos oxietileno têm sido usados nos acabamentos “soil-release”. Estes produtos podem conter blocos de polietileno ou produtos da reação de óxido de etileno com ácidos, álcoois, aminas, fenóis, entre outros. Os agentes de ligação podem ou não ser necessários, de acordo com a durabilidade do tratamento. Um grupo importante de agentes de acabamentos “soil-release” utilizados no tratamento das fibras de poliéster é composto por copolímeros de condensação de ácido tereftálico com etilenoglicol e polietilenoglicol. A estrutura deste copolímero poliéster-éter contém blocos de teraftalato de polietileno e teraftalato de polioxietileno que permitem obter uma estrutura com regiões hidrofílicas intercaladas com regiões hidrofóbicas fortemente atraída pela superfície do poliéster. Estes produtos podem proporcionar tratamentos “soil-release” com excelentes níveis de solidez, que podem ser obtidos por processos de esgotamento e impregnação, sendo mesmo possível realizar estes acabamentos no decorrer do processo de tingimento por esgotamento.

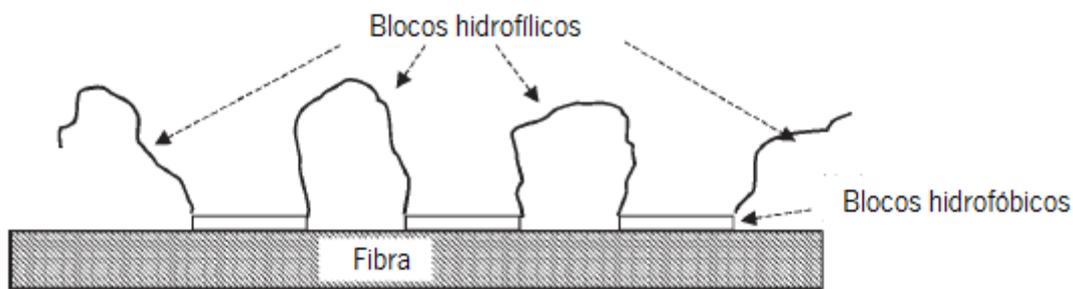


Figura 11: Copolímero com blocos hidrofílicos e hidrofóbicos na fibra hidrofóbica

A modificação dos compostos dos copolímeros de condensação envolve a incorporação do carácter aniónico na cadeia do polímero por utilização de monómeros sulfonados, sendo estes também responsáveis pelo acréscimo de hidrofiliidade necessária. Tal como os outros polímeros de condensação de poliéster, estes produtos aniónicos podem ser aplicados por esgotamento ou "pad-batch". A eficiência do esgotamento pode ser significativamente melhorada pela adição de pequenas quantidades de cloreto de magnésio à solução de tratamento.

Elevados níveis de desempenho, excelente suavidade e a compatibilidade com acabamentos à base de compostos fluorcarbonados pode ser conseguida através da utilização de copolímeros de silicone. Os segmentos de silicone contêm estruturas de dimetilsiloxano hidrofóbicas e silicone modificado com propriedades hidrofílicas, contendo grupos etoxilados ou amina laterais. O equilíbrio hidrofílico-lipofílico (HLB) dos blocos de polialquileno é ajustado através da proporção relativa de componentes hidrofóbicos (óxido de polipropileno) e componentes hidrofílicos (óxido de polietileno) (Schindler & Hauser, 2004, pp. 92-93).

2.4.6.4. Acabamentos à base de flúor

A tentativa de usar um composto contendo flúor para conferir hidrofiliidade à superfície de uma fibra pode parecer em princípio uma tarefa impossível, devido à extrema hidrofobicidade da maioria dos fluorcarbonetos. Contudo, com a escolha adequada de blocos de copolímeros, esta propriedade aparentemente impossível pode ser conseguida. Os compostos “soil-release” à base de flúor, que permitem conferir hidrofiliidade à fibra, são classificados como um fluorcarboneto híbrido do tipo copolímero de bloco. Estes polímeros têm a propriedade invulgar de serem hidrofóbicos e oleofóbicos no estado seco e hidrofílicos e com capacidade acrescida de libertação de óleos, no decorrer dos processos de lavagem em meio húmido. Esta dupla ação

resulta do facto de os blocos hidrofílicos estarem protegidos pelos segmentos de fluorcarbono quando o material se encontra no estado seco, apresentando nesse estado uma superfície repelente (Schindler & Hauser, 2004, p. 94).

Depois da imersão no banho de lavagem, os blocos hidrofílicos incham, invertendo as características interfaciais da superfície, obtendo-se dessa forma uma superfície hidrofílica necessária à libertação da sujidade. De forma geral, estes polímeros modificados à base de fluor são aplicados nos tecidos através do processo de impregnação juntamente com agentes de reticulação que têm por o objetivo aumentar a durabilidade do revestimento (Kumar, s.d., p. 3). O mecanismo deste acabamento é apresentado na figura 12.

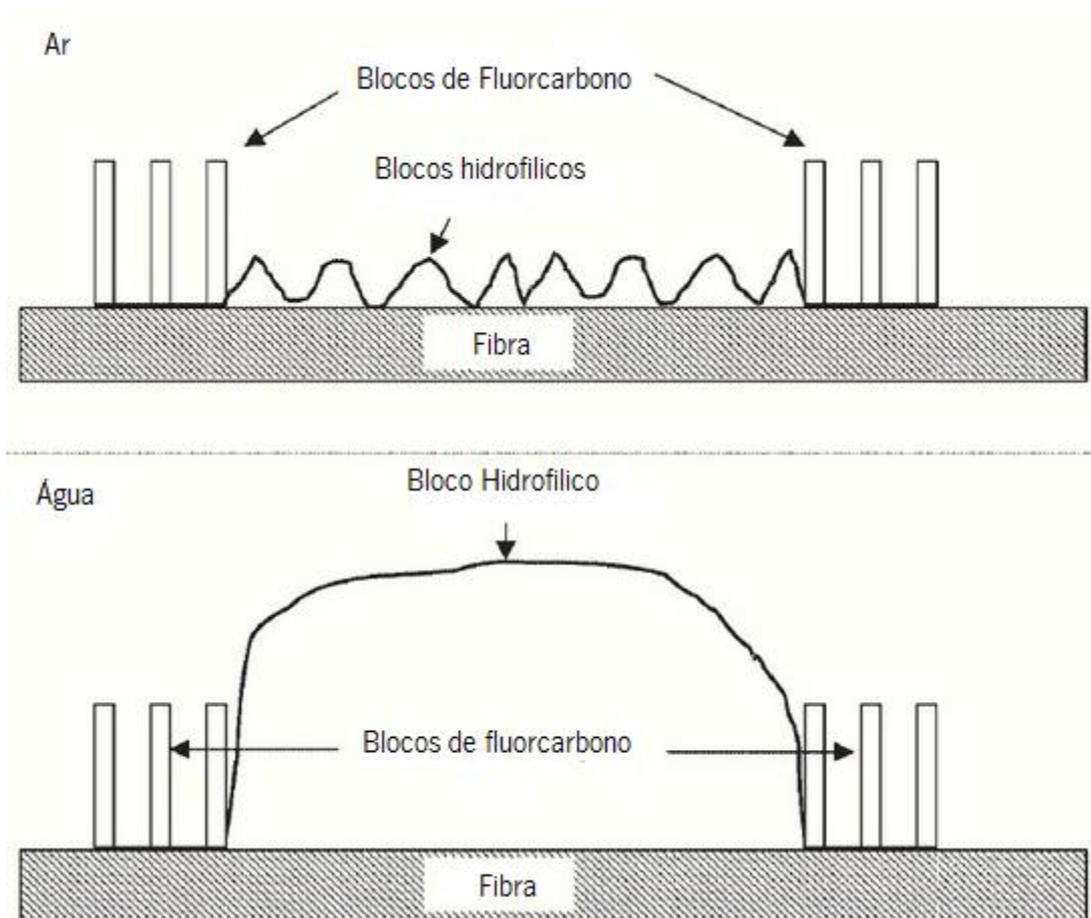


Figura 12: Mecanismo de ação dupla

2.4.6.5. Tratamentos soil-release não poliméricos

Os tratamentos alcalinos e plasmáticos do poliéster modificam a superfície das fibras tornando-as mais hidrofílicas, através da formação de novos grupos carboxilo e hidroxilo. Sob

condições de tratamento alcalinas as estruturas carboxílicas são convertidas em grupos carboxilato aniônicos, originando uma elevada repulsão electrostática das partículas de sujidade carregadas negativamente (Schindler & Hauser, 2004, p. 94), (Butola, 2008, pp. 334-335).

2.4.6.6. Tratamento plasmático

O tratamento plasmático da superfície dos tecidos de poliamida e de poliéster permite de igual forma tornar a superfície destas duas fibras mais hidrofílicas. Esta abordagem é cada vez mais explorada para a modificação da superfície dos substratos têxteis. O tratamento plasmático pode ser efetuado principalmente através de duas formas:

- ✓ Deposição de uma fina camada de um filme polimérico na superfície do tecido, através da presença dum precursor adequado. Neste caso as propriedades do tecido passam a ser influenciadas pela natureza química e espessura do filme polimérico formado;
- ✓ Na ausência de qualquer precursor, pode ocorrer a funcionalização da superfície, por oxidação ou hidrólise, ou um aumento da rugosidade da superfície. Registam-se melhorias notáveis ao nível da molhabilidade dos tecidos de poliéster e poliamida quando expostos a tratamentos plasmáticos a baixa temperatura. Enquanto Okten e Seventekin relataram melhorias na resistência à sujidade dos tecidos tratados, Kartick et al. reportaram a formação de canais verticais e horizontais nanométricos nas superfícies do poliéster e da poliamida. Estes autores supõem que esses canais podem contribuir para o aumento da hidrofildade dos materiais têxteis. Cireli et al. usaram ácido acrílico como precursor e registaram uma melhoria significativa da molhabilidade dos tecidos de poliéster e poliamida provavelmente devido à deposição dum filme polimérico hidrofílico nos tecidos tratados. Contudo, Stefecka et al, observaram a formação de grupos –COOH em monofilamentos de poliéster, após tratamento plasmático em atmosfera de azoto, não tendo no entanto encontrado nenhuma evidência de qualquer alteração ao nível da rugosidade da superfície (Butola, 2008, p. 335).

2.4.7. Avaliação do acabamento soil-release

A capacidade dos têxteis para libertar a sujidade durante a lavagem depende de diversos fatores, incluindo a natureza da sujidade, a ação mecânica exercida pela máquina de

lavar, a composição do detergente, a estrutura do material têxtil, a temperatura de lavagem e as características de superfície da fibra têxtil. As sujidades mais difíceis de remover das fibras sintéticas são as de origem oleosa, sendo que para que tal possa ocorrer facilmente é necessário que a superfície das fibras seja hidrofílica e oleofóbica. O método de avaliação ideal para um acabamento soil-release seria o de manchar o tecido com o mesmo material com que os consumidores mancham a roupa e, em seguida lavar o tecido com os mesmos detergentes, nas mesmas máquinas de lavar e com as mesmas temperaturas da água que os consumidores utilizam, contudo na vida real isto não é possível (Fan, 2005, pp. 116-117).

Assim, a Associação Americana de Químicos e Coloristas Têxteis (AATCC) desenvolveu procedimentos padronizados para a avaliação de acabamentos “soil-release” que permitem concluir acerca do desempenho do acabamento ao longo da sua vida útil. Quando usado pelos fabricantes dos tecidos e pelos seus clientes, estes procedimentos constituem guias úteis no desenvolvimento de produtos e na resolução de problemas relacionados com a qualidade do acabamento. Contudo não se deve recorrer só a estes testes, e os procedimentos para um desenvolvimento ótimo do acabamento deve sempre incluir alguns testes com os óleos e detergentes que poderão ser utilizados pelo consumidor.

A avaliação do efeito do acabamento soil-release após a lavagem é principalmente feito visualmente, através da comparação da nódoa com padrões fotográficos, podendo no entanto ser também efetuada através de medições da reflectância e outras técnicas instrumentais, incluindo microscopia (Schindler & Hauser, 2004, p. 95).

2.4.7.1. Avaliação da facilidade de remoção de sujidades oleosas

A norma AATCC Test Method 130 especifica todos os parâmetros que influenciam fortemente a libertação de sujidade. Uma quantidade especificada de óleo de milho é colocada sobre o tecido a ser testado e pressionado para o interior do tecido com uma força bem definida. O tecido sujo é então lavado com um detergente normalizado, sob condições específicas de temperatura e tempo, numa máquina de lavar especificada. Após a secagem do tecido, procede-se à comparação com os padrões fotográficos e atribui-se um grau (1-5), em função dos resultados obtidos (Fan, 2005, pp. 116-117). Para os testes de durabilidade, os tecidos são

lavados antes de se proceder ao seu manchamento de acordo com a norma AATCC Test Method 124 (Schindler & Hauser, 2004, p. 96).

2.4.7.1.1. Redeposição de sujidades

A norma AATCC Test Method 151 pode ser utilizada para avaliar a redeposição de sujidade durante o processo de lavagem. Os tecidos a serem testados são lavados juntamente com amostras contendo sujidades secas e oleosas, na presença de um detergente padronizado. As alterações registadas ao nível da reflectância do tecido, após a realização do teste, fornecem uma indicação do potencial de redeposição de sujidades no tecido (Schindler & Hauser, 2004, p. 96).

2.4.7.1.2. Transporte de humidade

O processo indicado na norma AATCC Test Method 79 pode também ser utilizado para determinar o grau de absorção dos tecidos acabados com os agentes “soil-release” (Schindler & Hauser, 2004, p. 96).

2.4.8. Problemas associados aos acabamentos “soil-release”

O desempenho dum acabamento “soil-release” depende da sua capacidade para proporcionar uma superfície hidrofílica durante o processo de lavagem. Por conseguinte, deve ser evitada a deposição sobre a superfície da fibra de qualquer composto que possa reduzir essa hidrofílicidade. Assim, amaciadores, lubrificantes e outros produtos que modificam as propriedades da superfície da fibra, devem ser cuidadosamente avaliados em ensaios laboratoriais antes de serem utilizados nos tecidos tratados com acabamentos “soil-release” (Kumar, s.d., pp. 3-4).

As proporções relativas de agentes reticulantes e ligantes aplicados em conjunto com agentes “soil-release” à base de copolímeros de acrílico deve ser determinada cuidadosamente. Um baixo índice de reticulação fará com que o acabamento “soil-release” não resista a múltiplas lavagens; por outro lado, elevados níveis de reticulação impedirão o inchamento dos produtos de acabamento na extensão necessária à libertação adequada da sujidade (Schindler & Hauser, 2004, p. 96).

3. Desenvolvimento experimental

Com este trabalho pretende-se numa primeira etapa, modificar quimicamente a superfície do poliéster, através da hidrólise alcalina destas fibras, tornando-as hidrófilas. Numa segunda etapa pretende-se incorporar polietileno glicóis sobre o poliéster na presença de uma resina (dimetilol-dihidroxi etileno ureia) modificada, com o objetivo de obter efeitos “soil-release”. Pretende-se assim com este tratamento proporcionar ao tecido de poliéster a capacidade de eliminar nódoas através duma lavagem normal.

3.1. Materiais

Neste estudo utilizou-se um tecido 100% Poliéster branqueado fornecido pela empresa Lemar (Portugal).

Para efetuar a avaliação das propriedades “soil-release” usaram-se vários materiais de acordo com a norma AATCC Test Method 130-2000, tais como, papel mata-borrão, papel “glassine”, cilindro com peso $2,268 \pm 0,045$ Kg e uma escala “stain realese replica” fornecidos pela empresa Charles Small Lda. Para efetuar a lavagem dos tecidos com manchas de óleo de milho utilizou-se a máquina de lavar Wascator FOM 75.

3.2. Químicos

Os produtos utilizados neste trabalho foram polietilenoglicóis (PEGs) com massas moleculares médias de 1000 e 2000, fornecidas pela empresa Merck (Portugal).

Foram também utilizados reagentes para análise, como é o caso do hidróxido de sódio.

Neste trabalho utilizou-se água destilada para efetuar os tratamentos sobre o tecido de poliéster.

Neste estudo, utilizou-se ainda uma resina Adipret P-LF, que possui um catalisador incorporado cuja ficha técnica se encontra no anexo I e que foi gentilmente oferecida pelo Grupo ADI (Portugal).

Neste trabalho, efetuaram-se testes “Soil- release” nas amostras de PES original e tratado utilizando a norma AATCC Test Method 130-2000. Usou-se um detergente ECE com a concentração de 4 g/L e óleo de milho.

3.3. Equipamentos utilizados

Para efetuar o desenvolvimento experimental, utilizou-se uma máquina de tingir Ahiba, com o objetivo de realizar a saponificação do poliéster.

Usou-se também um Foulard vertical Werner Mathis e uma râmola, com o objetivo de efetuar o processo de “pad-dry-cure” sobre as amostras de poliéster. Em ensaios preliminares as amostras foram secas na râmola. Nos ensaios que se efetuaram posteriormente, as amostras foram secas à temperatura ambiente.

Neste estudo efetuou-se a caracterização do poliéster saponificado e do original utilizando a espectroscopia de infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR). Os espectros do poliéster saponificado e original foram obtidos com a técnica de reflectância total atenuada (ATR) em vez da espectroscopia de transmissão pelo facto das amostras serem de tecido (amostras opacas). Os espectros foram obtidos com um espectrofotómetro de FTIR Nicolet – Avatar 360, com 32 varrimentos min^{-1} e uma resolução de 4 min^{-1} . O cristal de ATR utilizado neste trabalho foi de seleneto de zinco. Foi feita a correção de ATR com o software OMNIC 5.2 da Nicolet.

Realizou-se a caracterização do poliéster saponificado e do original utilizando a calorimetria diferencial de varrimento (DSC). O aparelho usado para medir os parâmetros térmicos das amostras de poliéster hidrolisadas e sem tratamento foi o DSC – 822 (Mettler Toledo).

Para avaliar as propriedades mecânicas, das amostras tratadas e não tratadas de PES, nomeadamente a determinação da força máxima e do alongamento à força máxima por meio do método da tira, utilizou-se um dinamómetro HOUNSFIELD modelo H10KS.

O objetivo deste trabalho prende-se essencialmente em avaliar as propriedades “soil-release” do PES tratado e original. Para efetuar estes ensaios usou-se uma máquina de lavar Wascator FOM 75, uma estufa e uma câmara de luz “Verivide”.

3.4. Métodos experimentais

3.4.1. Hidrólise alcalina do poliéster

Antes de se efetuar o tratamento alcalino, as amostras de poliéster foram submetidas a uma atmosfera acondicionada, à temperatura de 21°C e humidade de 65%, durante 48 horas e pesadas. Posteriormente, as amostras de tecido de poliéster branqueado com dimensões de 30x15 cm, foram tratadas com uma solução de soda cáustica com concentrações de 2M, 2,5M, 3M e 4M, numa máquina de tingir Ahiba com uma razão de banho de 1:20 e a uma temperatura de 90°C, durante 30 min.

Após o tratamento, as amostras foram lavadas em água corrente, secas durante 48 h sob atmosfera acondicionada e pesadas.

Neste estudo, foi também realizada a hidrólise alcalina do poliéster com uma solução de soda cáustica com uma concentração de 3M a uma temperatura de 55°C, e com as mesmas condições citadas anteriormente.

3.4.2. Determinação da perda de peso

A percentagem da perda de peso foi calculada através da fórmula evidenciada a seguir:

$$\text{Perda de peso (\%)} = [(P_i - P_f)]/P_i \times 100,$$

Onde P_i e P_f são os pesos do tecido antes e após o tratamento alcalino respetivamente (Haghighatkish & Yousfi, 1992).

3.4.3. Modificação do poliéster com polietilenoglicol e a resina Adipret P-LF

O tratamento do poliéster com uma solução de polietilenoglicol e a respetiva resina, foi efetuada segundo o processo “pad-dry-cure”. A modificação do poliéster com polietilenoglicol na presença da resina, foi realizada com base em estudos efetuados segundo Vigo e seus colaboradores, mas com alterações relevantes no processo (Vigo & Bruno, 1986, p. 427). É de salientar que as amostras foram previamente secas sobre atmosfera condicionada (20±2°C de temperatura e 65±2% de humidade) durante 48 horas, e pesadas antes da impregnação.

A concentração da solução de polietilenoglicol estudada foi de 250 g/L e as concentrações das soluções da resina Adipret P-LF (incorporada com um catalisador), foram de

60 g/L e 120 g/L. Procedeu-se à impregnação no Foulard, usando uma taxa de expressão de 90%, à temperatura ambiente.

Após a impregnação, foram efetuados ensaios preliminares em que as amostras de poliéster eram secas durante 7 min a 60°C e posteriormente termofixadas durante 3 min a 180°C na râmola. Após termofixação, as amostras foram lavadas com água corrente sendo secas posteriormente sob atmosfera acondicionada e pesadas. Outro dos tratamentos que foram efetuados e que conduziram a melhores resultados consistiram em após a impregnação, as amostras de poliéster foram secas à temperatura ambiente. Após a secagem, as amostras foram termofixadas a 180 °C durante 90 s e de seguida lavadas em água corrente.

As amostras foram posteriormente deixadas em repouso durante 48 horas a secar sobre atmosfera acondicionada à temperatura de 20±2°C e 65±2% de humidade e finalmente foram pesadas.

3.4.4. Avaliação da resistência à tração

A determinação das propriedades mecânicas do poliéster original, saponificado e tratado com polietilenoglicol (PEG) na presença da resina de dimetilol hidroxil etileno ureia (DMDHEU) modificada foi realizada de acordo com a norma portuguesa NP EN ISO 13934-1. Parte 1: Determinação da força máxima e do alongamento à força máxima por meio do método da tira. As medidas foram efetuadas em quadruplicado à teia e à trama.

A força de rutura, é medida num dinamómetro, Figura 13, onde se coloca aproximadamente 50 cm de tecido e aplica-se uma força gradual até à sua rutura. O tecido é preso nas extremidades por duas axilas de modo a que a distância entre elas seja de 50 cm. O dinamómetro acoplado a um computador, permite determinar a força necessária para romper o fio e o alongamento em percentagem.



Figura 13: Dinamómetro HOUNSFIELD modelo H10KS

Para a realização destes testes foram utilizadas amostras com dimensões de 30 x 5 cm cortadas no sentido da teia da trama.

As condições experimentais foram as apresentadas de seguida:

- ✓ Distância entre pinças: 1000 mm
- ✓ Comprimento nominal: 200 mm
- ✓ Velocidade: 100 mm/min
- ✓ Pré-tensão: 2 N

3.4.5. Avaliação do ângulo de contacto

A conceção de superfícies super-hidrofóbicas tem sido alvo de intensa investigação desde os meados dos anos 90 (Bhushan, 2012, p. 67).

Duma forma geral, a hidrofobicidade da superfície da fibra, está dependente de três fatores (Coulson, 2007, p. 187):

- ✓ energia superficial do material de base;
- ✓ energia superficial do material revestido;
- ✓ tensão superficial do líquido em contacto com a superfície.

Quando se pretende avaliar a hidrofobicidade de uma superfície sólida, o parâmetro mais

importante é o ângulo de contacto, θ , que é formado pela interseção da tangente à superfície líquida de uma gota com o plano da superfície de contacto, como é possível verificar na figura 14 (Bhushan, 2012, p. 11).



Figura 14: Ângulo de contacto de uma superfície hidrofílica e de uma superfície hidrofóbica

Uma superfície é hidrofílica se atrai a água e o ângulo de contacto tende para zero, já uma superfície é considerada hidrofóbica quando o ângulo de contacto é superior a 90° e super-hidrofóbica quando o ângulo de contacto é superior a 150° (Anderson & Carrol, 2011, p. 61).

O ângulo de contacto depende, entre outros fatores, da rugosidade e da energia das superfícies (Bhushan, 2012, p. 11).

Segundo a equação de Young - Dupre, a adesão do trabalho é dada por (Goff, et al., 2010, pp. 4-5):

$$W_a = \gamma_L (\cos \theta + 1)$$

Onde W_a e γ_L são trabalho de adesão e a tensão da superfície da água ($72,8 \text{ mJ m}^{-2}$) respetivamente.

Para avaliar a hidrofiliidade das amostras de PES saponificadas e originais e a hidrofiliidade das amostras de PES após impregnação, secagem e termofixação, utilizou-se o equipamento que permite medir o ângulo de contacto OCA 15 Plus, DataPhysics Instruments GmbH.

3.4.6. Avaliação da permeabilidade ao ar

A permeabilidade ao ar refere-se à capacidade de um tecido para ser atravessado pelo ar. Esta propriedade é determinada medindo-se a velocidade de um fluxo de ar ao passar, perpendicularmente, através de um provete, sob condições especificadas de área de ensaio, pressão e tempo.

A permeabilidade ao ar é uma propriedade do material que permite ao ar passar através dos poros ou interstícios, sendo que a velocidade de passagem do ar através do material depende essencialmente do tamanho e distribuição dos poros ou interstícios entre as fibras.

A permeabilidade ao ar tem um papel fundamental nas propriedades de transferência de calor, pois tem um efeito significativo na condutividade térmica, já que os espaços de ar presentes na estrutura permitem uma maior transferência de calor por convecção.

A avaliação desta propriedade foi feita segundo o procedimento descrito na norma NP EN ISO 9237:2005, utilizando uma pressão de 100 Pascais (pressão recomendada pelas instruções do aparelho para medição em vestuário) e uma área da superfície de ensaio de 20 cm². Realizam-se 10 ensaios por cada amostra e os resultados são apresentados em l/m²/s. Na figura 15, pode-se visualizar o aparelho utilizado, o permeabilímetro ao ar Textest FX 3300.



Figura 15: Permeabilímetro ao ar utilizado neste trabalho

3.4.7. Avaliação da permeabilidade ao vapor de água

Procedeu-se à determinação do índice de permeabilidade ao vapor de água, de acordo com a norma a norma BS 7209:1990, utilizando o equipamento “Control dish method” (figura 16). Os testes foram realizados no PES sem tratamento, e em amostras previamente saponificadas com NaOH 3M e posteriormente tratadas com PEG 1000 na presença de 60 g/L e 120 g/L de resina. Efetuou-se também a análise de amostras tratadas com PEG 2000 na presença de resina nas concentrações citadas anteriormente.



Figura 16: Aparelho “Control dish method” para avaliação da permeabilidade ao vapor de água

3.4.8. Espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho apresenta-se como uma técnica analítica com um grande potencial para o estudo dos mais diversos materiais poliméricos e nos mais variados campos de aplicação.

O espectrofotômetro de infravermelho, permite que parte da radiação infravermelha da amostra em análise seja absorvida pela amostra, enquanto que a outra parte é transmitida. O resultado representa o espectro molecular de absorção e transmissão, criando uma impressão digital molecular da amostra. Como uma impressão digital não há duas estruturas moleculares a produzirem o mesmo espectro de infravermelhos. Isto faz com que a espectroscopia de infravermelho seja útil para vários tipos de análises (Anon., s.d.). Tendo em conta que os átomos das moléculas se encontram em constante movimento e que apenas absorvem a radiação infravermelha quando as suas frequências são iguais, é possível a partir desta análise determinar o tipo de grupos químicos existentes na amostra, já que estes têm frequências específicas associadas à rotação ou vibração e correspondentes a determinados níveis de energia.

Assim o FTIR permite fornecer informações importantes tais como:

- ✓ Identificar materiais desconhecidos;
- ✓ Determinar a qualidade ou consistência da amostra;
- ✓ Quantificar os componentes existentes numa amostra.

A figura 17 evidencia esquematicamente o funcionamento de um FTIR. Este aparelho permite fazer uma medição simultânea de todos os números de onda, produzindo a partir daí um espectro de absorvância ou transmitância de infravermelho. A nível interno do aparelho, os sinais obtidos através deste método são tratados matematicamente com transformadas de Fourier e obtém-se um espectro como resultado.

O aparelho de FTIR-ATR usado para caracterizar o poliéster original e saponificado encontra-se evidenciado na figura 18.

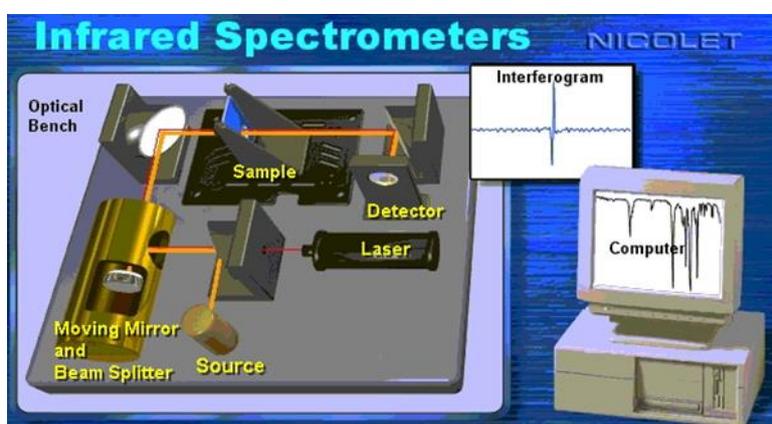


Figura 17: Esquema de funcionamento de um FTIR



Figura 18: Aparelho de FTIR-ATR utilizado neste trabalho

A análise por IV foi realizada usando o aparelho Nicolet-Avatar 360. Os espectros de FTIR do poliéster sem tratamento e das amostras de poliéster saponificadas foram registados nas condições experimentais citadas anteriormente.

3.4.9. Aplicação da calorimetria diferencial de varrimento (DSC) na caracterização de poliésteres saponificados e sem tratamento

A calorimetria diferencial de varrimento (DSC) é uma técnica utilizada no estudo das transições térmicas de substratos poliméricos, que ocorrem, quando estes são aquecidos (Silva, 2002)

Esta técnica permite medir o fluxo de energia calorífica associado a transições nos materiais em função da temperatura. É um método que permite quantificar a variação de entalpia, no qual a diferença no fornecimento de energia calorífica entre uma substância e um material de referência é medida em função da temperatura.

Estas medidas fornecem dados qualitativos e quantitativos em processos endotérmicos (absorção de energia calorífica) e exotérmicos (libertação de energia calorífica).

As características dos materiais que podem ser identificadas usando análises térmicas, tal como, a calorimetria diferencial de varrimento (DSC) incluem a temperatura de transição vítrea (T_g), cristalinidade, temperatura de fusão (T_m), temperatura de cristalização a frio, processos térmicos associados à libertação de água e a degradação térmica. A transição vítrea, é uma transição característica de todos os materiais amorfos ou parcialmente amorfos.

A figura 19, evidencia um termograma de DSC de um polímero orgânico típico o qual ilustra a diferença de fluxo de calor (neste exemplo um processo endotérmico) em função da temperatura do programa previamente imposto.

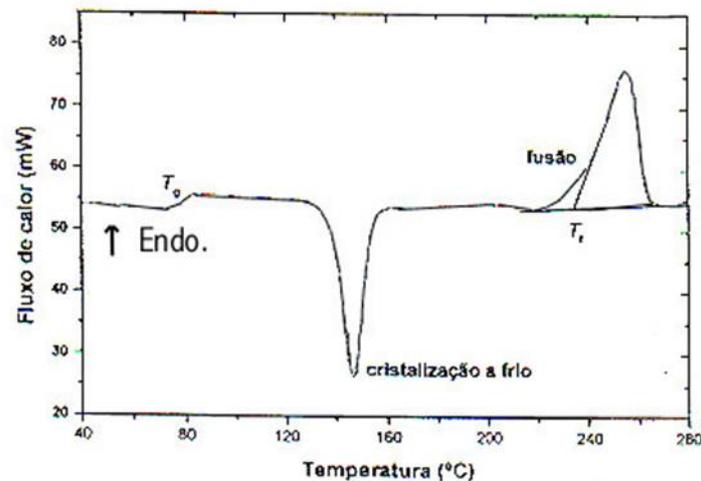


Figura 19: Termograma obtido por DSC a $20\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ de uma amostra de polietileno. O degrau corresponde à passagem pela T_g , o pico exotérmico à cristalização a frio e o pico endotérmico à fusão. O declive à face ascendente deste pico (onset) é a temperatura de fusão (Martins, 2001).

As amostras de poliéster foram saponificadas tal como foi citado anteriormente. Os termogramas foram obtidos com um DSC modelo 822^e da Mettler Toledo. Amostras com massas entre 10,4 mg e 10,7 mg foram encapsuladas em cadinhos de alumínio, com um volume de 40 microlitros. As propriedades térmicas das amostras de PES e PES saponificados, foram determinadas após um tratamento térmico destinado a eliminar a água residual.

Assim, as amostras foram aquecidas desde a temperatura ambiente ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$) até $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, a uma velocidade de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ para eliminar a água residual e arrefecidas até à temperatura ambiente a velocidade controlada. Os termogramas usados na análise dos resultados foram obtidos efetuando um novo varrimento entre $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, sob uma atmosfera de azoto com um caudal de $80\text{ cm}^3\text{min}^{-1}$. Foi usada como material de referência uma cápsula de alumínio vazia.

A calibração em temperatura foi efetuada previamente usando para o efeito padrões de índio de elevada pureza (99,99%) fornecidos pela Mettler.

O DSC usado para caracterizar o poliéster original e hidrolisado com NaOH, com diferentes concentrações e temperaturas, encontra-se evidenciado na figura 20.



Figura 20: DSC utilizado neste trabalho: Modelo: DSC 822^e da Mettler Toledo, com uma capacidade do forno de 200 W, intervalo de temperatura: -65°C a 500 °C, com “intercooler” e uma velocidade de aquecimento/arrefecimento: 1 a 20K/min.

3.4.10. Avaliação das propriedades “soil-release”

Tal como foi referido anteriormente, o objetivo deste trabalho, prende-se essencialmente em avaliar as propriedades “soil-release” das amostras de PES tratadas e original. Para se efetuar esta avaliação, recorreu-se à norma AATCC Teste Method 130 – 2000 com ligeiras alterações. Por exemplo as dimensões das amostras a testar não estão de acordo com as estipuladas pela norma. Nos ensaios usaram-se amostras em duplicado com dimensões de 7,5 x 15 cm. Avaliaram-se estas propriedades, em amostras de PES saponificadas (com NaOH 3M, à temperatura de 55°C durante 30 minutos) com massas moleculares médias 1000 e 2000, na presença da resina de DMDHEU modificada, com um catalisador incorporado, com concentrações de 60 g/L e 120 g/L respetivamente.

As amostras de PES originais e tratadas, permaneceram previamente sob atmosfera acondicionada durante pelo menos 4 horas a $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $65 \pm 2\%$ de humidade padrão. Cada uma das amostras de PES a ensaiar foram colocadas sobre papel mata-borrão. De seguida colocaram-se com auxílio de um conta - gotas, 5 gotas de óleo de milho aproximadamente no centro de cada uma das amostras. Posteriormente colocaram-se sobre cada uma das amostras de poliéster, papel “glassine” com as medidas de 7,6 x 7,6 cm e um cilindro durante 60 segundos, tal como se pode visualizar na Figura 21.



Figura 21: Ensaio “soil – release” segundo a norma AATCC Teste “Method” 130 – 2000 efetuado na amostra de PES.

A Figura 22, elucida as amostras de poliéster manchadas com óleo de milho.



Figura 22: Amostras de poliéster manchadas com óleo de milho.

As amostras foram lavadas a uma temperatura de $41 \pm 3^\circ$, usando uma máquina de lavar Wascator FOM 75, durante 12 minutos. O detergente usado foi o ECE com uma concentração de 4g/L e foi utilizado um volume de solução de 50mL.

Após a lavagem, as amostras foram secas numa estufa com uma temperatura de 100°C até ficarem completamente secas. Posteriormente avaliaram-se as propriedades “soil – release” utilizando uma escala “stain release replica” numa câmara de luz “Verivide” com a luz D65. Os graus da escala variam de 1 a 5, sendo o primeiro o que corresponde ao pior valor de remoção da nódoa e o grau 5 o valor ótimo.

4. Análise e discussão dos resultados

As fibras de poliéster possuem uma elevada uniformidade, resistência mecânica, à abrasão e aos reagentes químicos. Contudo estas fibras em virtude de apresentarem uma elevada hidrofobicidade, são difíceis de limpar porque as suas superfícies são mais repelentes à água.

Existem várias estratégias que podem ser adotadas para aumentar a hidrofiliabilidade do poliéster, tais como, por acabamento químico ou enxerto, ou através do tratamento químico com hidróxido de sódio, ou por tratamento físico usando o plasma ou ainda pelo tratamento bioquímico com enzimas (Takke, et al., 2011, p. 2621), (Butola, 2008, p. 133).

4.1. Hidrólise alcalina do poliéster

As propriedades “soil-release” das fibras dependem entre outras características, da hidrofiliabilidade. No caso da fibra de poliéster, estas propriedades podem ser melhoradas por hidrólise alcalina (Butola, 2008, p. 133). Neste trabalho, o processo de modificação do poliéster foi efetuado em duas etapas. Numa primeira fase, efetuou-se a hidrólise alcalina do poliéster criando grupos hidróxilos e carboxílicos sobre a superfície e na segunda fase efetuou-se a modificação da superfície do poliéster através da reação do polietilenoglicol (PEG) na presença de uma resina.

4.1.1. Determinação da perda de peso

A hidrólise alcalina do poliéster foi efetuada com NaOH com diferentes concentrações de 2M, 2,5 M, 3 M e 4 M a 90°C, durante 30 minutos. Contudo observou-se que o tratamento do poliéster com as concentrações de 4M e de 3M de NaOH a 90°C, conduziu a uma acentuada degradação do poliéster. As amostras de PES que foram tratadas com NaOH 2M e 2,5 M a 90°C, não se encontravam degradadas e apresentam um toque muito macio. Neste trabalho também se efetuou a hidrólise alcalina do poliéster com NaOH com uma concentração de 3M, a uma temperatura de 55°C, durante 30 minutos. As restantes condições experimentais são similares ao tratamento alcalino anterior. O controlo do tratamento alcalino sobre o poliéster foi efetuado com base na variação do peso utilizando a equação apresentada no ponto 3.4.2. A tabela 2 evidencia a variação média dos pesos obtidos para as amostras de poliéster tratadas com NaOH.

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a C, bem como as condições dos respetivos tratamentos realizados, encontram-se representados na tabela 2, juntamente com os respetivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 23, encontra-se graficamente representado o valor médio da variação de peso registada para cada um dos tratamentos.

Tabela 2: Variação do peso das amostras de poliéster após hidrólise alcalina

Tratamentos realizados				
Saponificação	NaOH 2M	x		
	NaOH 2.5M		x	
	NaOH 3M			x
Temperatura	55 °C			x
	90 °C	x	x	
Ensaio		Amostra		
		A	B	C
Variação de peso (%)	1	-9,2	-29,7	-8,9
	2	-12,7	-32,7	-6,8
	3	-10,6	-28,7	-8,7
	4	-11,3	-27,3	-7,9
	5	-9,9	-30,4	-7,3
	6	-10,5	-29,9	-7,1
	7	-11,7	-29,8	-8,1
	8	-10,5	-32,8	-8,6
Média		-10,814	-30,167	-7,9257
Desvio padrão		1,0973	1,8544	0,7748
Erro padrão		0,388	0,6556	0,2739

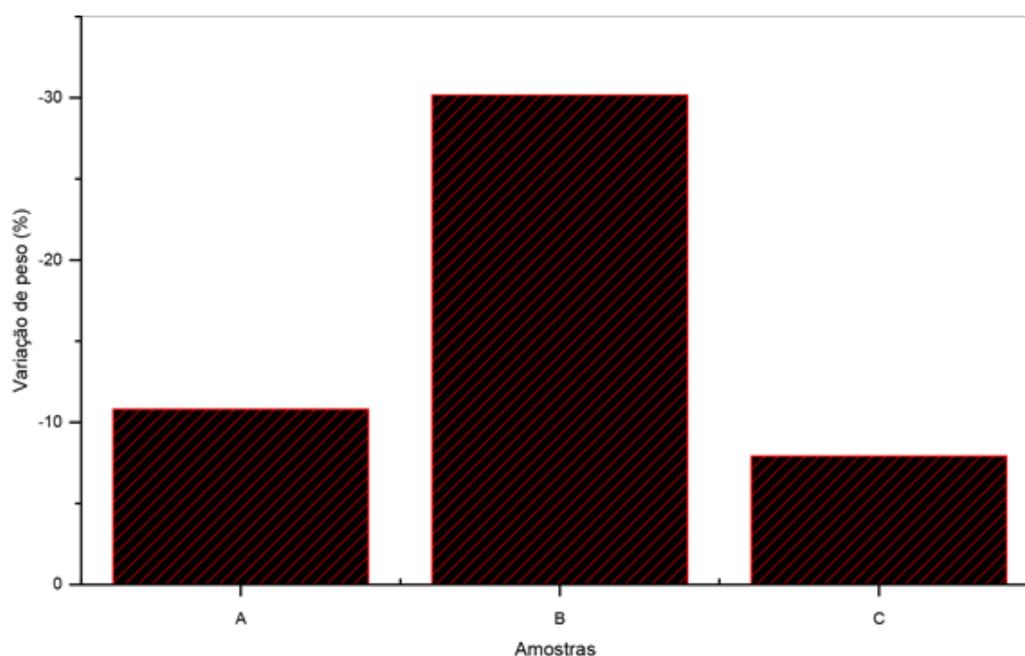


Figura 23: Valor médio da variação de peso para cada uma das amostras hidrolisadas

Na *boxplot* representada na figura 24, encontram-se representados o valor médio, máximo, mínimo, mediana, primeiro quartil e terceiro quartil dos resultados obtidos na determinação da variação de peso para cada um dos tratamentos avaliados. No mesmo gráfico, encontram-se também representados os resultados obtidos em cada um dos ensaios realizados, podendo avaliar-se a respetiva dispersão.

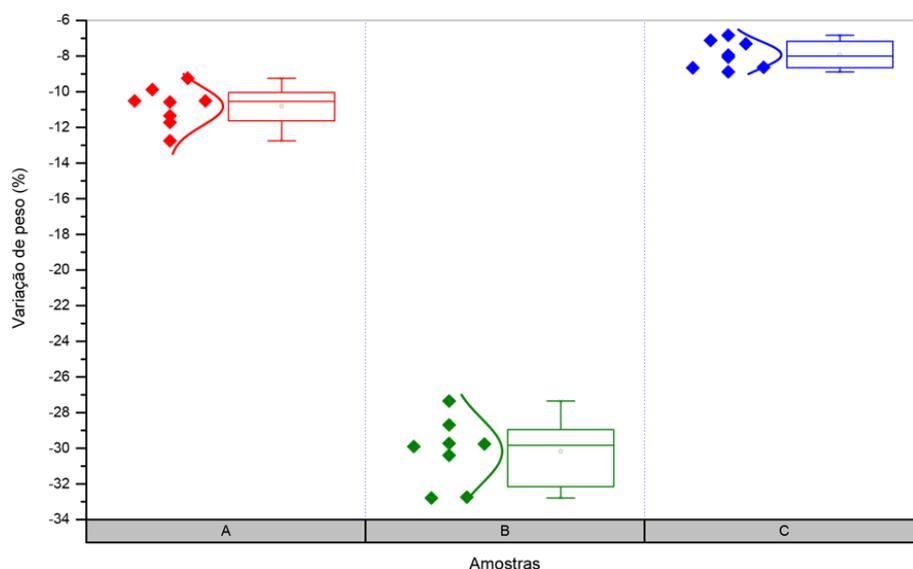


Figura 24: *Boxplot* da variação de peso para cada uma das amostras hidrolisadas

Procedeu-se de seguida ao tratamento estatístico dos resultados obtidos. Neste contexto começou por se proceder à análise da variância (ANOVA), no sentido de avaliar a existência de diferenças estatisticamente significativas entre as médias das variações de peso registadas para cada tratamento (tabela 3).

Tabela 3: ANOVA para a variação média de peso das amostras hidrolisadas

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	2	2340.27251	1170.13626	669.52441	0
Erros	21	36.70196	1.74771		
Total	23	2376.97448			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se pela existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído pela existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 4.

Tabela 4: Teste de Tukey das amostras hidrolisadas

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-19.35375	0.66101	41.40712	0	0.05	1	-21.01984	-17.68765
C A	2.88798	0.66101	6.1788	7.54E-04	0.05	1	1.22188	4.55407
C B	22.24172	0.66101	47.58592	0	0.05	1	20.57563	23.90782

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância
 Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)
 LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que todos os pares de tratamentos, apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 25, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos são consideradas significativas, pois o intervalo de confiança não inclui o valor 0.

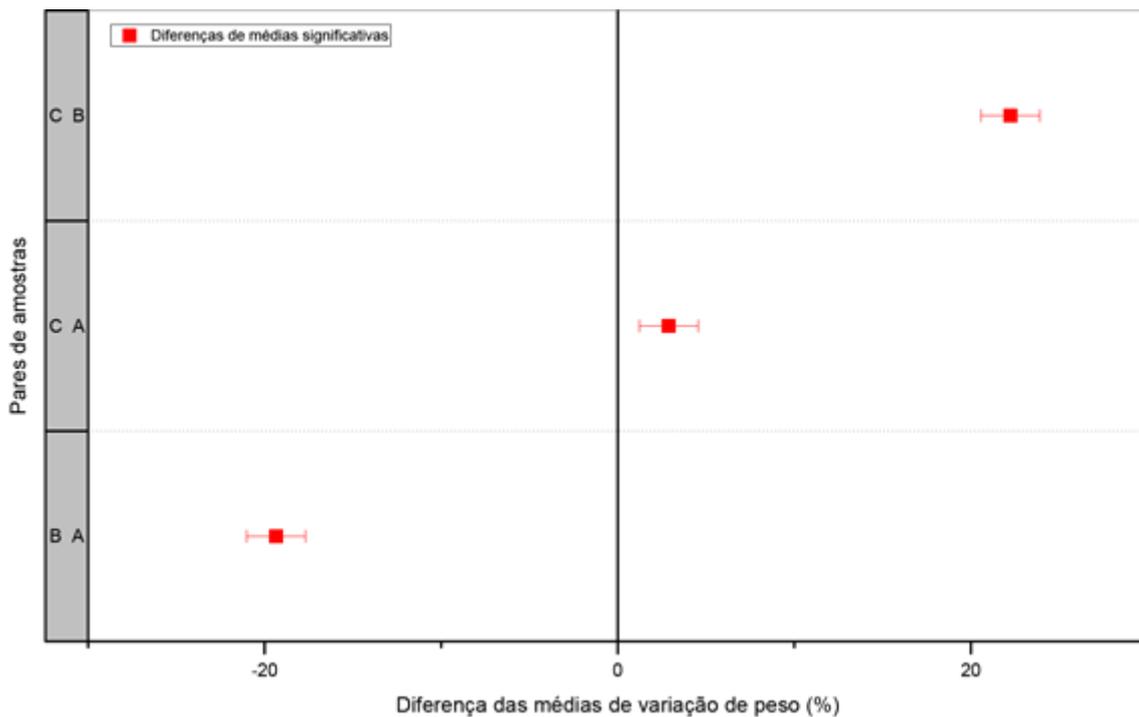


Figura 25: diferença das médias de variação de peso das amostras hidrolisadas

Da análise dos resultados evidenciados anteriormente pode-se constatar, que existem variações de peso significativas em todas as condições de tratamento utilizadas. Realça-se no entanto que, as amostras saponificadas numa solução de NaOH (2,5 M) à temperatura de 90°C exibem variações de peso bastante superiores às obtidas nas restantes condições de tratamento.

Pode também concluir-se que as condições que menos contribuem para a redução da perda de peso, logo para uma menor degradação do poliéster, consistem na realização do tratamento utilizando menor uma concentração de NaOH de 3,0 M à temperatura de 55° C, durante 30 minutos. Estes resultados estão de acordo com os estudos anteriores (Wang & Zhejiang, 2009, p. 289)

4.1.2. Avaliação da resistência à tração das amostras de poliéster hidrolisadas em meio alcalino

As propriedades mecânicas das amostras de PES, nomeadamente a resistência à tração, foram alteradas com a hidrólise alcalina. As tabelas e figuras a seguir apresentadas evidenciam os valores médios obtidos para a resistência à tração das amostras de poliéster sem tratamento e hidrolisadas nas direções da teia e trama.

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a D, bem como as condições dos respetivos tratamentos realizados, encontram-se representados na tabela 5, juntamente com os respetivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 26, encontra-se graficamente representado o valor médio da resistência à tração registada para cada um dos tratamentos à teia.

Como efetuado no ponto 4.1.1, todas as avaliações dos testes efetuados para este trabalho seguem a mesma formatação, sendo inicialmente realizada uma tabela com as médias desvio padrão e erro padrão da média. De seguida elabora-se um gráfico com os valores médios dos ensaios efetuados, de seguida a boxplot. Por fim, elaboram-se duas tabelas uma a ANOVA e a segunda com o teste de Tukey. Através destas duas últimas tabelas é possível concluir se existem diferenças significativas entre as médias, sendo ainda representadas num gráfico.

Tabela 5: Resultados obtidos nos ensaios de resistência à tração no sentido da teia dos tecidos de poliéster tratados com NaOH

Tratamentos realizados					
Sem tratamento		x			
[NaOH]	2 M			x	
	2.5M				x
	3M		x		
Temperatura	55 °C		x		
	90 °C			x	x
Ensaio		Amostra			
		A	B	C	D
Resistência à tração (N)	1	463.5	432.0	394.0	213.5
	2	435.5	420.0	400.5	226.5
	3	436.5	465.0	385.2	199.6
	4	450.5	410.4	362.8	
Média		446.5	431.9	385.6	213.2
Desvio padrão		13.2	23.8	16.5	13.5
Erro padrão da média		6.6	11.9	8.2	7.8

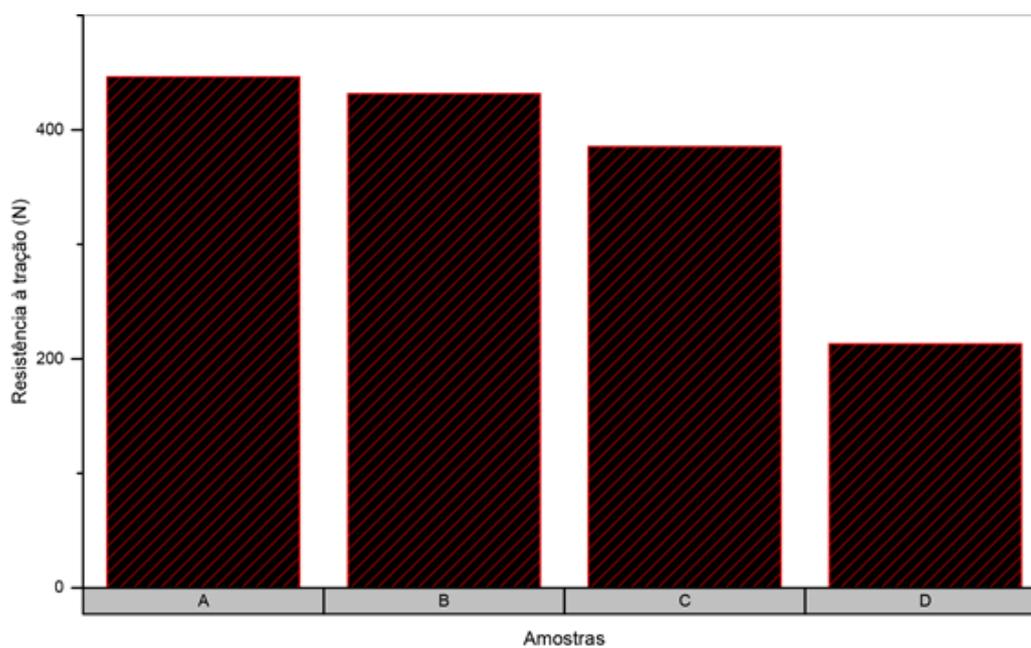


Figura 26: Valores médios da resistência à tração para cada amostra hidrolisada no sentido da teia

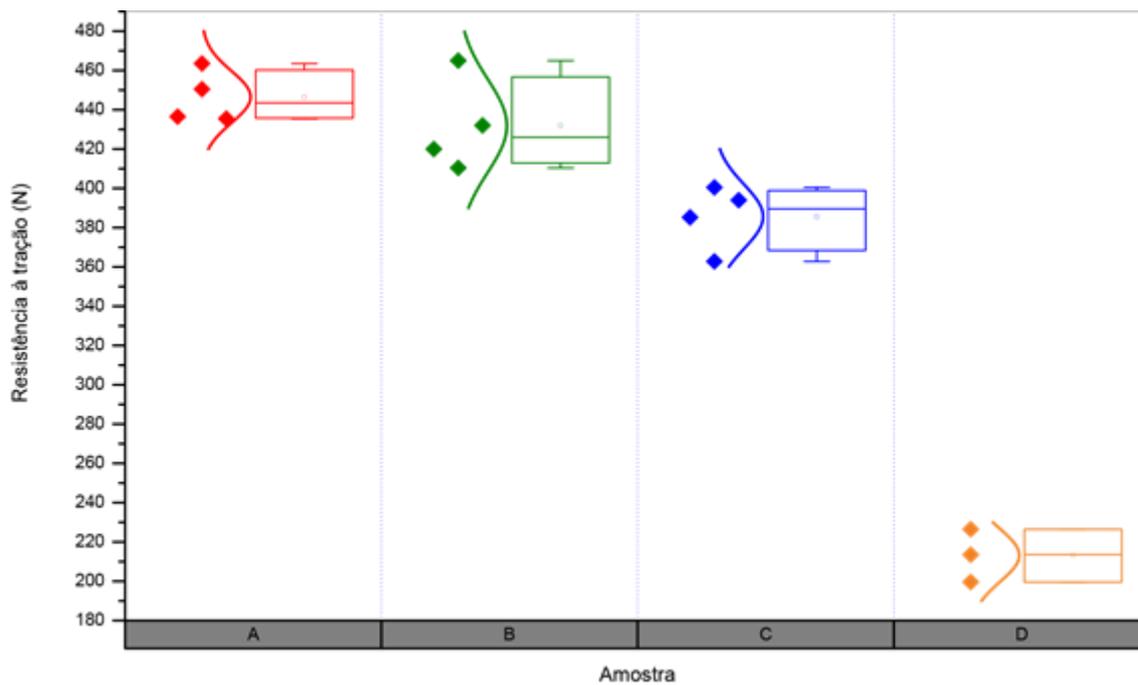


Figura 27: *Boxplot* dos valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da teia

Tabela 6: ANOVA para os valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da teia

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	3	112034.6225	37344.87417	120.82245	1.06E-08
Erros	11	3399.9775	309.08886		
Total	14	115434.6			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 6, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se pela existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído pela existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 7.

Tabela 7: Teste de Tukey para os valores de resistência à tração no sentido da teia

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-14.65	12.43159	1.66658	6.52E-01	0.05	0	-52.06341	22.76341
C A	-60.875	12.43159	6.92512	0.00227	0.05	1	-98.28841	-23.46159
C B	-46.225	12.43159	5.25854	1.53E-02	0.05	1	-83.63841	-8.81159
D A	-233.3	13.42765	24.57139	0	0.05	1	-273.7111	-192.8889
D B	-218.65	13.42765	23.02843	0	0.05	1	-259.0611	-178.2389
D C	-172.425	13.42765	18.15997	1.58E-07	0.05	1	-212.8361	-132.0139

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que os pares de tratamentos CA, CB, DA, DB e DC apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste).

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 28, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respectivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

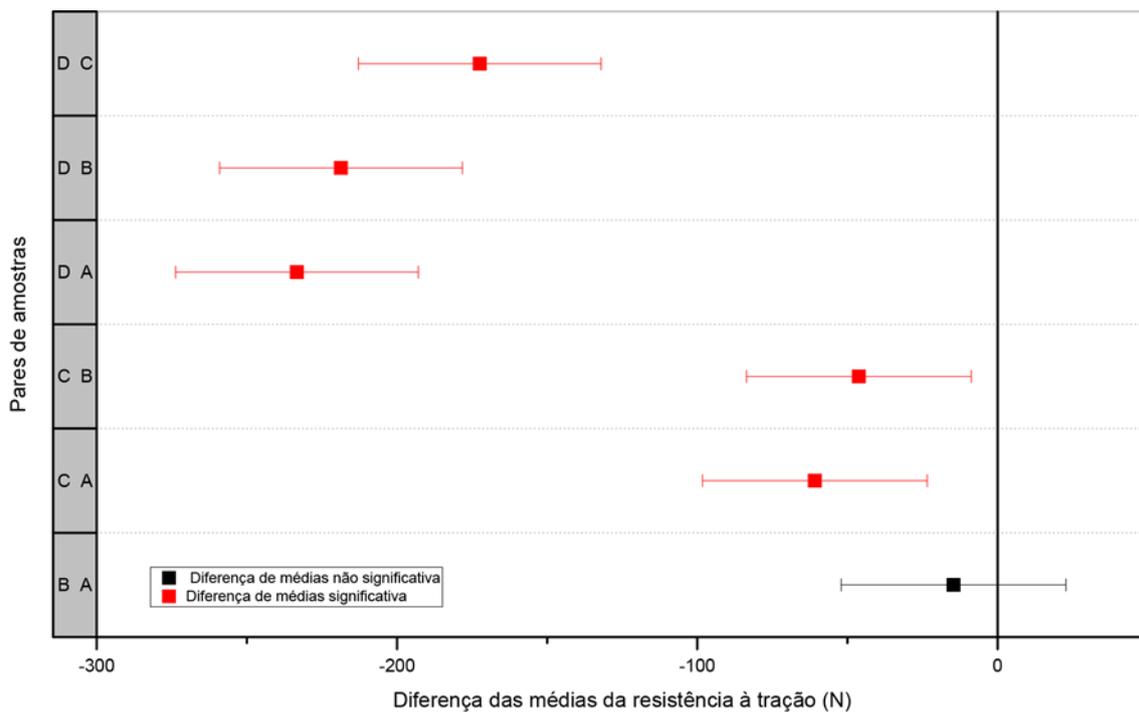


Figura 28: Diferença das médias de resistência à tração no sentido da teia

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a D, bem como as condições dos respectivos tratamentos realizados, encontram-se representados na tabela 8, juntamente com os respectivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 29 encontra-se graficamente representado o valor médio da resistência à tração registada para cada um dos tratamentos efetuados à trama.

Tabela 8: Resultados obtidos nos ensaios de resistência à tração no sentido da trama dos tecidos de poliéster tratados com NaOH

Tratamentos realizados					
Sem tratamento		x			
[NaOH]	2 M			x	
	2.5M				x
	3M		x		
Temperatura	55 °C		x		
	90 °C			x	x

Ensaio	Resistência à tração (N)	Amostra			
		A	B	C	D
1	575.0	465.5	391.2	229.5	
2	566.0	460.5	418.5	230.3	
3	593.0	501.0	385.6	212.5	
4	508.0	508.0	435.5	213.5	
Média		578.0	483.8	407.7	221.5
Desvio padrão		13.7	24.2	23.5	9.8
Erro padrão da média		7.9	12.1	11.7	4.9

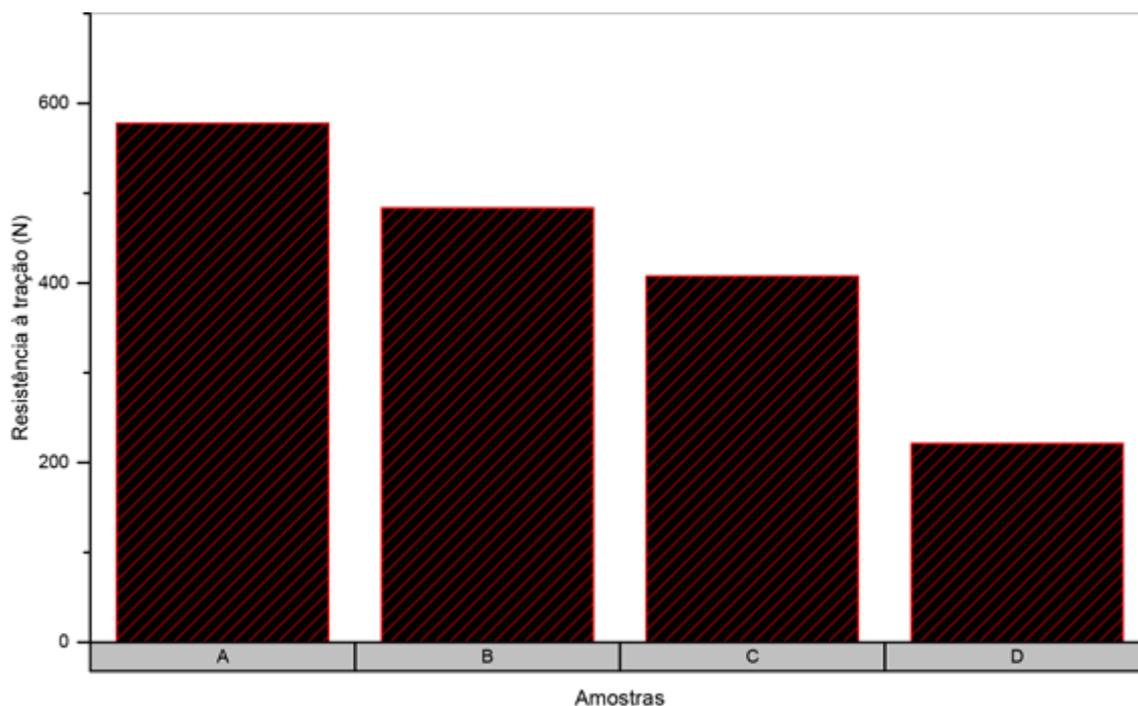


Figura 29: Valores médios da resistência à tração para as amostras hidrolisadas no sentido da trama

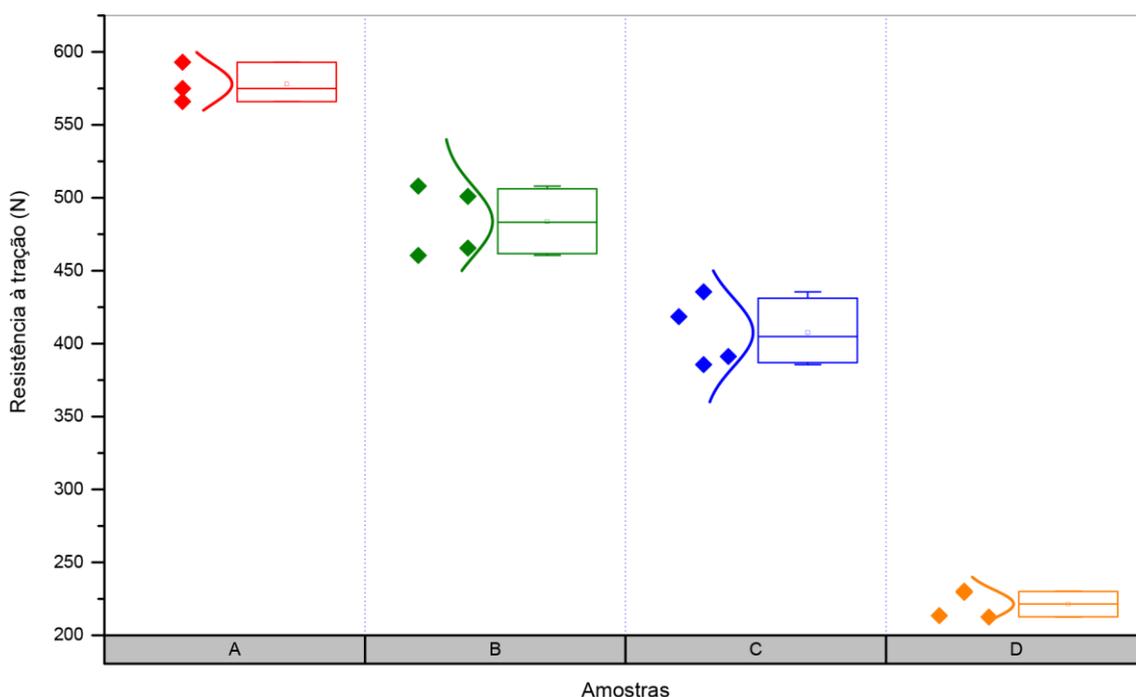


Figura 30: *Boxplot* dos valores médios de resistência à tração das amostras hidrolisadas no sentido da trama

Tabela 9: ANOVA das médias da resistência á tração no sentido da trama

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	3	248569.3293	82856.44311	223.72635	3.88E-10
Erros	11	4073.82	370.34727		
Total	14	252643.1493			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 9, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o

objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 10.

Tabela 10: Teste de Tukey para as médias de resistência à tração no sentido da trama

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-94.25	14.69816	9.06846	2.48E-04	0.05	1	-138.48474	-50.01526
C A	-170.3	14.69816	16.38576	7.19E-07	0.05	1	-214.53474	-126.06526
C B	-76.05	13.60785	7.90359	7.98E-04	0.05	1	-117.00342	-35.09658
D A	-356.55	14.69816	34.30619	0	0.05	1	-400.78474	-312.31526
D B	-262.3	13.60785	27.25987	0	0.05	1	-303.25342	-221.34658
D C	-186.25	13.60785	19.35627	1.51E-08	0.05	1	-227.20342	-145.29658

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que todos os pares apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 31, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos não inclui o valor 0, e por isso, são consideradas significativas.

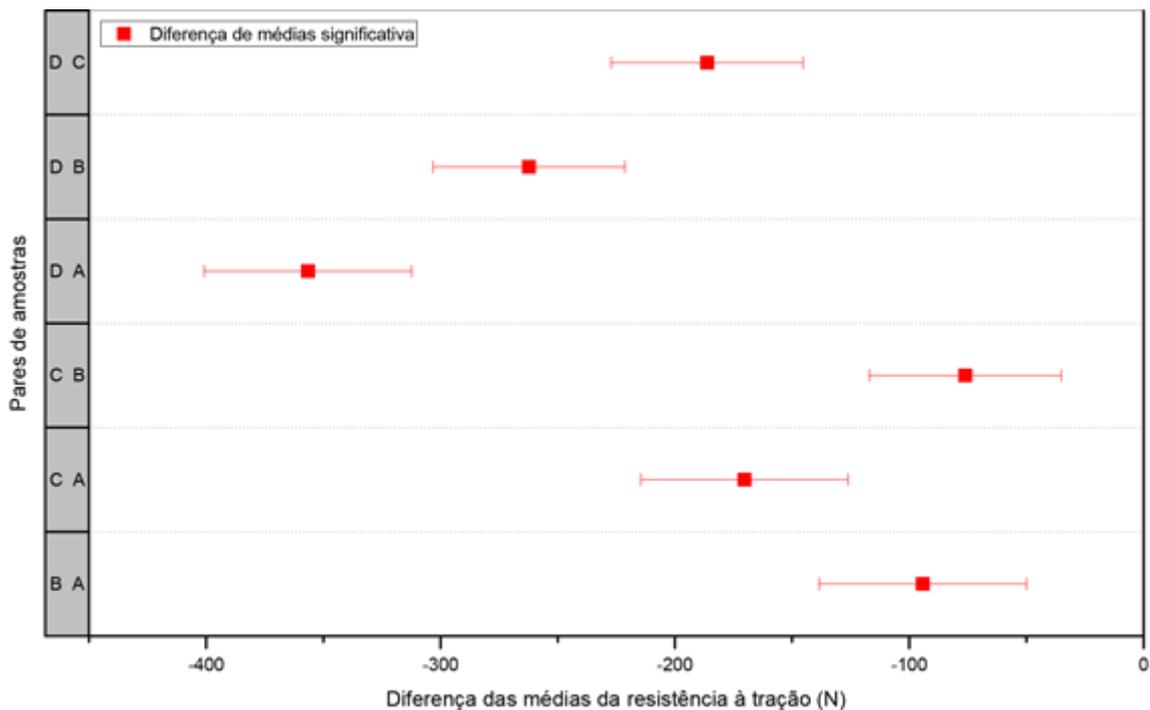


Figura 31: Diferença das médias de resistência à tração no sentido da trama

Da análise dos resultados, podemos concluir que a resistência à tração diminui de forma significativa com o tratamento alcalino efetuado nas amostras de poliéster excetuando as amostras tratadas com NaOH (3M) à temperatura de 55°C. Neste caso não existem variações estatisticamente significativas entre as amostras não tratadas e as amostras tratadas nestas condições, tal como se pode comprovar da análise de resultados anteriormente apresentados. No caso da trama as amostras tratadas nas mesmas condições são também aquelas que apresentam menor perda de resistência mecânica, apesar de tudo superior à encontrada na teia e com significância estatística. Estes resultados mostram que as melhores condições do tratamento alcalino correspondem à concentração de NaOH de concentração 3,0 M, à temperatura de 55° C, durante 30 minutos.

Estes resultados estão de acordo com os valores médios da variação de peso obtidos em percentagem e respetivos tratamentos estatísticos dos resultados descritos no ponto 4.1.1.

4.1.3. Avaliação do ângulo de contacto das amostras de poliéster hidrolisadas em meio alcalino

O comportamento dinâmico do ângulo de contacto de uma gota de água destilada sobre a superfície das amostras de poliéster não tratado e do poliéster hidrolisado é evidenciado na figura 32.

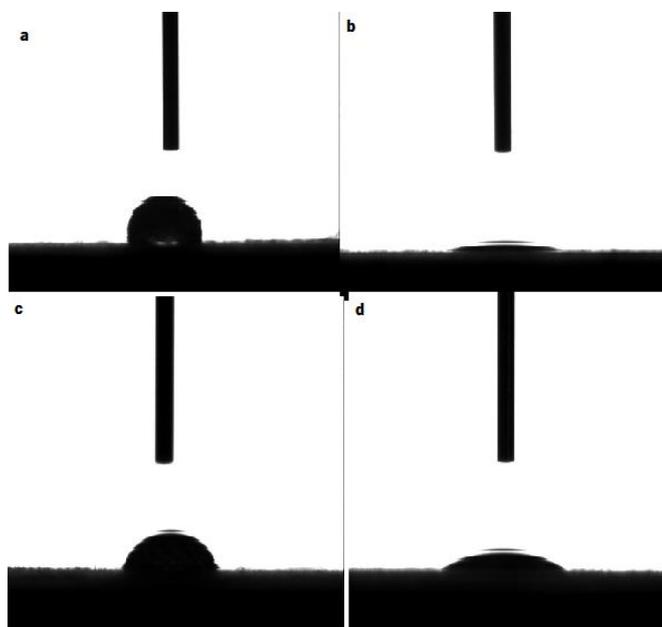


Figura 32: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratada com NaOH (2M) à temperatura de 90°C durante 30 minutos c) amostra de poliéster tratada com NaOH (2,5 M) à temperatura de 90°C durante 30 minutos d) amostra de poliéster tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.

Quando se adiciona uma gota de água destilada, esta tem alguma dificuldade a penetrar na superfície do poliéster sem tratamento, dado que esta fibra é hidrófoba (figura 32). Da análise da figura 32 podemos verificar que com a hidrólise alcalina as amostras tornam-se mais hidrófilas. Através da análise da tabela 11, é possível verificar que o poliéster sem tratamento apresenta os valores mais elevados de ângulo de contacto, o que confirma o carácter hidrófobo desta fibra.

As amostras de poliéster saponificadas possuem ângulos de contacto menores, como é possível observar na tabela 11. Este tratamento permite que a superfície do poliéster fique hidrofílica, permitindo assim que a gota de água destilada penetre mais facilmente no tecido.

Tabela 11: Valores médios do ângulo de contacto das amostras sem tratamento e hidrolisadas

Tratamentos realizados					
Sem tratamento		x			
Saponificação	NaOH 2M		x		
	NaOH 2.5M			x	
	NaOH 3M				x
Temperatura	55 °C				x
	90 °C		x	x	

Ensaio	Amostra	Amostra			
		A	B	C	D
Ângulo de contacto (°)	1	103.9	15.3	54.1	26.0
	2	89.3	11.2	70.0	25.2
	3	92.2	0.0	68.7	20.6
	4	106.4	20.7	68.6	20.9
	5	100.4	33.4	87.4	24.4
	6	102.1	0.0	54.3	25.4
Média		99.1	13.4	67.2	23.8
Desvio padrão		6.79	12.8	12.3	2.38
Erro padrão		2.77	5.23	5.03	0.97

Na figura 33 encontra-se graficamente representado o valor médio do ângulo de contacto registado para cada um dos tratamentos.

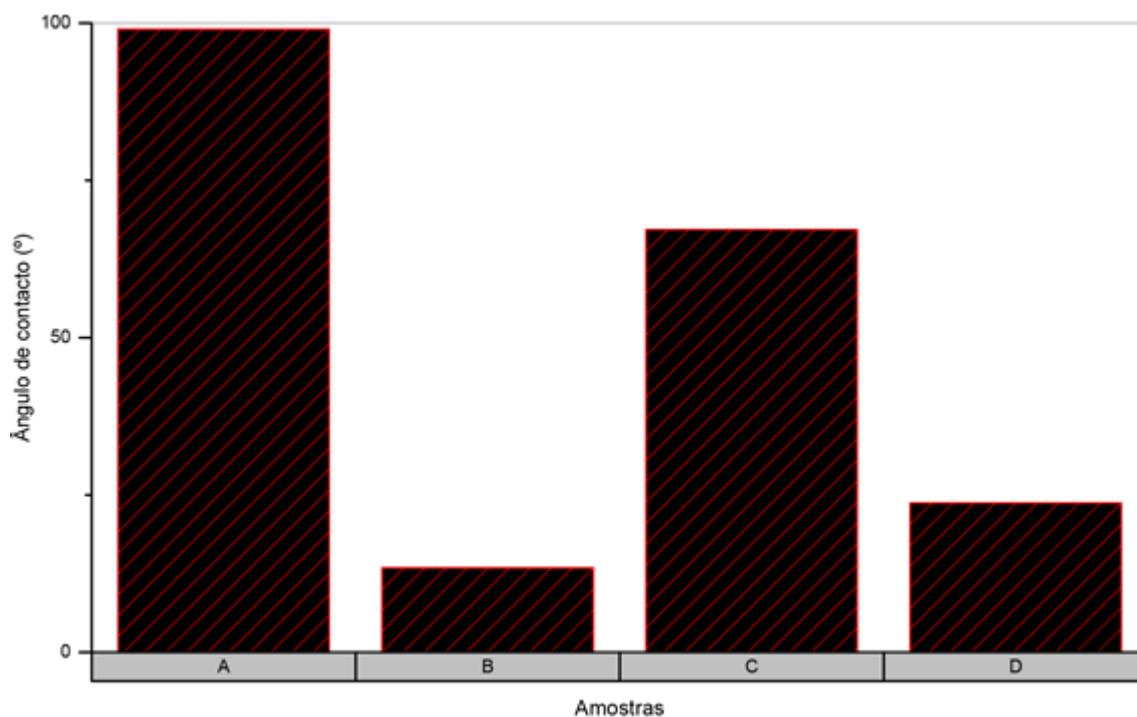


Figura 33: Valor médio do ângulo de contacto das amostras estudadas

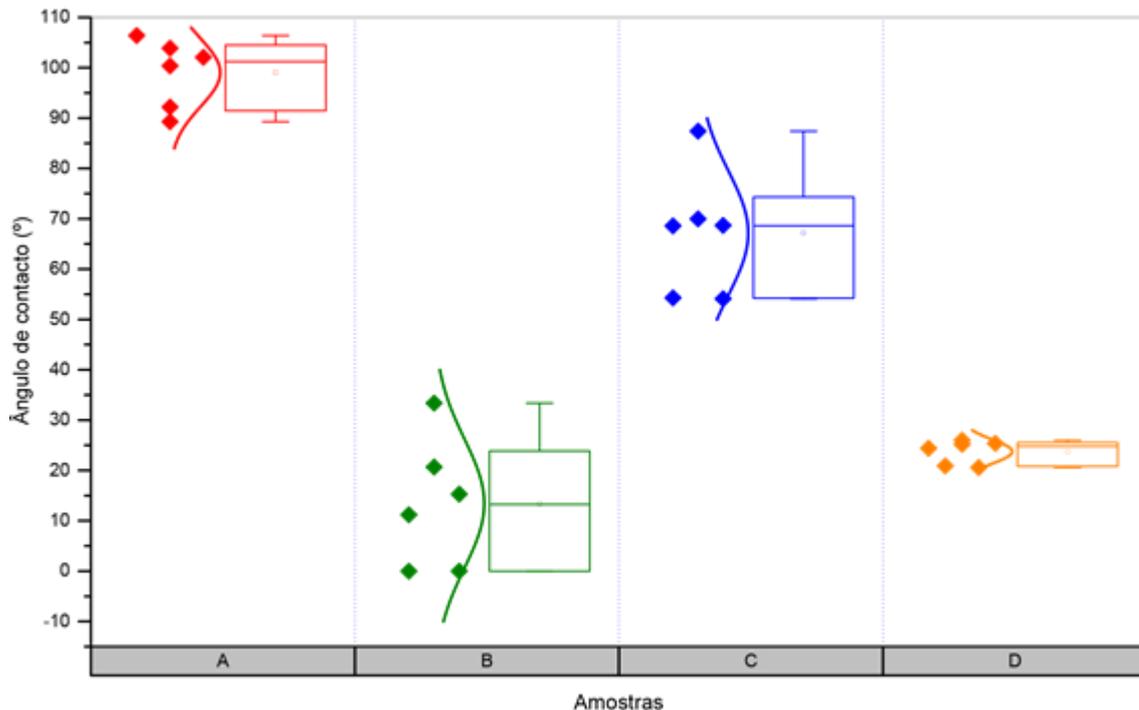


Figura 34: *Boxplot* do ângulo de contacto das amostras sem tratamento e hidrolisadas

Tabela 12: ANOVA para o ângulo de contacto das amostras hidrolisadas

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	3	28346.60792	9448.86931	102.81844	2.52E-12
Erros	20	1837.97167	91.89858		
Total	23	30184.57958			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 12, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o

objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 13.

Tabela 13: Teste de Tukey para o ângulo de contacto das amostras hidrolisadas

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-85.61667	5.5347	21.87659	0.00E+00	0.05	1	-101.10776	-70.12557
C A	-31.86667	5.5347	8.1425	6.804E-05	0.05	1	-47.35776	-16.37557
C B	53.75	5.5347	13.73408	1.15E-06	0.05	1	38.2589	69.2411
D A	-75.3	5.5347	19.24049	0	0.05	1	-90.7911	-59.8089
D B	10.31667	5.5347	2.63609	0.27449	0.05	0	-5.17443	25.80776
D C	-43.43333	5.5347	11.09799	9.12E-07	0.05	1	-58.92443	-27.94224

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que o par DB não apresenta resultados médios significativamente diferentes entre si, pois o valor-p neste caso não é inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 35, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

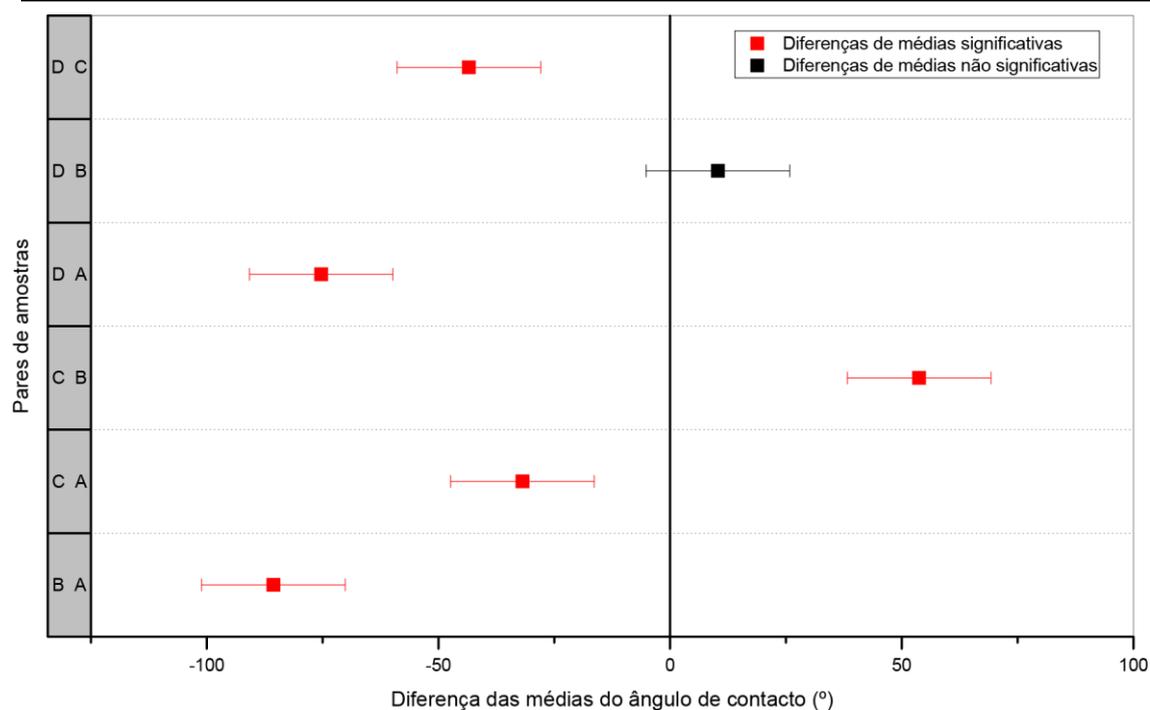


Figura 35: Diferença das médias do ângulo de contacto das amostras hidrolisadas

De uma forma geral o ângulo de contacto diminui com a realização da saponificação independentemente das condições utilizadas. Verifica-se no entanto, que para a mesma temperatura de tratamento (90°C), o ângulo de contacto da amostra tratada com NaOH 2,5 M é superior ao registado para a amostra tratada com NaOH 2M. Estes resultados poderão eventualmente dever-se a uma degradação excessiva da superfície da fibra que poderá ter conduzido à redução da sua porosidade. Esta situação não pode no entanto ser comprovada, requerendo trabalhos futuros no sentido de aprofundar o seu estudo.

4.1.4. Análise dos poliésteres saponificados e não tratados por Espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR)

As alterações químicas do poliéster durante a imersão numa solução de NaOH, foram caracterizadas através da Espectroscopia de Infravermelho com Transformadas de Fourier e a técnica de refletância atenuada (FTIR-ATR). Os resultados são apresentados nas figuras evidenciadas a seguir. Podemos observar várias bandas de absorção características do poliéster em todas as amostras estudadas. O pico à volta de 1708 cm^{-1} é atribuído à elongação do grupo C=O dos grupos éster. As bandas de absorção na região de 1245-1000 cm^{-1} , são atribuídas a

vibrações de alongação da ligação C-O. Os picos a 1465 e 1403 cm^{-1} podem corresponder à vibração de deformação no plano da ligação C-H do anel benzênico (Gua, et al., 2001, p. 139).

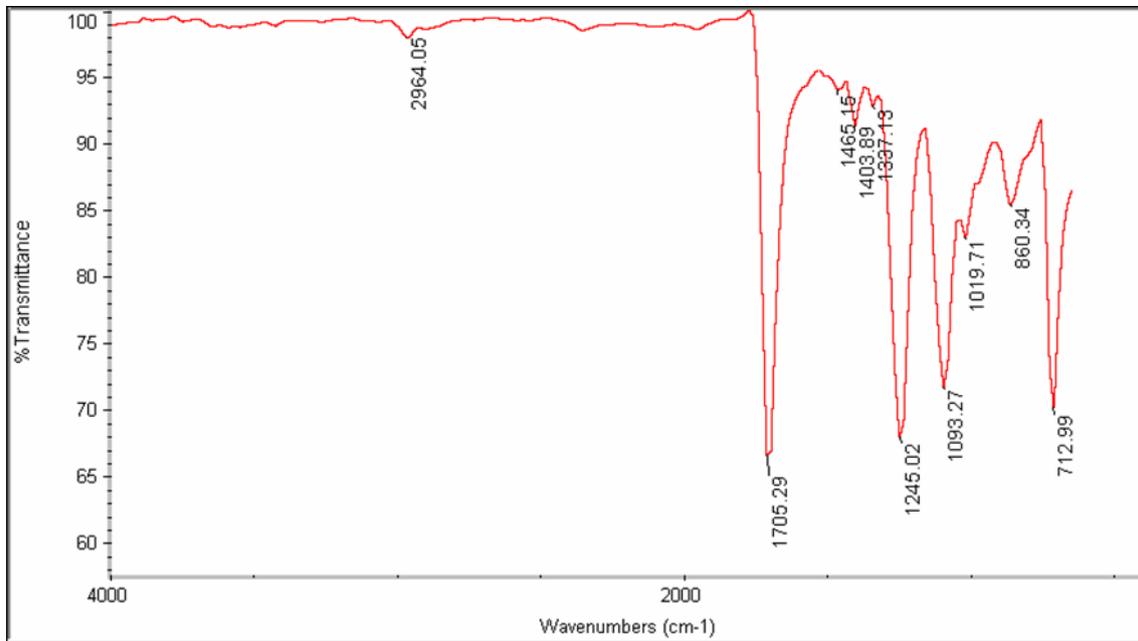


Figura 36: Espectro de FTIR da amostra de poliéster original.

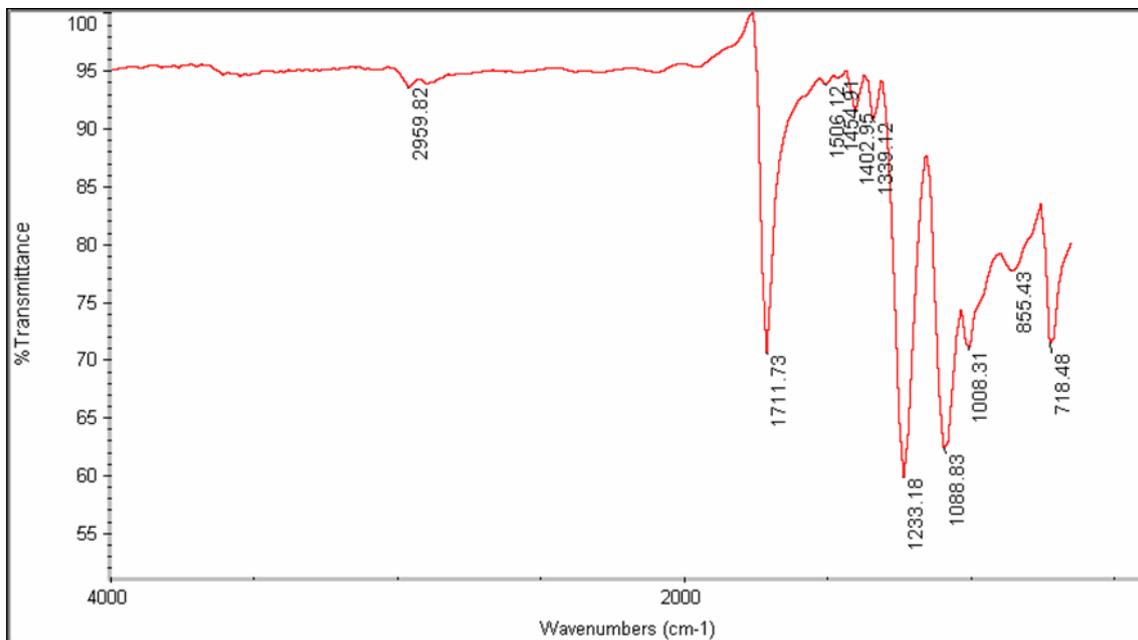


Figura 37: Espectro de FTIR da amostra de poliéster tratada com uma solução de NaOH (3,0 M) com uma temperatura de 55°C, durante 30 minutos.

Os espectros de FTIR das amostras de poliéster original e tratado com uma solução de NaOH (3M) durante 30 minutos, à temperatura de 55°C são evidenciados na Figura 38.

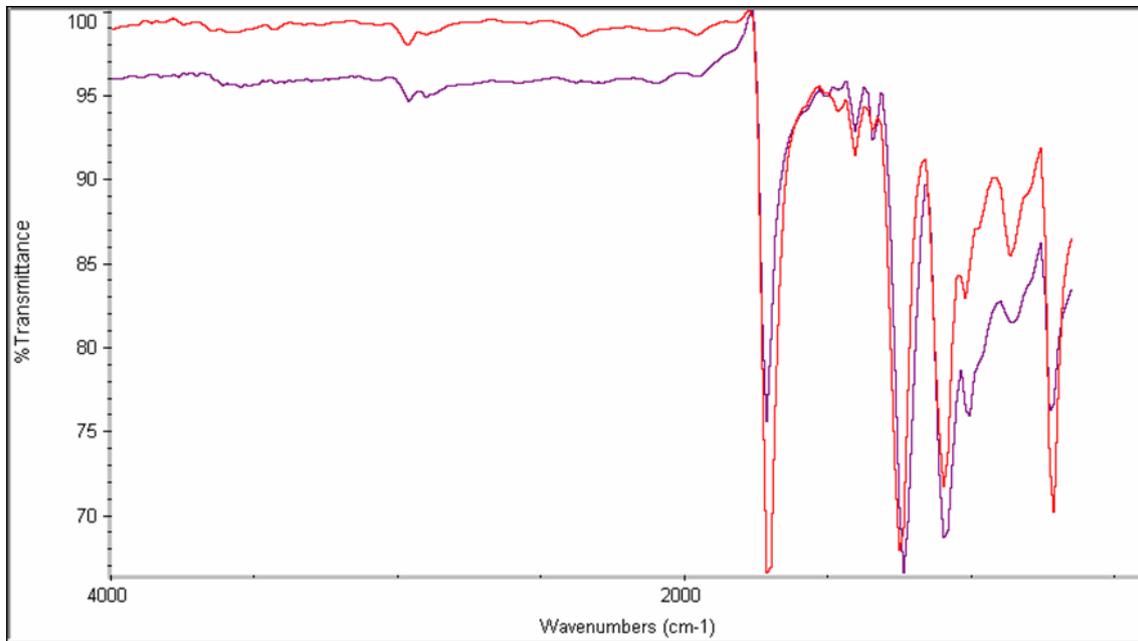


Figura 38: Sobreposição dos espectros de FTIR das amostras de PES sem tratamento (—) e PES tratado com solução NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos (—).

Da análise da Figura 39 podemos observar um pico a 1506 cm^{-1} que aparece no poliéster tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos, que é atribuído a uma vibração de alongação assimétrica do anião COO^- o que comprova que houve efetivamente uma hidrólise alcalina do poliéster (Gua, et al., 2001, p. 139).

4.1.5. Análise dos poliésteres hidrolisados em meio alcalino e não tratados por DSC

A calorimetria diferencial de varrimento (DSC) tem contribuído de um modo relevante para a caracterização de polímeros.

Os parâmetros térmicos dos poliésteres saponificados e originais foram medidos com um DSC, tal como foi afirmado anteriormente. As figuras 30 e 40 mostram as curvas de DSC para o PES original e hidrolisado na presença do hidróxido de sódio (3M), à temperatura de 55°C durante 30 minutos.

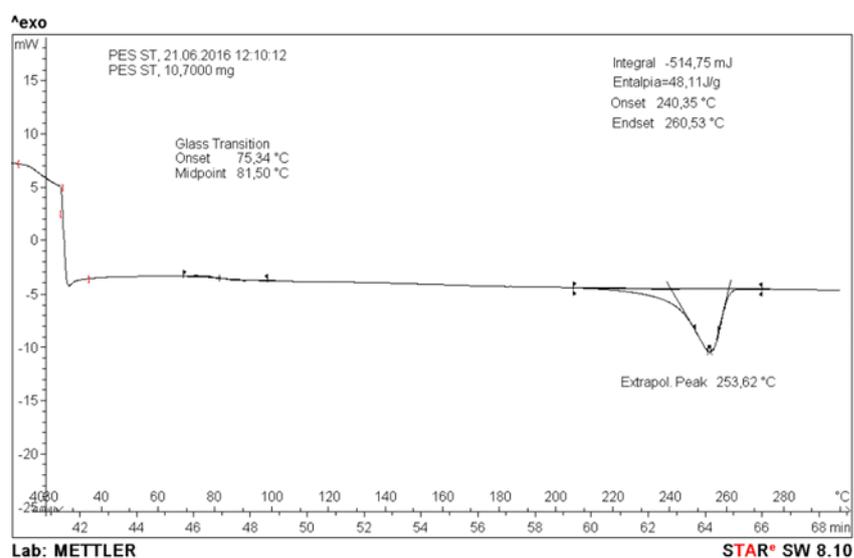


Figura 39: Termograma de DSC obtido para o poliéster sem tratamento.

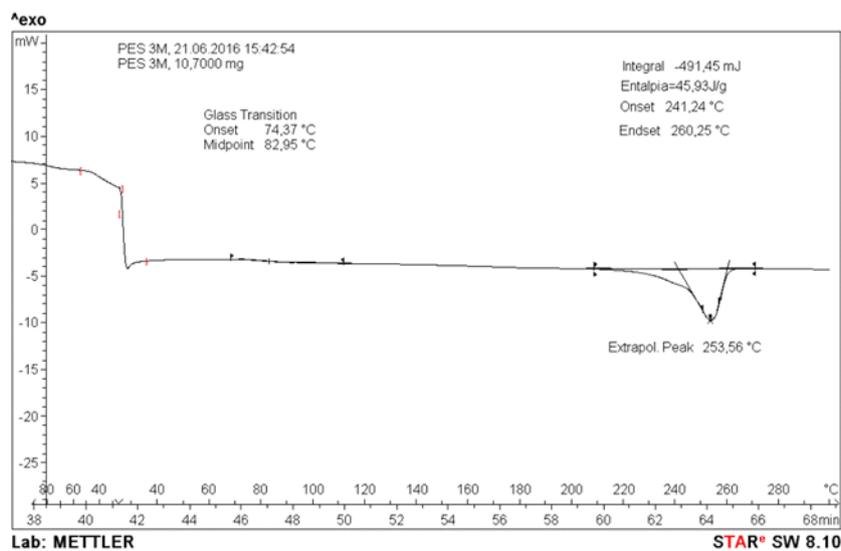


Figura 40: Curva de DSC do PES tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.

A tabela 14 evidencia o estudo da entalpia de fusão e da temperatura de fusão T_f , obtidas para o poliéster sem tratamento e para o poliéster hidrolisado com NaOH (3M), à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.

Tabela 14: Estudo das entalpias de fusão (ΔH) e temperaturas de fusão (T_f) obtidas por DSC, para as amostras: PES não tratado e PES tratado com NaOH (3M) à temperatura de 55°C, durante 30 minutos.

Amostras	ΔH (J/g)	T_f (°C)
PES original	48.11	253.62
PES tratado	45.93	253.56

Da análise da tabela 14, pode-se inferir, que com a hidrólise alcalina, vai haver quebra das cadeias poliméricas, levando a uma diminuição da cristalinidade. Assim observa-se uma diminuição da entalpia de fusão e da temperatura de fusão para o poliéster hidrolisado com NaOH 3M, à temperatura de 55°C, durante 30 minutos, comparada com o PES sem tratamento. É de referir, que em relação ao valor obtido para a temperatura de fusão do PES tratado, a diferença é ligeira, comparada com a temperatura de fusão do PES original. Estes resultados estão de acordo com os valores obtidos na avaliação da resistência à tração do PES hidrolisado na presença de NaOH 3M, à temperatura de 55°C sendo o valor que mais se aproxima do poliéster original. Pode-se então concluir, que as melhores condições de saponificação do poliéster correspondem à hidrólise com NaOH (3M) a 55°C, durante 30 minutos, como se pode também visualizar através da figura 41.

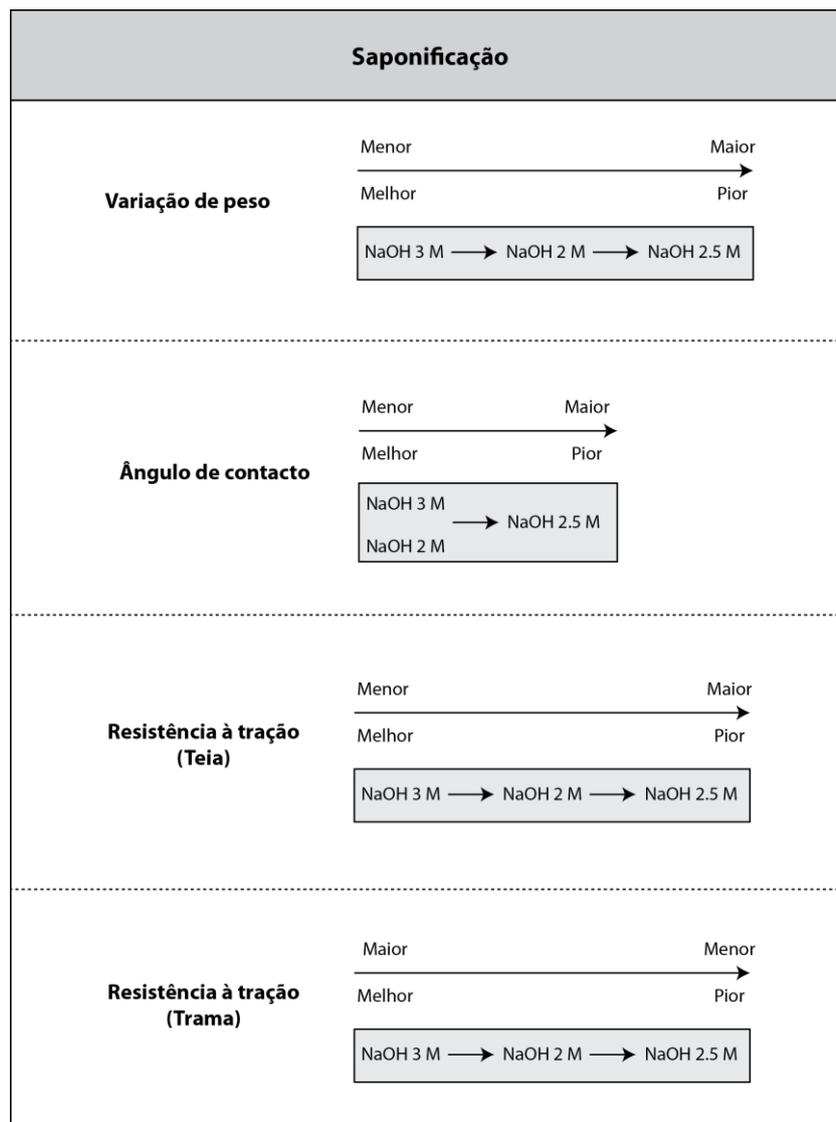


Figura 41: Quadro resumo da saponificação do poliéster

4.2. Modificação química das fibras de PES hidrolisadas por reticulação com PEG e resina (DMDHEU)

Após se ter efetuado a hidrólise do poliéster e ter estudado as melhores condições da reação, procedeu-se à segunda etapa de modificação do polímero. Esta modificação consistiu em utilizar polietilenoglicóis (PEGs) com massas moleculares médias de 1000 e 2000 que foram reticulados aos tecidos de PES, por um processo “pad-dry-cure”, na presença de uma resina de DMDHEU modificada quimicamente, com diferentes concentrações (60 g/L e 120 g/L).

As propriedades “soil-release” dos tecidos de PES podem ser melhoradas utilizando polietilenoglicóis de baixos pesos moleculares, uma vez que os PEGs são polímeros hidrofílicos. Assim, tendo em conta o processo de modificação citado anteriormente, na segunda etapa da reação, a resina Adipret P-LF (DMDHEU modificada quimicamente, com catalisadores incorporados) que atua como agente reticulante, formando pontes entre as cadeias do PEG e a fibra de poliéster (Haojie & Xiao, 2003, p. 2288).

Neste trabalho, efetuaram-se ensaios preliminares, que consistiram em secar previamente as amostras em atmosfera acondicionada ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $65 \pm 2\%$ de humidade) durante 48 horas, e pesadas antes da impregnação. Posteriormente as amostras de poliéster foram secas na râmola durante 7 minutos, a 60°C e termofixadas durante 3 minutos a 160°C . De seguida foram lavadas em água corrente e secas durante 48 horas em atmosfera acondicionada ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $65 \pm 2\%$ de humidade).

Os ganhos de peso foram determinados tendo em conta a equação evidenciada a seguir.

$$\text{Ganho de peso (\%)} = [(P_f - P_i)]/P_i \times 100,$$

Onde P_i é o peso inicial da amostra seca em atmosfera acondicionada ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $65 \pm 2\%$ de humidade) durante 48 horas e P_f é o peso final após tratamento e seco sob atmosfera acondicionada ($20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $65 \pm 2\%$ de humidade) durante 48 horas.

Observou-se que o processo de secagem das amostras de PES tratadas a 60°C durante 7 minutos, resultou na degradação do polietilenoglicol. Estes resultados estão de acordo com os obtidos em estudos efetuados por J. Glastrup (Glastrup, 1995, p. 217). Este investigador verificou que a degradação do polietilenglicol podia ocorrer com uma secagem a 70°C , dando origem à formação de ácido fórmico. Quando se efetua a secagem, o ácido reage com o grupo hidroxilo terminal do PEG resultando em ésteres do ácido fórmico. Em condições húmidas o ácido permanece em solução ou evapora-se.

Assim a etapa de secagem descrita por T. L. Vigo e J. S. Bruno (Vigo & Bruno, 1986), no seu processo de modificação do poliéster com DMDHEU e adotado nos ensaios preliminares deste trabalho, foram alterados por uma simples secagem à temperatura ambiente.

Definidas estas condições, procedeu-se então à realização de ensaios nos quais se trataram amostras de poliéster com PEGs de diferentes massas moleculares médias (1000 e 2000), na presença de diferentes concentrações de uma resina DMDHEU (Adipret P-LF). Concluído o tratamento, procedeu-se à avaliação das alterações produzidas ao nível das variações de peso, ângulo de contacto, propriedades mecânicas, permeabilidade ao ar e ao vapor de água.

4.2.1. Avaliação das variações de peso associada aos tratamentos com PEG e resina

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a D, bem como as condições dos respetivos acabamentos realizados, encontram-se representados na tabela 15, juntamente com os respetivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 42 encontra-se graficamente representado o valor médio da variação de peso registada para cada um dos tratamentos.

Tabela 15: Valores médios da variação de peso das amostras tratadas

		Tratamentos realizados			
Saponificação		x	x	x	x
Resina	60 g/L	x		x	
	120 g/L		x		x
PEG 1000		x	x		
PEG 2000				x	x
Ensaio		Amostra			
		A	B	C	D
Variação de peso (%)	1	0,81	0,48	1,15	2,17
	2	1,55	0,29	1,15	2,17
	3	1,05	1,00	0,86	2,01
	4	1,35	0,71	0,65	2,71
Média		1,1919	0,6186	0,9539	2,2638
Desvio padrão		0,3246	0,3075	0,2449	0,3053
Erro padrão		0,1623	0,1537	0,1225	0,1526

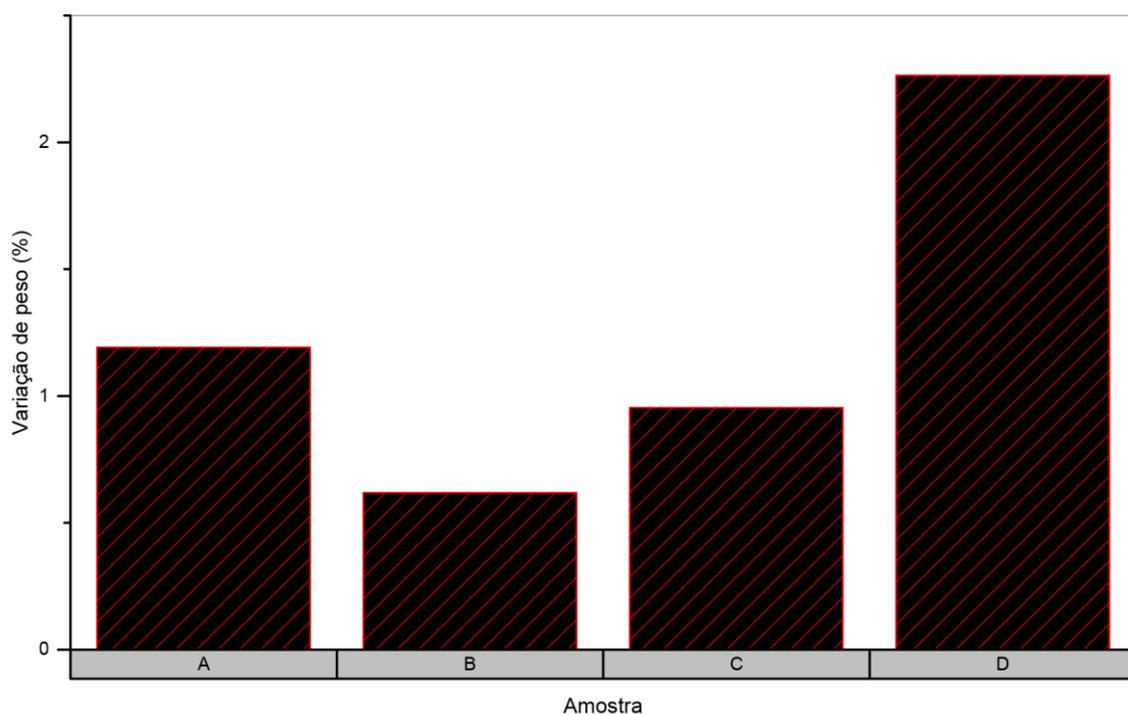


Figura 42: Valores médios da variação de peso das amostras tratadas

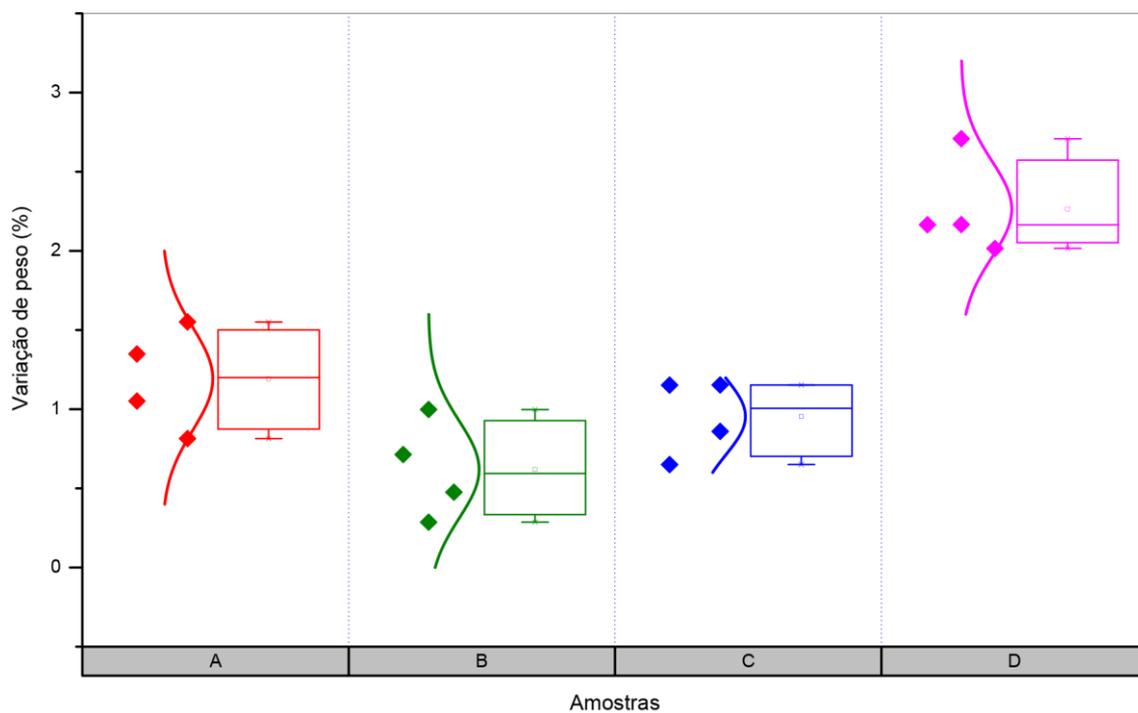


Figura 43: Boxplot da variação de peso das amostras tratadas

Tabela 16: ANOVA para a variação de peso das amostras tratadas

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	3	6,06915	2,02305	22,91879	2,95E-05
Erros	12	1,05925	0,08827		
Total	15	7,1284			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 16, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se pela existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído pela existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 17.

Tabela 17: Teste de Tukey para a variação de peso das amostras tratadas

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-0,5733	0,21008	3,85926	7,54E-02	0,05	0	-1,19702	0,05042
C A	-0,23805	0,21008	1,60247	0,67719	0,05	0	-0,86177	0,38567
C B	0,33525	0,21008	2,25679	4,17E-01	0,05	0	-0,28847	0,95897
D A	1,07187	0,21008	7,2155	0,00129	0,05	1	0,44816	1,69559
D B	1,64517	0,21008	11,07476	2,417E-05	0,05	1	1,02146	2,26889
D C	1,30992	0,21008	8,81797	2,20E-04	0,05	1	0,68621	1,93364

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LSC - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que apenas os pares de tratamentos DA, DB e DC apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna Sig que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 44, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

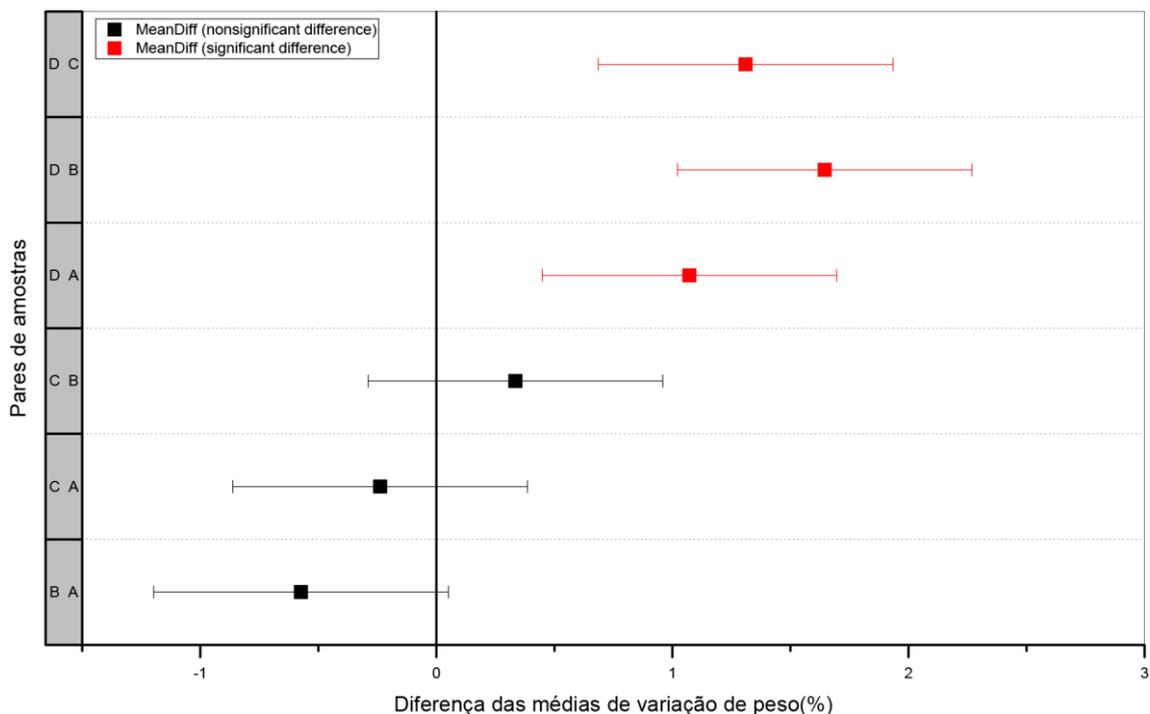


Figura 44: Diferença das médias de variação de peso das amostras tratadas

Através dos resultados obtidos, é possível concluir que, o tratamento com resina e PEG apenas produz uma variação estatisticamente significativa do peso no caso da aplicação de 120 g/L de resina e PEG 2000. Os resultados das restantes amostras não apresentam desvios significativos entre si.

4.2.2. Avaliação da resistência à tração das amostras de poliéster tratadas pelo processo “pad-dry-cure” na presença de PEG e resina

No ponto 4.1.2 avaliou-se a resistência à tração do PES original, na direção da teia e trama, obtendo-se os valores de 446,5 N e de 578 N respetivamente. As tabelas mostram os

resultados obtidos para a resistência à tração das amostras de poliéster tratadas pelo processo “pad-dry-cure”.

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a E, bem como as condições dos respectivos acabamentos realizados, encontram-se representados na tabela 18, juntamente com os respectivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 45 encontra-se graficamente representado o valor médio da resistência à tração no sentido da teia.

Tabela 18: Valores médios da resistência à tração para as amostras tratadas no sentido da teia

Tratamentos realizados						
NaOH 3M		x	x	x	x	
Resina	60 g/L		x		x	
	120 g/L			x		x
PEG	1000		x	x		
	2000				x	x
Ensaio		Amostra				
		A	B	C	D	E
Resistência à tração (N)	1	432.0	422.5	403.0	378.8	364
	2	420.0	434.0	400.5	358.8	353.2
	3	465.0	404.0	421.0	366.8	338.8
	4	390.4	405.5	383.2	365.6	349.2
Média		426.9	416.5	401.9	367.5	351.3
Desvio padrão		30.9	14.4	15.5	8.3	10.4
Erro padrão da média		15.4	7.2	7.7	4.2	5.2

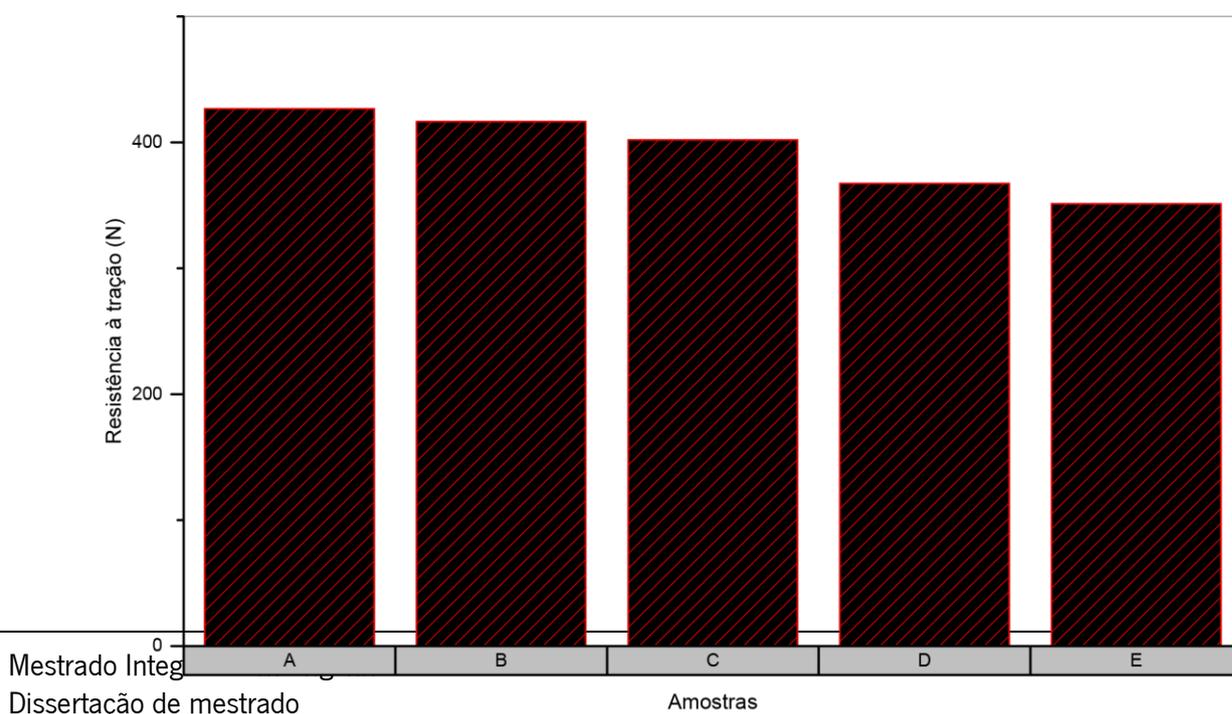


Figura 45: Valores médios da resistência à tração no sentido da teia

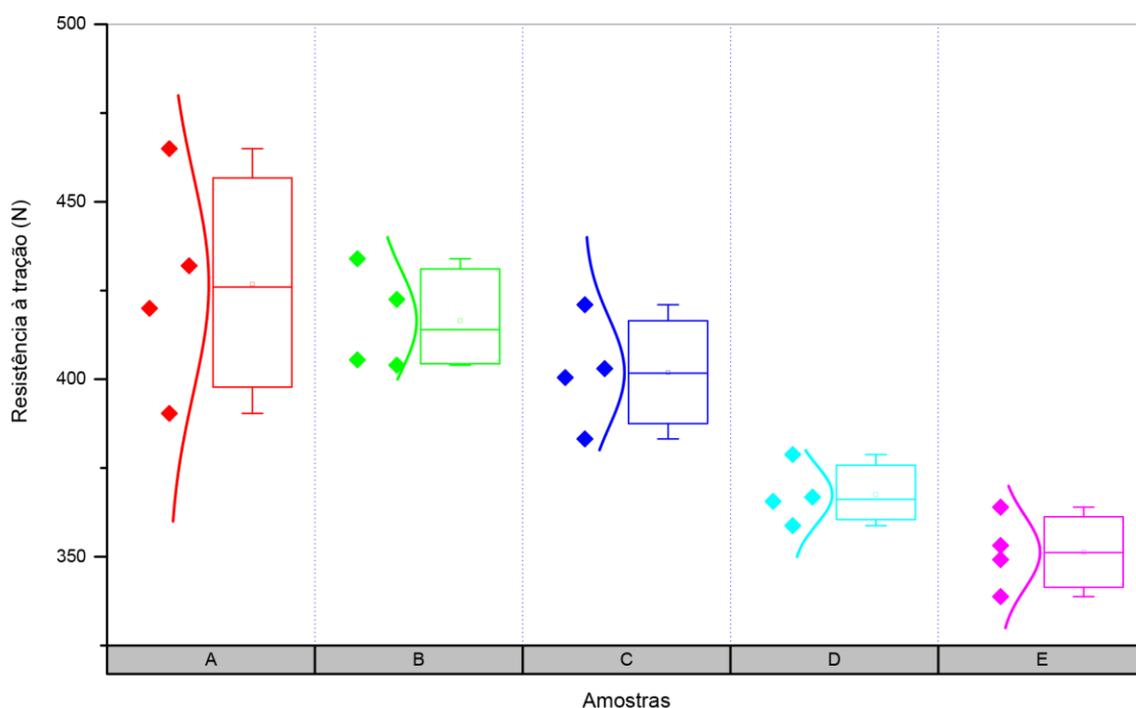


Figura 46: *Boxplot* da resistência à tração no sentido da teia

Tabela 19: ANOVA da resistência à tração no sentido da teia

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	4	16666.788	4166.697	13.22012	8.28E-05
Erros	15	4727.6775	315.1785		
Total	19	21394.4655			

GL - Graus de liberdade

H₀: As médias dos vários tratamentos são iguais

H₁: As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 19, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se pela existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído pela existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o

objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 20.

Tabela 20: Teste de Tukey para a resistência à tração no sentido da teia

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-10.35	12.55346	1.16598	9.19E-01	0.05	0	-49.114	28.414
C A	-24.925	12.55346	2.80793	3.19E-01	0.05	0	-63.689	13.839
C B	-14.575	12.55346	1.64195	7.72E-01	0.05	0	-53.339	24.189
D A	-59.35	12.55346	6.68609	2.14E-03	0.05	1	-98.114	-20.586
D B	-49	12.55346	5.52011	1.05E-02	0.05	1	-87.764	-10.236
D C	-34.425	12.55346	3.87816	0.09386	0.05	0	-73.189	4.339
E A	-75.55	12.55346	8.51111	1.97E-04	0.05	1	-114.314	-36.786
E B	-65.2	12.55346	7.34513	0.0008843	0.05	1	-103.964	-26.436
E C	-50.625	12.55346	5.70318	0.00817	0.05	1	-89.389	-11.861
E D	-16.2	12.55346	1.82502	0.70071	0.05	0	-54.964	22.564

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que apenas os pares de tratamentos DA, DB, EA, EB e EC apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 47, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

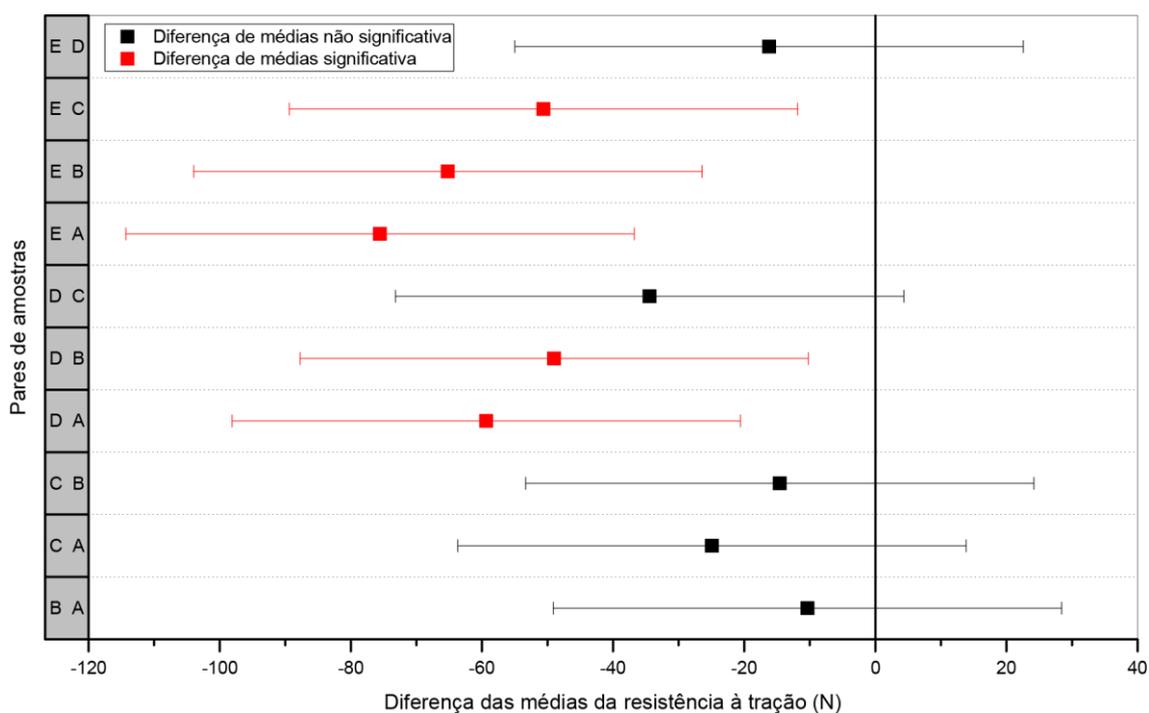


Figura 47: Diferença das médias da resistência à tração no sentido da teia

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a E, bem como as condições dos respectivos acabamentos realizados, encontram-se representados na tabela 21, juntamente com os respectivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 48 encontra-se graficamente representado o valor médio da resistência à tração no sentido da trama.

Tabela 21: Valor médio da resistência à tração no sentido da trama

Tratamentos realizados						
NaOH 3M		x	x	x	x	
Resina	60 g/L		x		x	
	120 g/L			x	x	
PEG	1000		x	x		
	2000				x	
Ensaio		Amostra				
		A	B	C	D	E
Resistência à tração (N)	1	432.0	347.6	375.6	378.0	418
	2	420.0	347.2	371.2	390.8	380.4
	3	465.0	374.0		361.6	388.8
	4	390.4	401.5			
Média		426.9	367.6	373.4	376.8	395.7
Desvio padrão		30.9	25.9	3.1	14.6	19.7
Erro padrão da média		15.4	12.9	2.2	8.5	11.4

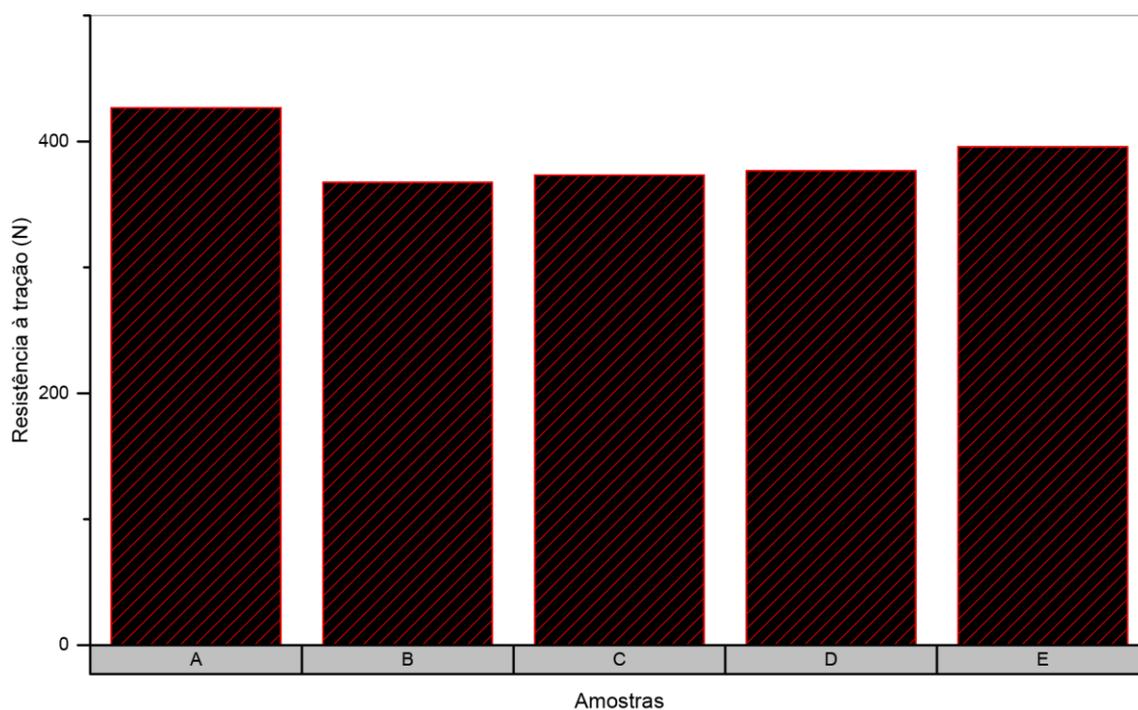


Figura 48: Valor médio da resistência à tração no sentido da trama

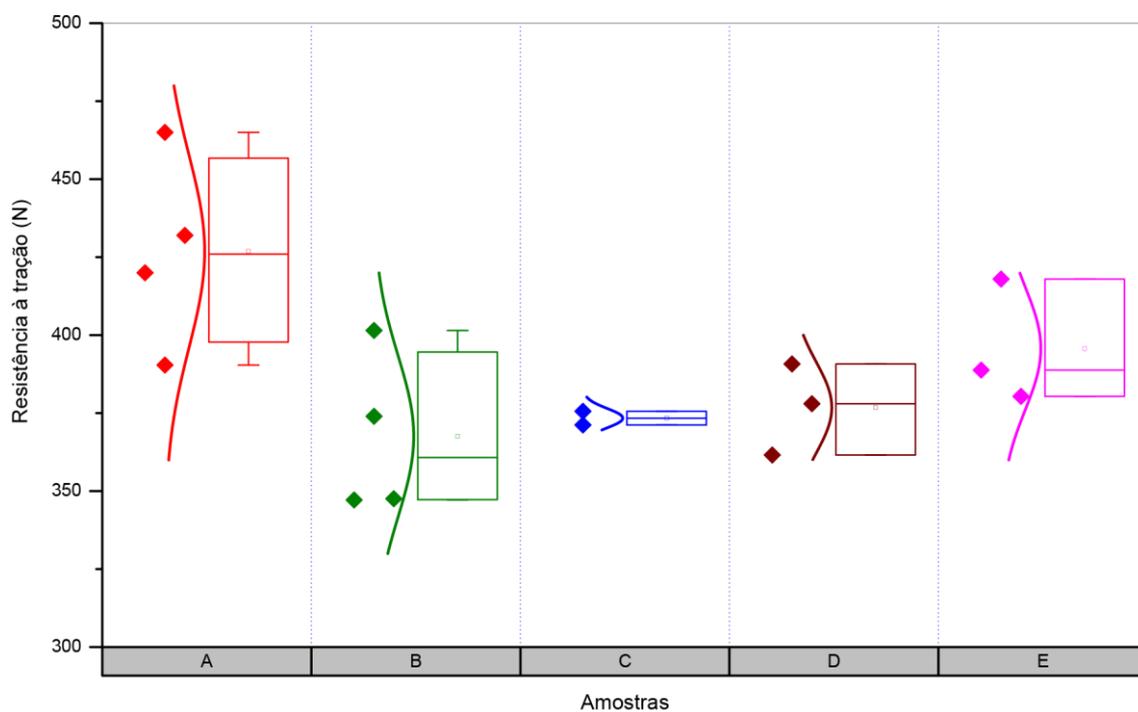


Figura 49: *Boxplot* da resistência à tração no sentido da trama

Tabela 22: ANOVA da resistência à tração no sentido da trama

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	4	8615.39021	2153.84755	3.89616	3.30E-02
Erros	11	6080.94417	552.81311		
Total	15	14696.33438			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 22, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 23.

Tabela 23: Teste de Tukey para a resistência à tração no sentido da trama

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-59.275	16.62548	5.04211	2.91E-02	0.05	1	-113.04213	-5.50787
C A	-53.45	20.36197	3.7123	1.32E-01	0.05	0	-119.30101	12.40101
C B	5.825	20.36197	0.40457	9.98E-01	0.05	0	-60.02601	71.67601
D A	-50.05	17.95757	3.94159	1.03E-01	0.05	0	-108.12514	8.02514
D B	9.225	17.95757	0.7265	9.84E-01	0.05	0	-48.85014	67.30014
D C	3.4	21.4634	0.22402	0.99983	0.05	0	-66.01306	72.81306
E A	-31.11667	17.95757	2.45053	4.54E-01	0.05	0	-89.1918	26.95847
E B	28.15833	17.95757	2.21755	0.54423	0.05	0	-29.9168	86.23347
E C	22.33333	21.4634	1.47153	0.83173	0.05	0	-47.07973	91.7464
E D	18.93333	19.19745	1.39476	0.85609	0.05	0	-43.1516	81.01826

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que apenas o par BA apresenta resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O

mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise do gráfico, figura 50, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

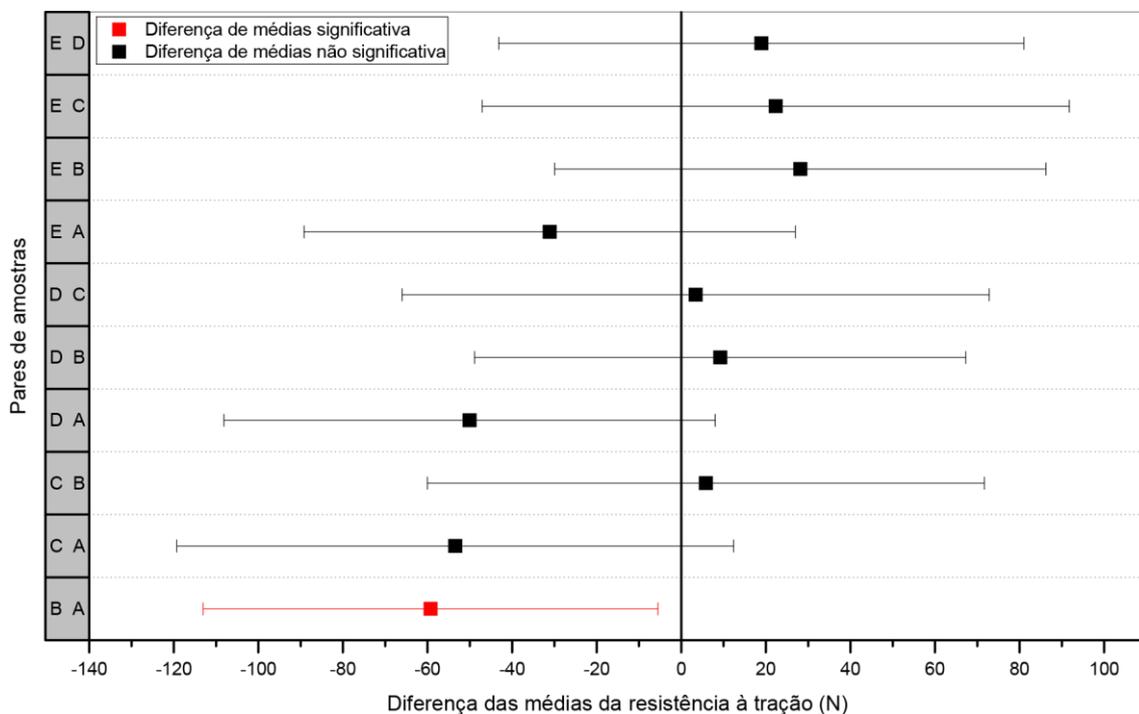


Figura 50: Diferença das médias da resistência à tração

Da análise dos resultados obtidos, pode concluir-se que o tratamento com PEG 1000 não produz alterações significativas na resistência à tração no sentido da teia, independentemente da concentração de resina utilizada. Pelo contrário a utilização de PEG 2000 induz uma perda significativa na resistência à tração independentemente da concentração da resina quando comparada com a amostra saponificada.

A resistência à tração no sentido da trama, apresenta variações estatisticamente significativas apenas no caso da amostra tratada com 60 g/l de resina e PEG 1000. No entanto essa situação pode dever-se ao reduzido número de testes realizados o que implica a necessidade de estudos anteriores para validar estas conclusões.

4.2.3. Avaliação do ângulo de contacto das amostras de poliéster tratadas com o processo “pad-dry-cure” com resina e PEG

O comportamento dinâmico do ângulo de contacto de uma gota de água destilada sobre a superfície das amostras de poliéster impregnadas é evidenciado nas figuras abaixo representadas.

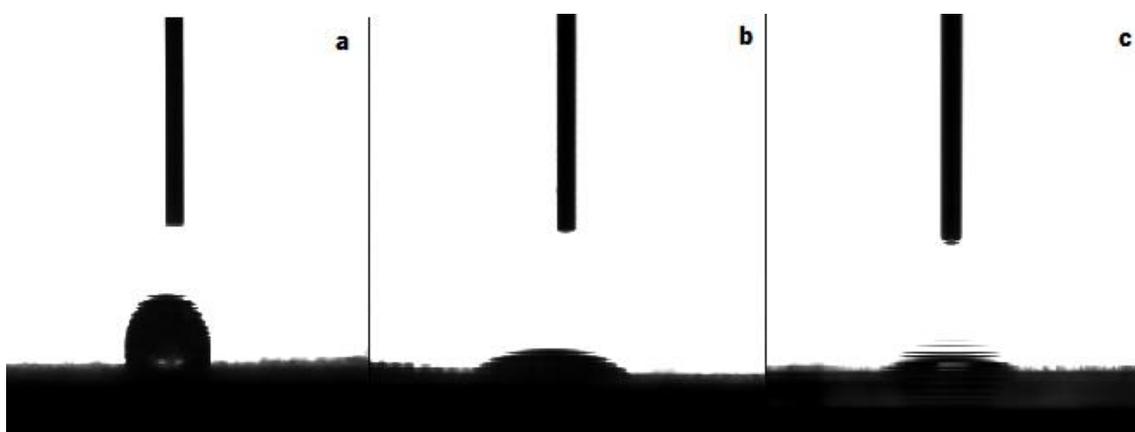


Figura 51: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratado com PEG (massa molecular média, 1000) e resina Adipret P-LF (60 g/L) c) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 1000) e resina Adipret P-LF (120 g/L).



Figura 52: Ângulos de contacto (θ) de uma gota de água sobre a superfície de a) poliéster não tratado b) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 2000) e resina Adipret P-LF (60 g/L) c) amostra de poliéster tratada com PEG (massa molecular média, 2000) e resina Adipret P-LF (120 g/L).

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a G, bem como as condições dos respetivos acabamentos realizados, encontram-se representados na tabela 24, juntamente com os respetivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 53 encontra-se graficamente representado o valor médio do ângulo de contacto registado para cada um dos tratamentos.

Tabela 24: Valor médio do ângulo de contacto das amostras tratadas

		Tratamentos realizados						
Saponificação NaOH 3M		x	x	x	x	x	x	x
Resina	60 g/L				x	x	x	
	120 g/L	x		x				x
PEG 1000				x	x			
PEG 2000							x	x
Ensaio		Amostra						
		A	B	C	D	E	F	G
Ângulo de contacto (°)	1	34.1	26.0	25.5	24.1	18.4	0.5	0.0
	2	39.0	25.2	25.2	21.3	18.7	0.0	0.0
	3	52.7	20.6	24.5	20.5	18.4	2.3	0.0
	4	44.8	20.9	20.5	24.8	15.7	0.1	1.1
	5	59.8	24.4	19.3	20.0	22.6	0.1	0.0
	6	35.5	25.4	-	-	20.0	1.4	0.0
Média		44.3	23.8	23.0	22.1	19.0	0.7	0.2
Desvio padrão		10.2	2.4	2.9	2.2	2.3	0.9	0.4
Erro padrão		4.2	1.0	1.3	1.0	0.9	0.4	0.2

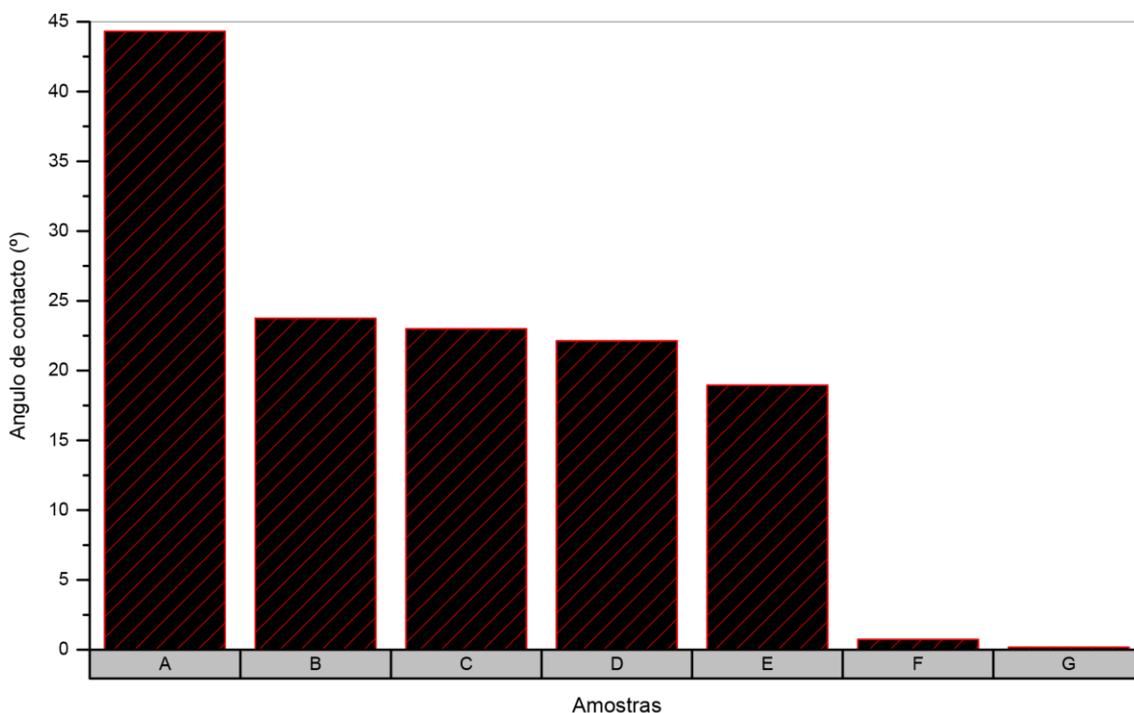


Figura 53: Valor médio do ângulo de contacto

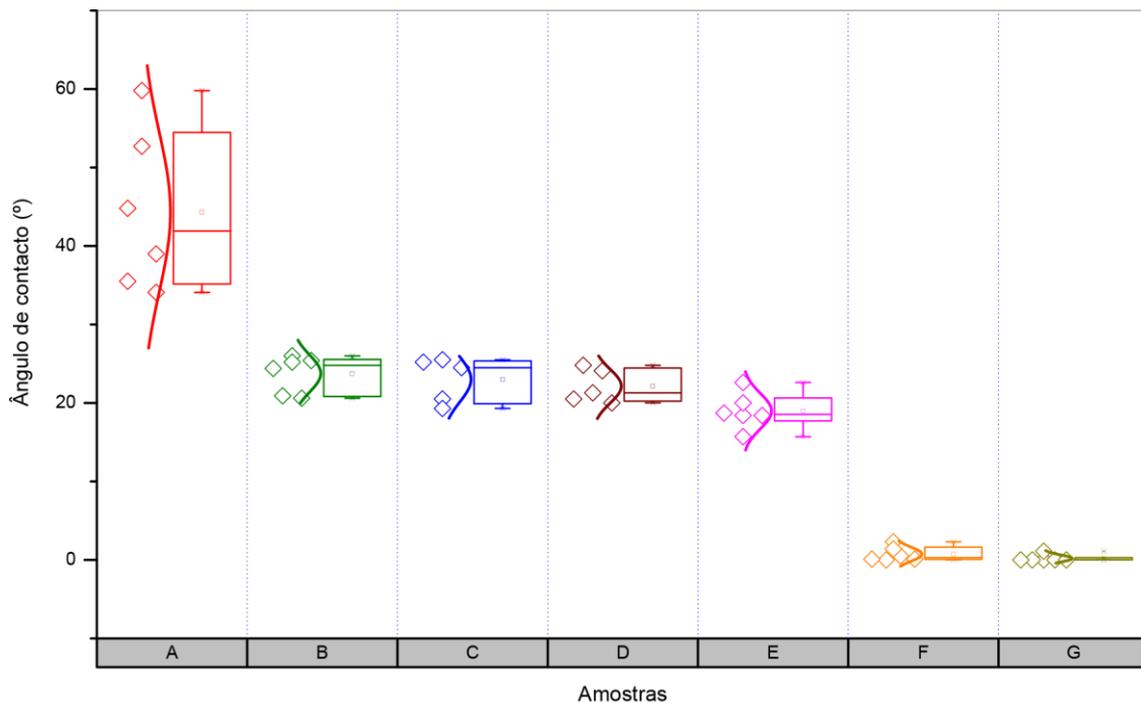


Figura 54: *Boxplot* para o ângulo de contacto

Tabela 25: ANOVA para o ângulo de contacto

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor-p
Tratamentos	6	8235.62067	1372.60344	71.65824	0
Erros	33	632.11033	19.15486		
Total	39	8867.731			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 25, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o

objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 26.

Tabela 26: Teste de Tukey do ângulo de contacto

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-20.56667	2.52685	11.51066	1.47E-07	0.05	1	-28.49356	-12.63977
C A	-21.31667	2.65018	11.3752	1.613E-07	0.05	1	-29.63047	-13.00287
C B	-0.75	2.65018	0.40022	1.00E+00	0.05	0	-9.0638	7.5638
D A	-22.17667	2.65018	11.83412	1.245E-07	0.05	1	-30.49047	-13.86287
D B	-1.61	2.65018	0.85914	0.99612	0.05	0	-9.9238	6.7038
D C	-0.86	2.76802	0.43938	1.00E+00	0.05	0	-9.54348	7.82348
E A	-25.35	2.52685	14.18777	6.609E-08	0.05	1	-33.2769	-17.4231
E B	-4.78333	2.52685	2.67711	0.49882	0.05	0	-12.71023	3.14356
E C	-4.03333	2.65018	2.15231	0.73005	0.05	0	-12.34713	4.28047
E D	-3.17333	2.65018	1.69338	8.90E-01	0.05	0	-11.48713	5.14047
F A	-43.58333	2.52685	24.39252	6.19E-08	0.05	1	-51.51023	-35.65644
F B	-23.01667	2.52685	12.88186	9.63E-08	0.05	1	-30.94356	-15.08977
F C	-22.26667	2.65018	11.88215	1.22E-07	0.05	1	-30.58047	-13.95287
F D	-21.40667	2.65018	11.42323	1.56E-07	0.05	1	-29.72047	-13.09287
F E	-18.23333	2.52685	10.20475	6.53E-07	0.05	1	-26.16023	-10.30644
G A	-44.13333	2.52685	24.70034	6.33E-08	0.05	1	-52.06023	-36.20644
G B	-23.56667	2.52685	13.18968	9.26E-08	0.05	1	-31.49356	-15.63977
G C	-22.81667	2.65018	12.17565	1.11E-07	0.05	1	-31.13047	-14.50287
G D	-21.95667	2.65018	11.71672	1.31E-07	0.05	1	-30.27047	-13.64287
G E	-18.78333	2.52685	10.51257	3.965E-07	0.05	1	-26.71023	-10.85644
G F	-0.55	2.52685	0.30782	0.99999	0.05	0	-8.4769	7.3769

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que apenas os pares de tratamentos BA, CA, DA, EA, FA, FB, FC, FD, FE, GA, GB, GC, GD e GE apresentam resultados médios significativamente diferentes entre si, com o valor-p a ser neste caso inferior a 0.05 (nível de significância especificado para o teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 55, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias

dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

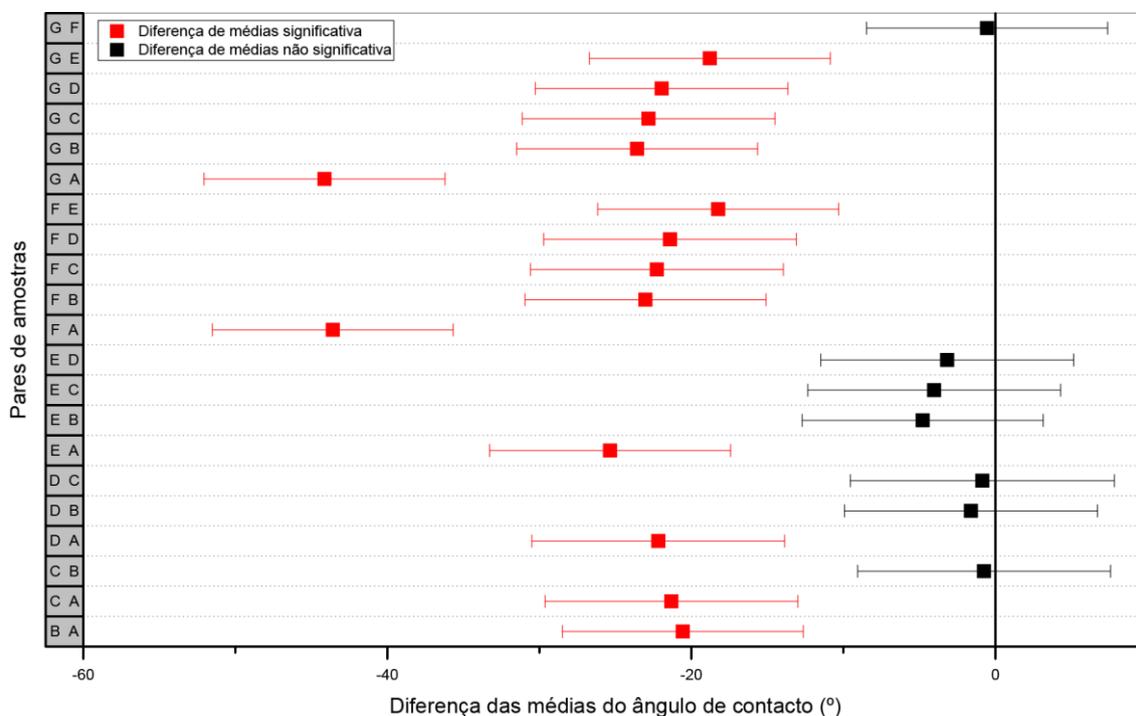


Figura 55: Diferença das médias do ângulo de contacto

Dos resultados obtidos é possível concluir que a aplicação isolada de 120 g/L de resina aumenta significativamente a hidrofobicidade do poliéster. Por outro lado a aplicação de PEG 1000 independentemente da concentração de resina utilizada não produz alterações estatisticamente significativas do ângulo de contacto do PES, o mesmo acontecendo no caso da aplicação isolada de 60 g/L de resina. É no entanto possível constatar que a aplicação de PEG 2000 reduz de modo significativo o ângulo de contacto do PES independentemente da concentração da resina utilizada.

Assim pode afirmar-se que de entre as diferentes condições utilizadas, os melhores resultados são obtidos pela aplicação de PEG 2000 na presença de 60 g/L de resina, uma vez que a variação registada em relação à utilização de PEG 2000 juntamente com 120g/L de resina não é estatisticamente significativa.

4.2.4. Avaliação da permeabilidade ao ar das amostras tratadas pelo processo “pad-dry-cure” com PEG e resina

Dadas as implicações que os tratamentos efetuados poderão ter na porosidade dos materiais e conseqüentemente na sua permeabilidade ao ar procedeu-se também à avaliação desta propriedade.

Os resultados obtidos para cada um dos tratamentos efetuados, identificados pelas letras A a E, bem como as condições dos respetivos acabamentos realizados, encontram-se representados na tabela 27, juntamente com os respetivos valores médios, desvio padrão e erro padrão da média. Na figura 56 encontra-se graficamente representado o valor médio da permeabilidade ao ar registada para cada um dos tratamentos.

Tabela 27: Valores médios da permeabilidade ao ar

Tratamentos realizados						
Sem tratamento		x				
NaOH 3M			x	x	x	
Resina	60 g/L		x		x	
	120 g/L			x	x	
PEG	1000		x			
	2000				x	
Ensaio	Amostra					
	A	B	C	D	E	
Permeabilidade ao ar (L/m ² /s)	1	92.3	97.5	91.3	67.5	60.5
	2	88.1	97.1	84.4	67.5	69.5
	3	93.0	95.6	83.3	66.8	67
	4	95.4	94.2	85.7	71.0	65.7
	5	92.8	97.6	83.7	66.4	64.8
	6	94.6	88.6	86.4	71.4	60.4
	7	95.7	86.2	79.4	74.6	60.6
	8	95.7	88.9	79.3	71.2	62
	9	99.1	98.7	84.0	76.6	63.3
	10	95.3	96.7	74.3	76.8	65
Média		94.2	94.1	83.2	71.0	63.9
Desvio padrão		2.9	4.5	4.6	4.0	3.1
Erro padrão da média		0.9	1.4	1.5	1.3	1.0

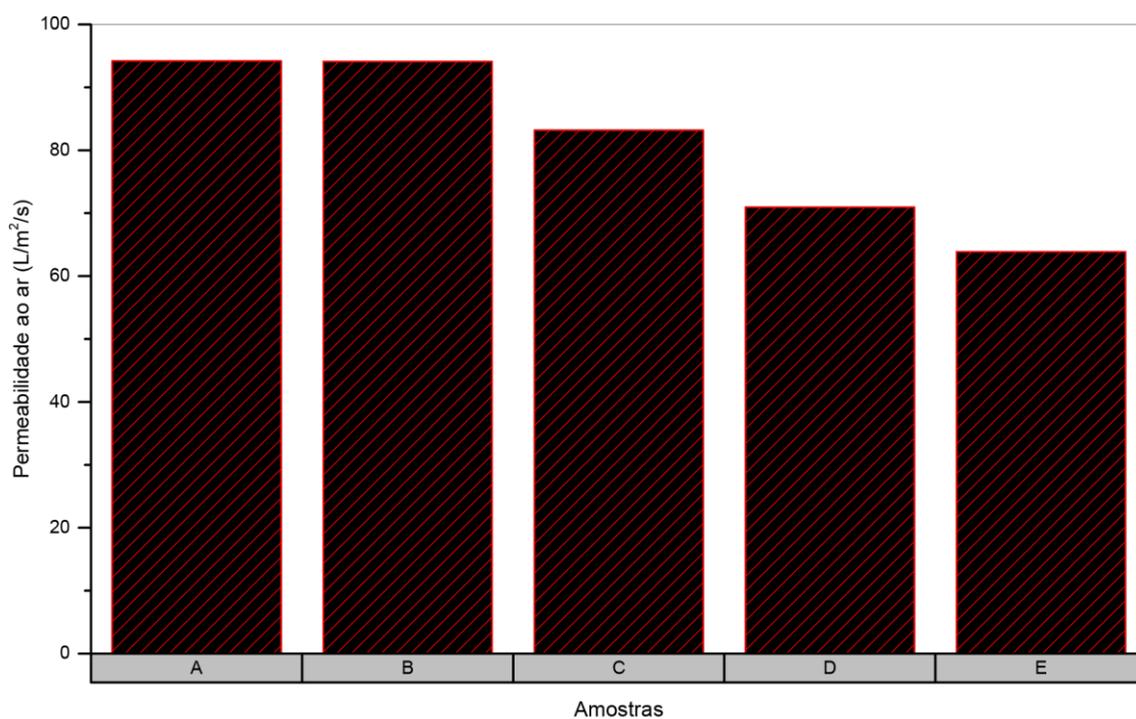


Figura 56: Valores médios da permeabilidade ao ar

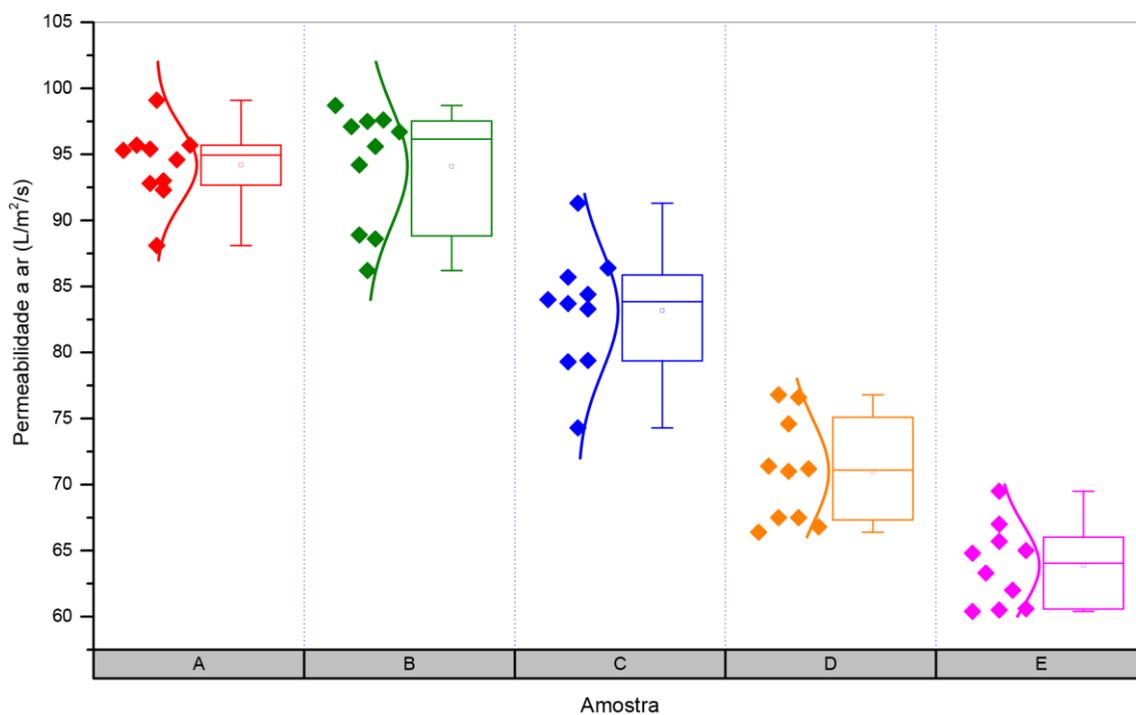


Figura 57: *Boxplot* da permeabilidade ao ar

Tabela 28. ANOVA da permeabilidade ao ar

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor p
Tratamentos	4	7439.948	1859.987	123.47286	0
Erros	45	677.877	15.06393		
Total	49	8117.825			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 28, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 29.

Tabela 29: Teste de Tukey para a permeabilidade ao ar

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	-0.09	1.73574	0.07333	1.00E+00	0.05	0	-5.02201	4.84201
C A	-11.02	1.73574	8.97868	9.2088E-07	0.05	1	-15.95201	-6.08799
C B	-10.93	1.73574	8.90535	1.10E-06	0.05	1	-15.86201	-5.99799
D A	-23.22	1.73574	18.91878	0	0.05	1	-28.15201	-18.28799
D B	-23.13	1.73574	18.84545	0	0.05	1	-28.06201	-18.19799
D C	-12.2	1.73574	9.9401	8.23E-08	0.05	1	-17.13201	-7.26799
E A	-30.32	1.73574	24.70359	6.5599E-07	0.05	1	-35.25201	-25.38799
E B	-30.23	1.73574	24.63026	6.5371E-07	0.05	1	-35.16201	-25.29799
E C	-19.3	1.73574	15.72491	0	0.05	1	-24.23201	-14.36799
E D	-7.1	1.73574	5.78481	1.58E-03	0.05	1	-12.03201	-2.16799

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que apenas o par de tratamentos BA apresenta resultados médios significativamente iguais entre si, com o valor-p a ser neste caso superior a 0.05 (nível de significância especificado para o

teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 58, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

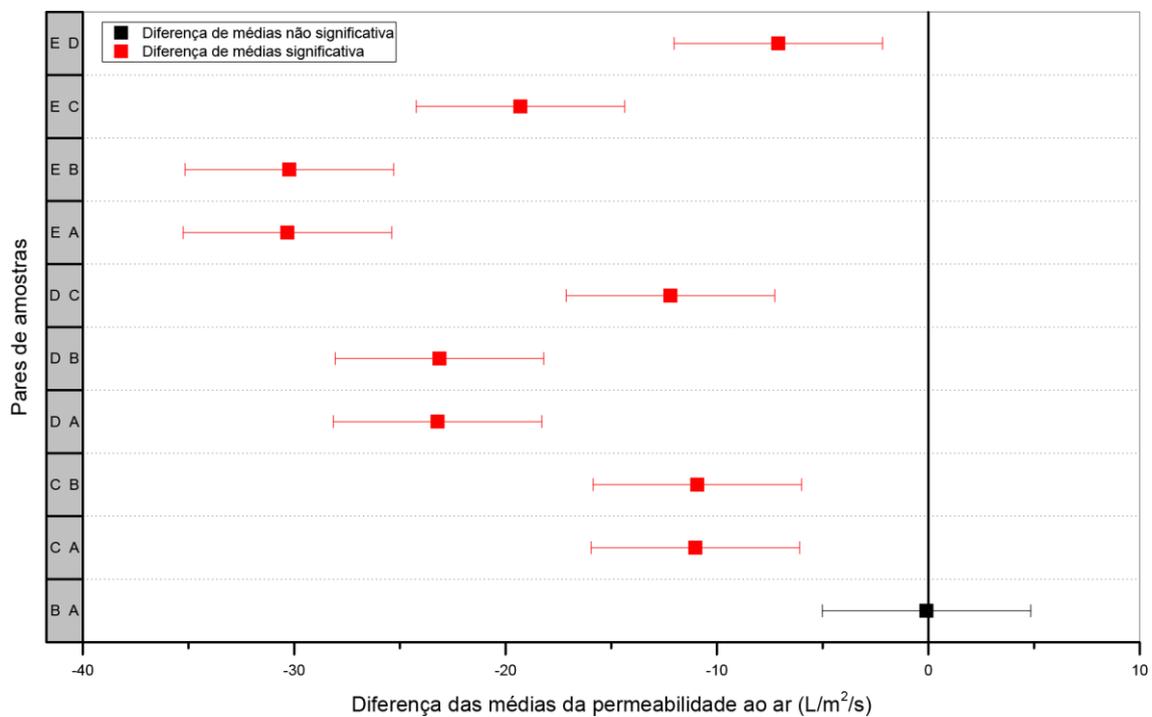


Figura 58: Diferença das médias da permeabilidade ao ar

Da análise dos resultados anteriormente apresentados, é possível concluir que apenas a aplicação de PEG 1000, na presença de 60 g/L de resina não produz alterações estatisticamente significativas no que se refere à permeabilidade ao ar dos materiais tratados.

Pelo contrário, todas as restantes condições utilizadas originam uma redução estatisticamente significativas da permeabilidade ao ar. Verifica-se de igual forma que a permeabilidade ao ar tende a diminuir com o aumento da concentração de resina para o mesmo

tipo de PEG utilizado. A mesma tendência se verifica com o aumento da massa molecular média do PEG usado para uma mesma concentração de resina aplicada.

Esta diferença de valores, poderá estar relacionada com uma diminuição da porosidade do material após o tratamento o que resulta numa maior dificuldade de passagem do ar através dos interstícios das fibras.

4.2.5. Avaliação do índice de permeabilidade ao vapor de água

As modificações químicas produzidas no poliéster na sequência dos tratamentos realizados e as implicações que as mesmas produzem ao nível da hidrofiliabilidade dos materiais são suscetíveis de alterar a sua permeabilidade ao vapor de água, com possíveis implicações ao nível da respetiva respirabilidade. Assim procedeu-se à avaliação do índice de permeabilidade ao vapor de água dos materiais tratados nas condições descritas na tabela 30. Na figura 59 encontra-se graficamente representado o valor médio da permeabilidade ao vapor de água registada para cada um dos tratamentos.

Tabela 30: Valores médios do índice de permeabilidade ao vapor de água

Tratamentos realizados						
Sem tratamento		x				
NaOH 3M			x	x	x	x
Resina	60 g/L		x		x	
	120 g/L			x		x
PEG	1000		x	x		
	2000				x	x
Ensaio		Amostra				
		A	B	C	D	E
Índice de permeabilidade ao vapor de água	1	96.8	98.1	99.1	98.6	98.5
	2	96.2	98.7	98.5	98.1	97.0
Média		96.5028	98.3578	98.822	98.3306	97.7568
Desvio padrão		0.43442	0.41771	0.45467	0.33252	1.05744
Erro padrão da média		0.30718	0.29537	0.3215	0.23513	0.74772

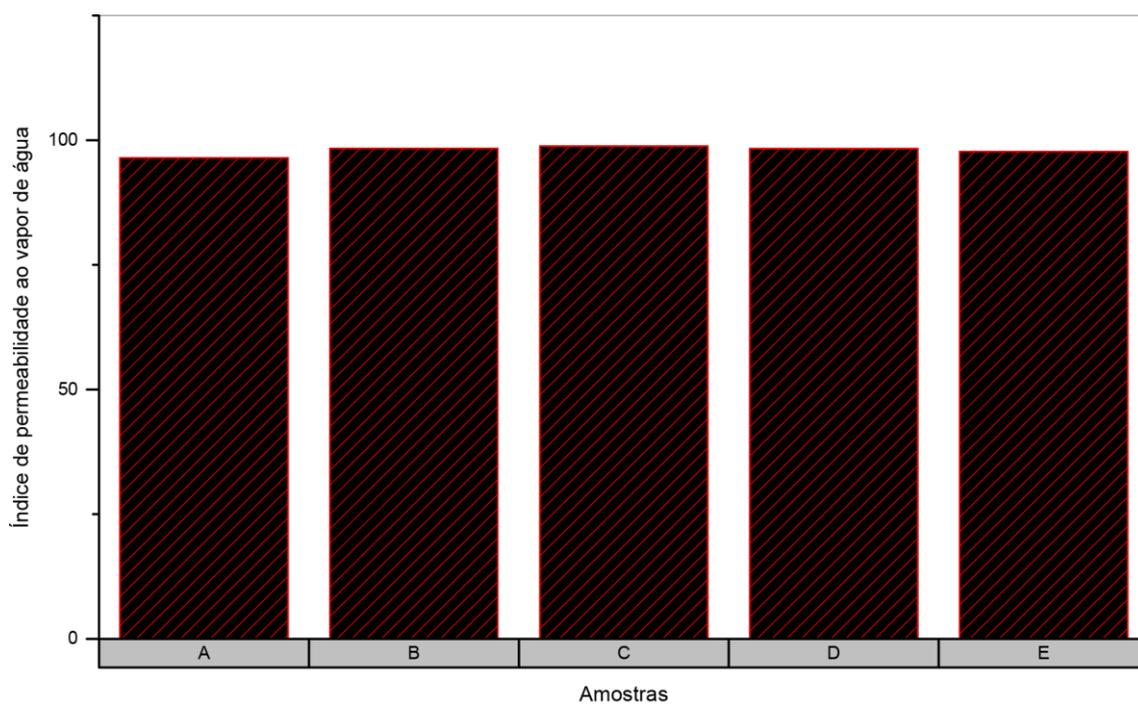


Figura 59: Valores médios do índice de permeabilidade ao vapor de água

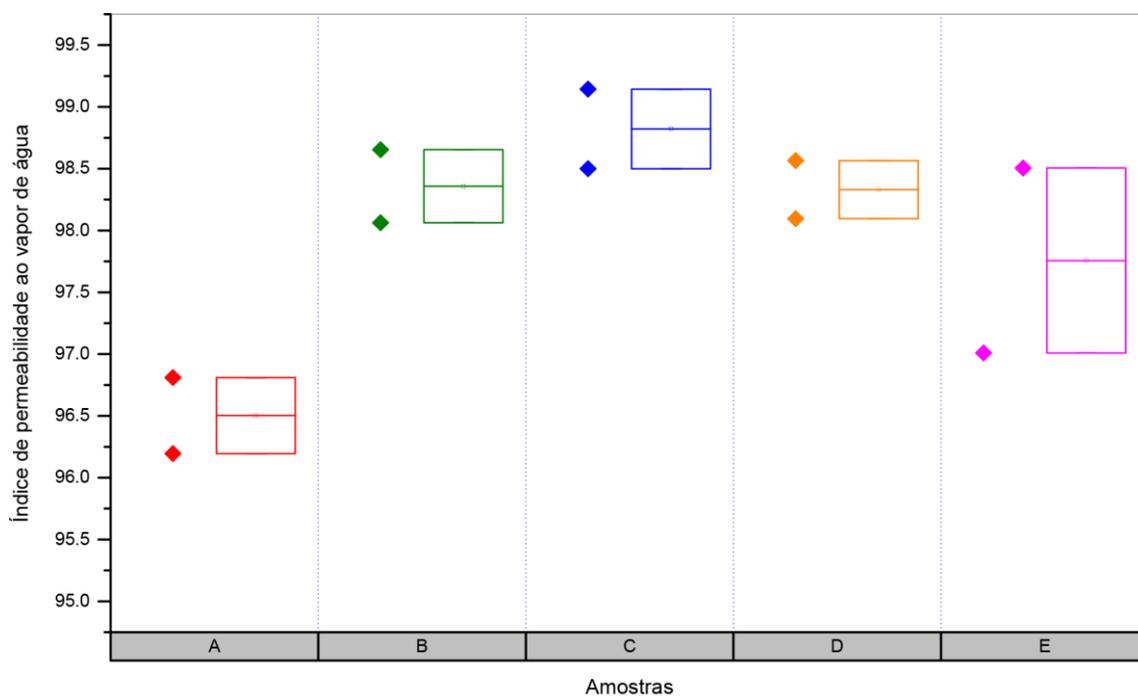


Figura 60: Boxplot do índice de permeabilidade ao vapor de água

Tabela 31: ANOVA para o índice de permeabilidade ao vapor de água

Fonte	GL	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	Valor F	Valor p
Tratamentos	4	6.40614	1.60154	4.45197	0.06642
Erros	5	1.79868	0.35974		
Total	9	8.20483			

GL - Graus de liberdade

H_0 : As médias dos vários tratamentos são iguais

H_1 : As médias de um ou mais tratamentos são diferentes

Nível de significância $\alpha=0.05$

Analisando os resultados da tabela ANOVA, tabela 31, vemos que o valor F calculado é superior ao valor-p, logo, para o nível de significância especificado ($\alpha=0.05$), rejeita-se a hipótese nula. Pode assim concluir-se a existência de diferenças significativas entre as médias da variação de peso associada aos vários tratamentos realizados.

Tendo-se concluído pela existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos para os vários tratamentos, realizou-se de seguida um teste de Tukey com o objetivo de identificar as médias que, tomadas duas a duas, diferem significativamente entre si, encontrando-se os resultados obtidos representados na tabela 32.

Tabela 32: Teste de Tukey para o índice de permeabilidade ao vapor de água

Par de amostras	$\Delta\mu$	SEM	Valor q	Valor-p	α	Sig	Intervalo de confiança	
							LI	LS
B A	1.85491	0.59978	4.37368	1.23E-01	0.05	0	-0.55111	4.26094
C A	2.3192	0.59978	5.4684	0.0573	0.05	0	-0.08683	4.72522
C B	0.46428	0.59978	1.09473	9.28E-01	0.05	0	-1.94174	2.87031
D A	1.82775	0.59978	4.30964	0.129	0.05	0	-0.57827	4.23378
D B	-0.02716	0.59978	0.06404	1	0.05	0	-2.43318	2.37886
D C	-0.49144	0.59978	1.15877	9.14E-01	0.05	0	-2.89747	1.91458
E A	1.25399	0.59978	2.95677	0.34702	0.05	0	-1.15203	3.66001
E B	-0.60092	0.59978	1.41691	0.84497	0.05	0	-3.00695	1.8051
E C	-1.06521	0.59978	2.51163	0.47186	0.05	0	-3.47123	1.34082
E D	-0.57376	0.59978	1.35287	8.64E-01	0.05	0	-2.97979	1.83226

$\Delta\mu$ - Diferença das médias; SEM - Erro padrão; α - Nível de significância

Sig - Diferença significativa das médias/diferença não significativa das médias (1/0)

LI - Limite inferior do intervalo de confiança; LS - Limite superior do intervalo de confiança

Pela análise dos resultados obtidos pela realização do teste de Tukey, pode concluir-se que todos os pares de tratamentos apresentam resultados médios significativamente iguais entre si, com o valor-p a ser neste caso superior a 0.05 (nível de significância especificado para o

teste). O mesmo se pode concluir pela análise da coluna *Sig* que fornece o valor 0 para pares de amostras com diferenças de médias não significativas e o valor 1 para pares de amostras com diferenças de médias significativas.

As mesmas conclusões podem também ser retiradas através da análise da figura 61, no qual se encontram graficamente representadas as diferenças entre as médias obtidas pela realização dos vários tratamentos, juntamente com os respetivos intervalos de confiança, para o nível de significância definido ($\alpha=0.05$). Assim, podemos verificar que as diferenças de médias dos pares de tratamentos cujo intervalo de confiança inclui o valor 0 são consideradas não significativas.

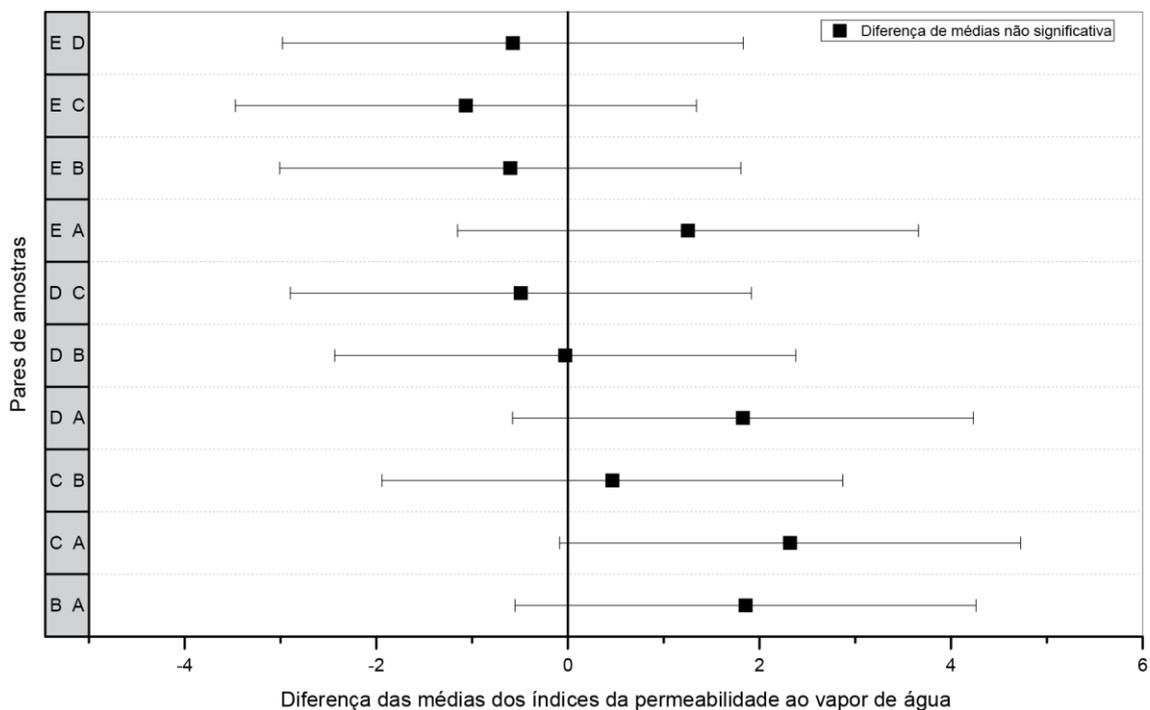


Figura 61: Diferença das médias do índice de permeabilidade ao vapor de água

Os resultados obtidos não apresentam variações estatisticamente significativas entre si, daí se concluindo que os tratamentos realizados não produzem alterações significativas desta propriedade.

4.3. Avaliação do efeito “soil-release”

Concluída a avaliação das propriedades testadas e anteriormente descritas procedeu-se a avaliação do desempenho dos materiais modificados no que concerne à sua capacidade para permitir a libertação de sujidades oleosas no decurso das lavagens domésticas a que os materiais são usualmente submetidos.

Neste contexto, avaliou-se as propriedades "soil-release" de acordo com os procedimentos descritos na norma AATCC Test Method 130-2000 tendo-se obtido os resultados a seguir descritos na tabela 33. Na figura 62 é possível observar as amostras que estiveram na origem dos resultados apresentados no ensaio anterior.

Tabela 33: Avaliação do grau de "soil-release"

Tratamentos realizados						
Sem tratamento		x				
NaOH 3M			x	x	x	x
Resina	60 g/L		x		x	
	120 g/L			x		x
PEG	1000		x	x		
	2000				x	x
		Amostra				
		A	B	C	D	E
Grau "Soil-Release"		3-4	4	4	5	5

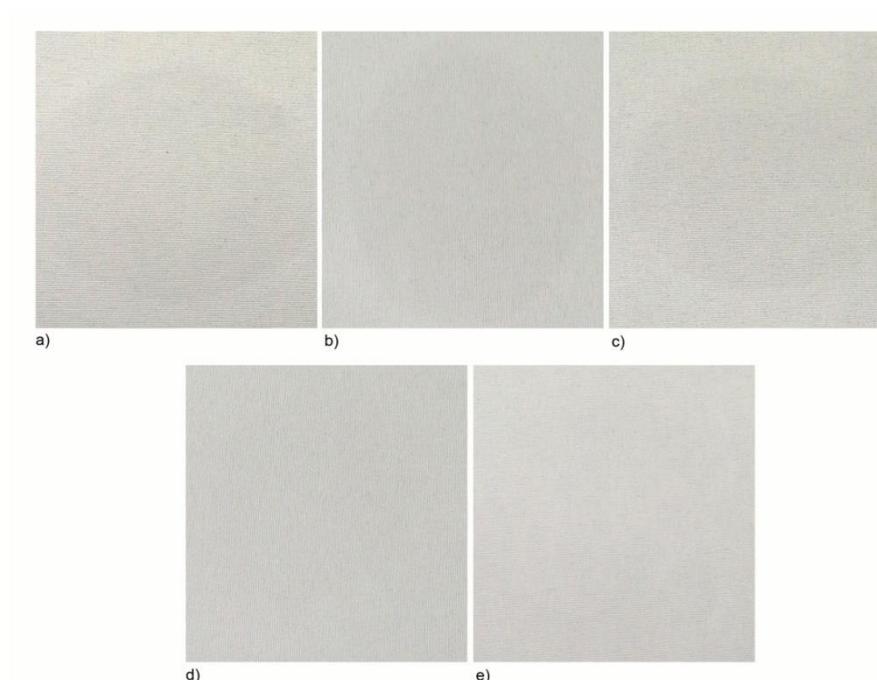


Figura 62: Provete utilizados na avaliação das propriedades soil-release

Da análise tabela 33, é possível concluir que as amostras de poliéster tratadas com PEG de massa molecular média 2000 apresentam os melhores resultados independentemente da concentração de resina aplicada. A utilização de PEG 1000, melhora ligeiramente as propriedades “soil-release”, passando do grau 3-4 obtido no poliéster não tratado para o grau 4 independentemente da concentração de resina utilizada. A figura 63 ilustra o quadro resumo do PES tratado com PEG e resina nas várias condições testadas.

Tratamento com PEG e resina	
Variação de peso	<p>Maior → Menor</p> <p>Melhor → Pior</p> <p>120 g/L de resina + PEG 2000 → Restantes amostras</p>
Ângulo de contacto	<p>Menor → Maior</p> <p>Melhor → Pior</p> <p>60 g/L de resina + PEG 2000 120 g/L de resina + PEG 2000 → 60 g/L de resina + PEG 1000 120 g/L de resina + PEG 1000</p>
Resistência à tração (Teia)	<p>Maior → Menor</p> <p>Melhor → Pior</p> <p>60 g/L de resina + PEG 1000 120 g/L de resina + PEG 1000 → 60 g/L de resina + PEG 2000 → 120 g/L de resina + PEG 2000</p>
Resistência à tração (Trama)	<p>→ Não se registam diferenças estatisticamente significativas na resistência à tração</p>
Permeabilidade ao ar	<p>Maior → Menor</p> <p>Melhor → Pior</p> <p>60 g/L de resina + PEG 1000 → 120 g/L de resina + PEG 1000 → 60 g/L de resina + PEG 2000 → 120 g/L de resina + PEG 2000</p>
Permeabilidade ao vapor de água	<p>→ Não se registam diferenças estatisticamente significativas na resistência à tração</p>

Figura 63: Quadro resumo do tratamento do poliéster com PEG na presença de uma resina com diferentes concentrações.

Da análise do quadro resumo da figura 64, pode constatar-se que são estas condições que melhor permitem otimizar o ângulo de contacto, sendo esta a propriedades mais diretamente

relacionada com a obtenção dos objetivos pretendidos. É também possível verificar que a utilização de 120 g/L de resina e PEG 2000 proporciona resultados semelhantes aos obtidos nas condições selecionadas. Contudo, verifica-se que neste caso a resistência à tração e a permeabilidade ao ar são mais degradadas do que no caso anterior, razão pela qual foram essas consideradas as melhores condições para a realização do tratamento.

5. Conclusões finais e perspectivas futuras

Globalmente pode considerar-se que foram atingidos os objetivos inicialmente propostos, que consistiam no desenvolvimento de processos de acabamento destinados a melhorar as propriedades “soil-release” dos tecidos de poliéster.

Assim foi concebido um novo processo de acabamento realizado em duas etapas. A primeira, destinada a aumentar a reatividade e hidrofiliidade dos substratos do poliéster (hidrólise alcalina ou saponificação) e a segunda destinada a melhorar as propriedades “soil-release” através da incorporação de um polímero hidrofílico (PEG) e de um agente reticulante responsável pela criação de pontes entre as fibras e o polietilenoglicol.

De uma maneira global pode concluir-se que as melhores condições para a realização da primeira etapa do tratamento, consistem na utilização de uma solução de NaOH 3M, à temperatura de 55°C durante 30 minutos.

Relativamente à segunda etapa, a utilização de uma solução de tratamento contendo 60 g/L de resina e PEG 2000, constituem as condições que melhor permitem atingir os objetivos propostos.

Os resultados obtidos nos ensaios “soil-release” permitem confirmar estes resultados uma vez que se verifica que os materiais tratados nas condições selecionadas são aqueles que melhor comportamento exibem no que refere à sua capacidade de libertar sujidades oleosas no decurso dos processos de lavagem doméstica.

Em trabalhos futuros, seria importante efetuar o estudo por FTIR-ATR, nos tecidos de poliéster hidrolisados nas melhores condições reportadas anteriormente e tratados com PEG na presença da resina.

Um aspeto muito importante a explorar, diz respeito à caracterização por DSC, do poliéster hidrolisado e modificado posteriormente com polietilenoglicol (com massas moleculares médias de 1000 e 2000) na presença da resina com diferentes concentrações.

Em estudos futuros, seria muito interessante avaliar a possibilidade de combinar os processos de tingimento com corantes dispersos e acabamento “soil-release” no poliéster numa só etapa. Deste modo seria possível diminuir o consumo de água, reagentes e eletricidade.

Bibliografia

- Alagirusamy, R., Deopura, B. L., Joshi, M. & Gupta, B., 2008. *Polyesters and*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Anderson, A. M. & Carrol, M. K., 2011. *Hydrophobic Silica Aerogels: Review of Synthesis, Properties and Applications*. New York: s.n.
- Anon., 2011. *Man-made filaments; Strip and the like of man-made textile materials*. [Online] Available at: <https://www.usitc.gov/publications/docs/tata/hts/bychapter/1101c54.pdf> [Acedido em 29 Outubro 2016].
- Anon., s.d. *Bieap*. [Online] Available at: <http://bieap.gov.in/Pdf/CGTPaperII.pdf> [Acedido em 28 Outubro 2016].
- Anon., s.d. *Calltech Education*. [Online] Available at: <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf> [Acedido em 18 Outubro 2016].
- Bellini, P. et al., Novembro. *Finishing-Reference Books of Textile Technologies*. 2001: s.n.
- Bhushan, B., 2012. *Biomimetics Bioinspired Hierarchical-Structured Surfaces for Green Science and Technology*. Berlin: s.n.
- Bieap, s.d. *Bieap*. [Online] Available at: <http://bieap.gov.in/Pdf/CGTPaperII.pdf> [Acedido em 28 Outubro 2016].
- Butola, B. S., 2008. *Polyesters and polyamides*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.
- Carneiro, A. F. G. D. C., 2003. *Repositorium*. [Online] Available at: <http://hdl.handle.net/1822/357> [Acedido em 24 Setembro 2016].
- Coulson, S., 2007. *Plasma treatment of textiles for water and oil repellency*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.

Elnagar, K., Elmaaty, T. & Raouf, S., 2014. Dyeing of Polyester and Polyamide Synthetic Fabrics with Natural Dyes Using Ecofriendly Technique. *Journal of Textiles*.

Fan, Q., 2005. *Chemical Texting of Textiles*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited .

Glastrup, J., 1995. Degradation of polyethylene glycol. A study of the reaction mechanism in a model molecule: Tetraethylene glycol. *Polymer Degradation and Stability*.

Goff, A. L., Pereira, A., Soares, G. & Miranda, T., 2010. Studies On Cotton Modification With DodecenyL Succinic. 3 Outubro.

Gua, X. et al., 2001. Characterization of polyester degradation using tapping mode atomic force microscopy: exposure to alkaline solution at room temperature. *Polymer Degradation and Stability*.

Haghighatkish & Yousfi, 1992 .

Haojie, G. & Xiao, M. G., 2003. Studies on Thermal Activities of Fabrics Treated by Polyethylene Glycol. *Journal of Applied Polymer Science*.

Jocic, D., s.d. *Funtional Finishing of Textiles with Responsive Polymeric Systems*. Enschede: s.n.

Kumar, M., s.d. *Textilelearner*. [Online]

Available at: <http://textilelearner.blogspot.pt/2013/03/soil-release-finish-mechanism-of-soil.html>

[Acedido em 24 Setembro 2015].

Martins, J., 2001. Nota interna do Departamento de Engenharia de Polímeros.

Muscato, C., 2003. *Study.com*. [Online]

Available at: <http://study.com/academy/lesson/textile-fibers-definition-properties-types.html>

[Acedido em 28 Outubro 2016].

Needles, H. L., 1986. *Textile Fibers, Dyes, Finishes, and Processes*. New Jersey: Noyes Publications.

Pailthorpe , M. & David, S. K., s.d. *Antistatic and soil-release finishes*. s.l.:s.n.

Pailthorpe, M. & David, S. K., s.d. *Antistatic and Soil-release finishes*. s.l.:s.n.

Pavlidou, S. & Paul, R., 2015. *Functional Finishes of Textiles*. s.l.:Elsevier Ltd.

Schindler, W. D. & Hauser, P. J., 2004. *Chemical Finishing of Textiles*. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd.

Silva, C. M. P., 2002. Tratamento alcalino e enzimático de fibras sintéticas,.

Sousa, R. G. A., 2010. [Online]

Available at: <http://hdl.handle.net/10198/6491>

[Acedido em 8 Outubro 2016].

Takke, V., Behary, N., Perwuelz, A. & Campagne, C., 2011. Surface and Adhesion Properties of Poly(ethylene glycol) on Polyester(polyethylene terephthalate) Fabric Surface: Effect of Air - Atmospheric Plasma Treatment. *Journal of Applied Polymer Science*.

Troficolor, s.d. [Online]

Available at: www.troficolor.pt/pt/download/troficolor-textile-processes-finishing.pdf

[Acedido em 8 Outubro 2016].

Vasconcelos, A. J. D. C., 2005. *Repositorium*. [Online]

Available at: <http://hdl.handle.net/1822/3255>

[Acedido em 24 Setembro 2016].

Vigo, T. L. & Bruno, J. S., 1986. Textile Research Institute. *Temperature - Adaptable Textiles Containing Durably Bound Polyethylene Glycols*.

Vilas Boas, F. P. F., 2012. [Online]

Available at: <http://hdl.handle.net/10400.26/5830>

[Acedido em 8 Outubro 2016].

Wang, J. & Zhejiang, L. J., 2009. *Surface modification of textiles*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.

Wei, Q., 2009. *Surface modification of textiles*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.

Anexo I – Ficha técnica da resina Adipret P-LF

Literatura Técnica **ADIPRET® P-LF**

Página 1/3

Resina para acabamento "easy-care" com catalisador incorporado e baixo teor de formaldeído

Propriedades e campos de aplicação

- Adequado para o acabamento "easy-care" de fibras celulósicas e suas misturas com fibras sintéticas
- Toque muito macio
- Com baixo teor de formaldeído e catalisador incorporado
- Resistente à hidrólise
- Proporciona um efeito "easy-care" sólido à lavagem à fervura e à limpeza a sêco
- Adequado para tecidos brancos e tingidos
- Compatível com os produtos habitualmente utilizados nos acabamentos com resinas, como por exemplo, produtos oleo e hidrofobantes das marcas BAYGARD e EDOLAN

Propriedades

Base Química	DMDHEU modificada, com catalisador incorporado
Aspecto	Líquido transparente, ligeiramente amarelado
pH (20°C)	2,5 - 3,5
Densidade	(20°C) 1,24 g/cm ³
Solubilidade em água	Solúvel em água fria em qualquer proporção
Estabilidade do produto	Deve ser armazenado em embalagens fechadas a temperaturas entre 5 e 30°C. Após aberta, a embalagem deve ser utilizada o mais rapidamente possível. É compatível com os produtos normalmente utilizados nos acabamentos com resinas, mas testes de compatibilidade devem ser levados a cabo nas condições de produção.

Técnica de aplicação

Geral

O ADIPRET® P-LF foi desenvolvido para o acabamento "easy-care" de malhas e tecidos compostos por fibras celulósicas e suas misturas com fibras sintéticas.

Os níveis de estabilidade obtidos são óptimos e com boa permanência à lavagem à fervura e à lavagem a seco.

Os artigos acabados apresentam teores de formaldeído muito baixos.

Não necessita da adição de catalisador pois já o incorpora na sua formulação.

A sua elevada taxa de reticulação traduz-se em quantidades de reduzidas de aplicação.

Quantidades de aplicação

Foulard - reticulação a seco:

100% CO:

30 - 100 g/l ADIPRET P-LF

10 - 20 g/l ADISOFT PEN Conc.

5 - 15 g/l PERSOFTAL PLUS Conc.

100% CV:

60 - 130 g/l ADIPRET P-LF

10 - 20 g/l ADISOFT PEN Conc.

5 - 15 g/l PERSOFTAL PLUS Conc.

PES/CO:

30 - 80 g/l ADIPRET P-LF

10 - 20 g/l ADISOFT PEN Conc.

5 - 15 g/l PERSOFTAL PLUS Conc.

PES/CV:

40 - 110 g/l ADIPRET P-LF

10 - 20 g/l ADISOFT PEN Conc.

5 - 15 g/l PERSOFTAL PLUS Conc.

Taxa de expressão: 60 - 90%

A temperatura e tempo de secagem e reticulação devem ser ajustados à maquinaria disponível e artigo a acabar.

Como orientação podemos indicar como condições de reticulação 30 - 40 seg a 170 - 180°C sobre o material previamente seco.

Estabilidade de Armazenamento

6 meses, em embalagens seladas, após a entrega. Manter as embalagens bem fechadas e em local com boa ventilação. As embalagens devem ser sempre fechadas após cada utilização para prevenir contaminações. Evitar exposição a temperaturas extremas, temperaturas entre 5 e 30°C são ideais. As indicações de manuseamento apresentadas nas embalagens originais devem ser cuidadosamente respeitadas.

Notas de Segurança

Informações sobre o manuseamento e o comportamento ecológico e toxicológico do produto podem ser encontradas na folha de dados de segurança do ADIPRET® P-LF.

Cláusula de desresponsabilização para Produtos Comerciais

Esta informação e o nosso aconselhamento técnico - verbal, por escrito ou através de ensaios - são dados de boa fé mas sem garantias, isto também se aplica sempre que estejam envolvidos interesses de terceiros. O nosso aconselhamento não retira a obrigação do cliente verificar a validade das informações e testar a adequabilidade dos produtos para as aplicações e processos pretendidos. A aplicação, utilização e processamento dos nossos produtos com base no nosso aconselhamento técnico está fora do nosso controlo e é, portanto, inteiramente da responsabilidade do nosso cliente.

Cláusula de desresponsabilização para Aconselhamento Técnico

Esta informação técnica é, apenas, um auxiliar para os nossos parceiros de negócio e outros interessados nos nossos produtos. Como as condições de utilização e aplicação das formulações sugeridas estão fora do nosso controlo, é imperativo que sejam testadas para determinar, de acordo com as vossas necessidades, a sua adequabilidade para as utilizações e aplicações pretendidas. Esta avaliação deve incluir, no mínimo, testes para determinar, dos pontos de vista técnico, de saúde, segurança e ambiental a adequação do produto. Todas as informações aqui prestadas são dadas sem garantias e é expressamente compreendido e acordado que o utilizador do produto assume e, por este meio expressamente nos liberta de toda a responsabilidade civil, contratual ou outras que possam ser contraídas, relacionadas com a utilização deste guia de aplicação.

Edição: 2010-05-23

ADI Center Portugal Unipessoal, Lda.

Lugar do Outeiro, Z. Ind. da Maia, Sector I, Lote 6/9

4475-150 Maia, Portugal

Telefone: +351 220 937 130/31

Fax: +351 226 107 038

E-mail: admin@adigrupo.com