

REVISTA QUÍMICA TÊXTIL



# ABQCT

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE QUÍMICOS E COLORISTAS TÊXTEIS



Ano XLVI  
Janeiro 2022 - Nº 142  
ISSN 0102-8235

# 2021

O ano de

# GRANDES parcerias!

Corporate Member



Membro Titular



[instagram.com/abqct](https://www.instagram.com/abqct)

# ESTUDO SOBRE O CONSUMO DE ENERGIA E DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS NA TERMOFIXAÇÃO DE TECIDOS DE POLIAMIDA 6.6

**Autores:** Alexandre De Caprio Ferreira<sup>1</sup>,  
Ingrid Ueso<sup>2</sup>, Nelson Barros Trindade<sup>2</sup>,  
Maurício Campos Araújo<sup>3</sup>, Sueli Ivone  
Borrely<sup>4</sup>, Jorge Marcos Rosa<sup>2,4</sup>

<sup>1</sup> Faculdade de Tecnologia SENAI "Antoine Skaf"

<sup>2</sup> Instituto SENAI de Tecnologia Têxtil, Moda e Confeção - SENAI/SP

<sup>3</sup> Escola de Artes, Ciências e Humanidades - USP

<sup>4</sup> Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP

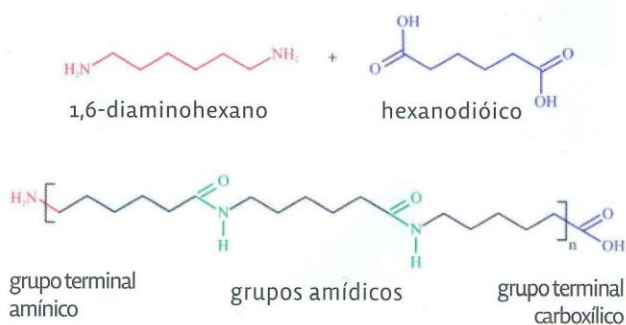
## RESUMO

Estudou-se o consumo de energia e as propriedades físico-químicas de um tecido de malha de poliamida 66, aplicando-se a metodologia de superfícies de resposta (MSR) na obtenção de parâmetros ideais de termofixação. Apesar de apresentar maior porcentagem de encolhimento em 0,933%, os consumos de corante e energia obtidos pelo modelo matemático aplicado com parâmetros de 30 s a 178 °C foram 0,227 g kg<sup>-1</sup> e 7,43 × 10<sup>5</sup> J kg<sup>-1</sup> menores do que os valores do processo que apresentou menor valor de encolhimento, efetuado com parâmetros de 45 s a 190 °C, demonstrando que a ferramenta pode ser aplicada na predição de parâmetros ideais de termofixação no substrato estudado.

## 1. INTRODUÇÃO

Um dos polímeros de maior importância nos dias de hoje, a Poliamida (PA) é de extrema versatilidade por sua utilização nas mais diversas aplicações, que vão desde tecidos utilizados em moda praia até em membranas para reforço em concreto (FRANCO et al., 2018). A importância desse polímero se reflete em estudos sobre o meio ambiente (KAMIMURA, SHIRAMATSU e KAWAMOTO, 2019; ROSA et al., 2019; WANG et al., 2019; YAMANO et al., 2019) e também em diversas aplicações de membranas, tais como em tratamentos para remoção de corantes (MANSOURPANAH e SAMIMI, 2017), filmes ultrafinos compostos de nano tubos de carbono e poliamida para processos de osmose reversa (BAEK et al., 2017), desenvolvimento de filmes com microporos (LAU et al., 2019), remoção de corantes e metais pesados de efluentes têxteis (SALEH e ALI, 2018) ou em tecidos com proteção contra radiação ultravioleta (RIETZLER et al., 2019).

A PA 6.6 (Figura 1), fibra abordada nesse estudo, é um polímero obtido através da polimerização por condensação do 1,6-diaminohexano e do hexanodióico, contendo uma estrutura macromolecular composta por grupos de seis carbonos interligados por grupos amídicos, além de grupos terminais carboxílicos e amínicos nas extremidades das cadeias poliméricas (FANTONI, 2012; MCKEEN, 2019; ROSA, 2004).



**Figura 1.**

Estrutura e obtenção da PA 6.6.

## 2. METODOLOGIA

Reagentes: ácido acético 98% e sulfato de amônio 98% (Labsynth); igualizante, sequestrante e detergente não-iônico (Golden Tecnologia); Direct Blue 86 - DB 86 (Archroma).

Substrato: Os experimentos foram executados e

malha de poliamida/elastano, gramatura igual a 325 g m<sup>-2</sup> e largura de 0,90 m (tubular), produzida em circular monofrontura Orizio, modelo John/C, 3 alimentadores por polegada, diâmetro de 30", finura 28", 30 RPM, utilizando-se os fios 156/132 dTex PA 6.6 (88%) e 70 Den EL (12%).

### 2.1. Procedimentos

Onze amostras de substrato contendo dimensões de 20 cm x 20 cm, contendo um quadrado inscrito de 15 cm x 15 cm (Figura 2), foram termofixadas através de ar seco (DH-B Thermofixation - Mathis), aplicando-se planejamento fatorial 22 composto central e rotacional. No planejamento foram estudadas as influências entres as variáveis independentes, Temperatura (T) e Tempo (t), e a variável dependente, porcentagem de Encolhimento (E%), calculada através da equação 1.

$$E (\%) = \left(1 - \left(\frac{L_f}{L_o}\right)\right) \times 100 \quad (1)$$

Onde: E (%) = Encolhimento; L<sub>f</sub> = largura final; L<sub>o</sub> = largura inicial (15 cm)

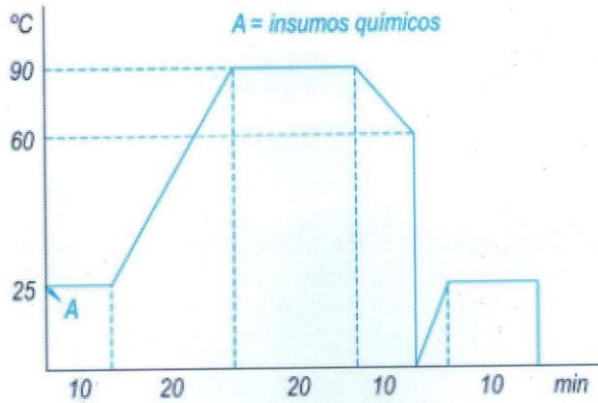
Na Tabela 1 encontram-se as variáveis dependente (E) e independentes (T e t) estudadas em dois níveis, com alfas, no intuito de obter-se os parâmetros ideais para aplicação em processo com valores ideais de encolhimento.

x1	Temp. (°C)	x2	Tempo (s)	Encolhimento (% E)
-1	140	-1	15	
-1	140	1	45	
1	180	-1	15	
1	180	1	45	
-√2	132	0	30	
√2	188	0	30	Y
0	160	-√2	9	
0	160	√2	51	
0	160	0	30	
0	160	0	30	
0	160	0	30	

**Tabela 1.**

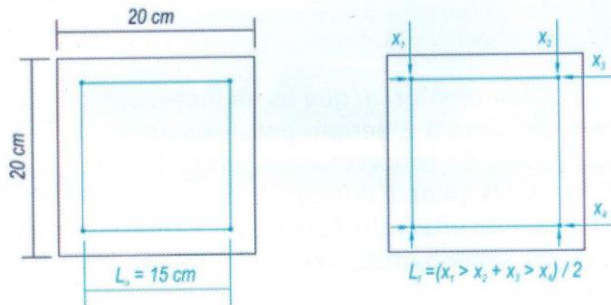
Variáveis dependentes, independentes e seus níveis.

Após a termofixação as amostras foram lavadas em relação de banho igual a 1:10 (Lavadora Suzuki), em banho contendo 1,0 g L01 de dispersante e 1,0 g L01 de detergente, durante 20 min a 90°C, de acordo com processo descrito graficamente na Figura 2.



**Figura 2.**  
Processo de lavagem.

Após o tratamento de limpeza, as amostras foram centrifugadas e secas em condições padrões de temperatura ( $21 \pm 2$  °C) e umidade ( $65 \pm 2$  %) durante 24h. As medidas foram executadas em três diferentes pontos dos lados para cálculo dos valores de 'Lf', como demonstrado na Figura 3.



**Figura 3.**  
Esquema de medição das amostras.

## 2.2. Modelagem

Os fatores estudados foram variados em cinco níveis ( $\sqrt{2}$ ; 1; 0; +1;  $+\sqrt{2}$ ). Os níveis das variáveis independentes estudadas foram baseados em valores praticados comumente em empresas do setor.

Segundo Rosa et al. (2019), o modelo de superfície de resposta que considera efeitos de interação entre as variáveis foi aplicado nos ajustes de regressão aplicando-se a equação 2 (EZEKANNAGHA, UDE e ONUKWULI, 2017).

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i x_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \beta_{ij} x_i x_j$$

Onde: Y é o fator de resposta (% E),  $x_i$  = fator independente,  $\beta_0$  = intercepto,  $\beta_i$  = coeficiente do modelo linear,  $\beta_{ii}$  = coeficiente do modelo quadrático,  $\beta_{ij}$  = coeficiente do modelo para interação entre os fatores i e j.

O ajuste do modelo foi avaliado pela análise de variância (ANOVA) e pela otimização através da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR), utilizando-se o software Statistica 13®. O teste ANOVA consiste na classificação cruzada dos resultados estatísticos, realizada pelo teste estatístico de Fisher (teste F). O valor de F (F-value) representa a significância entre cada uma das variáveis independentes estudadas no modelo testado (SATHISH e VIVEKANANDAN, 2016; SILVA FILHO et al., 2018). Para modelos considerados ajustados, o valor de F calculado (FCalc) deve ser igual ou maior do que o F tabelado (FTab), assim como os valores de regressão quadrática ajustada ( $R_2$  ajustado) devem encontrar-se acima de 0,75 (DAS e MISHRA, 2017; ROSA e FILETI, 2016).

## 3. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### 3.1 Análise de Variância - ANOVA

A Tabela 2 apresenta os valores aplicados no planejamento experimental, entre as variáveis independentes e suas respostas.

n	x1	T (°C)	x2	t (s)	L <sub>o</sub>	L <sub>f</sub>	% E (y)
1	-1	150	-1	30	13,90	7,333	
2	-1	150	1	60	14,10	6,000	
3	1	170	-1	30	14,40	4,000	
4	1	170	1	60	14,50	3,333	
5	$\sqrt{2}$	146	0	45	13,70	8,667	
6	$\sqrt{2}$	174	0	45	15,0	14,60	2,667
7	0	160	$\sqrt{2}$	24	14,10	6,000	
8	0	160	$\sqrt{2}$	66	14,30	4,667	
9 (C)	0	160	0	45	14,20	5,333	
10 (C)	0	160	0	45	14,30	4,667	
11 (C)	0	160	0	45	14,30	4,667	

**Tabela 2.**  
Respostas obtidas entre as interações dos fatores estudados.

O modelo representado encontra-se representado através da equação 3, demonstrando que todas as interações (ordem 1 e 2) foram significativas (valores de  $p \leq 0,5$ ).

$$\%E = -122,788 - 1,209T + 0,0031T^2 - 0,266t + 0,0006t^2 + 0,0011Tt \quad (3)$$

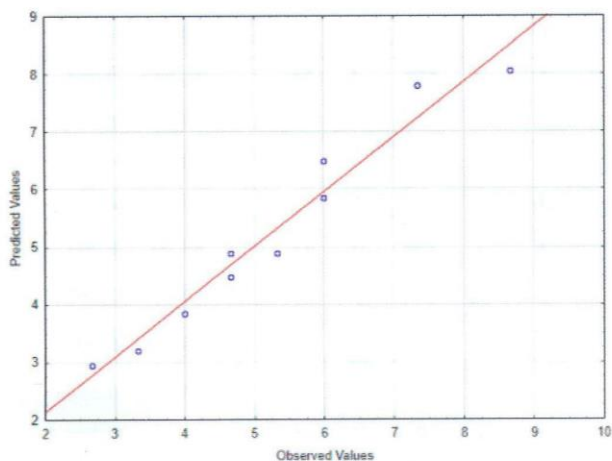
Os valores experimentais apresentados pelo modelo, analisados pela ANOVA e também pela análise de múltipla regressão estão descritos na Tabela 3.

RESULTADOS	Estatística	ANOVA			
		gl	SQ	F <sub>Calc</sub>	F <sub>Tab</sub>
Regressão	-	2	26,2279	57,808	2,8
Residual	-	8	1,88725		
R múltiplo	0,967				
R <sup>2</sup>	0,935				
R <sup>2</sup> ajustado	0,919				

**Tabela 3.**  
ANOVA e regressão múltipla.

Os valores da variância foram superiores a 90% e o valor de R<sup>2</sup> ajustado foi próximo o suficiente de uma unidade: Esses valores indicam que o modelo pode prever 91,9% dos dados experimentais em um intervalo de confiança de 95%.

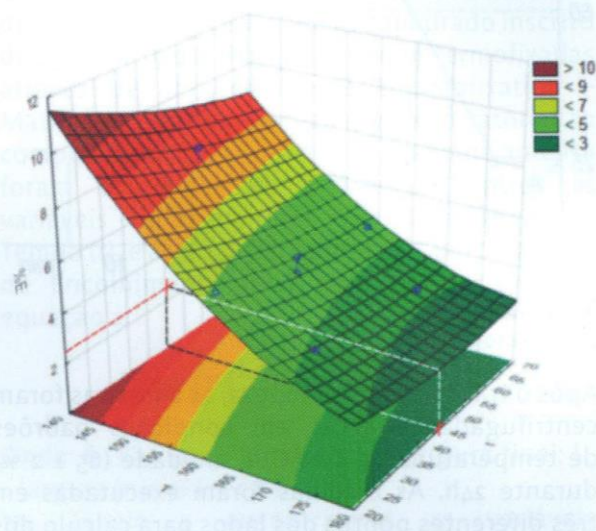
O valor de F<sub>Calc</sub> foi vinte vezes maior que o de F<sub>Tab</sub>, demonstrando que o modelo é adequado para uso na predição de valores da % E nas condições estudadas. A Figura 3 demonstra graficamente a comparação dos dados experimentais com os dados previstos pelo modelo, onde observa-se uma baixa flutuação dos dados.



**Figura 3.**  
Valores observados versus valores preditos pelo modelo.

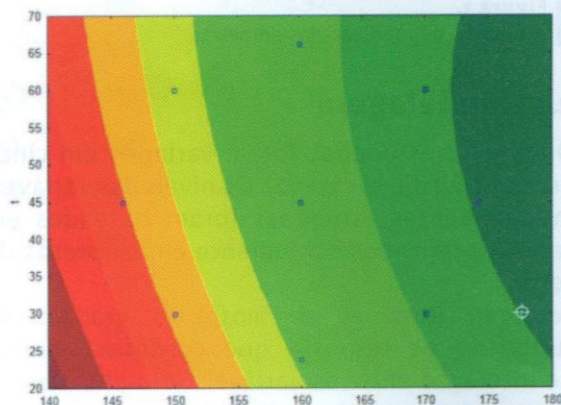
### 3.2 Análise da MSR

A otimização é realizada por ajuste do modelo em combinação com a MSR, onde os fatores estudados coexistem a partir da análise de cada superfície, se uma condição ótima para cada fator for obtida (SAMARBAF et al., 2019; SANTANA et al., 2018; ZOU et al., 2020). A análise das SR do presente estudo encontram-se demonstradas graficamente nas Figura 4 e Figura 5.



**Figura 4.**  
SR em 3D contendo a interação entre as variáveis independentes estudadas.

As SR demonstraram que os melhores valores de % E, próximo a 2, seriam possíveis aplicando as condições de processo com sendo  $T = 180 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $t = 45 \text{ s}$ . Os valores críticos obtidos pelo modelo com 95% de intervalo de confiança apresentaram valores semelhantes, sendo  $T = 189,72 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $t = 44,47 \text{ s}$ .



**Figura 5.**  
SR em 2D contendo a interação entre os fatores estudados.

Através da Figura 5, observa-se que valores de % E menores que 3 podem ser obtidos em determinadas condições de T e t, tais como 178 °C e 30 s respectivamente.

Demonstra-se, portanto, que a MRS baseada no planejamento experimental executado pode ser empregada para otimizar os parâmetros do processo, de modo que as condições ideais para as respostas desejadas possam ser previstas (BAHRAMI, AMIRI e BAGHERI, 2019).

### 3.3 Análise do Tingimento Após a Termofixação

Normalmente, o tingimento da PA 6.6 é efetuado com corantes ácidos, pois, esta classe de corante reage com os grupos amínicos e amídicos presentes na fibra. Na PA 6.6 esse número gira em torno de 50,0mmol kg<sup>-1</sup>. O processo de termofixação aumenta o alinhamento das cadeias poliméricas, minimizando esse número para valores em torno de 35,0mmol kg<sup>-1</sup> (MONCRIEFF, 1975; VICKERSTAFF, 1954; ZOLLINGER, 2003).

Isso significa que uma quantidade maior de corante seria necessária para obter a mesma cor efetuada em um tecido não termofixado. Portanto, foram feitas mais 2 amostras de termofixação, cujos parâmetros estão descritos na Tabela 4, com procedimento executado igualmente ao executado nas amostras iniciais.

n	Amostra	T (°C)	t (s)	L <sub>0</sub>	L <sub>f</sub>	E (%)
1	Menor valor (experimento 6)	174	60	15	14,6	2,667
2	Valor otimizado 1 (3D SR)	190	45	15	14,7	2,200
3	Valor otimizado 2 (2D SR)	178	30	15	14,5	3,133

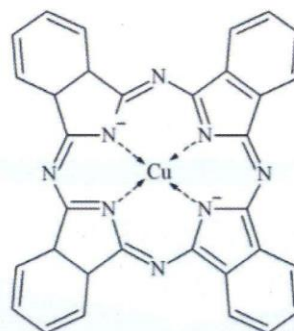
**Tabela 4.**

Parâmetros otimizados de termofixação.

Como os valores de % E apresentaram-se muito próximos, as amostras foram tingidas (Mathis Alt-1) com o corante Direct Blue 86 (DB86), em intensidade padrão de 1,5% sobre a massa do substrato.

O DB86 é um corante de grupo cromóforo do tipo ftalocianina (Figura 6), comumente utilizado no tingimento de poliamidas para avaliar problemas de igualização e/ou barramento, devido à complexidade de sua estrutura química (SILVA et al., 2013; ZHANG et al., 2019). Além disso, corantes de grupo cromóforo ftalocianina geram efluentes que apresentam grande dificuldade de

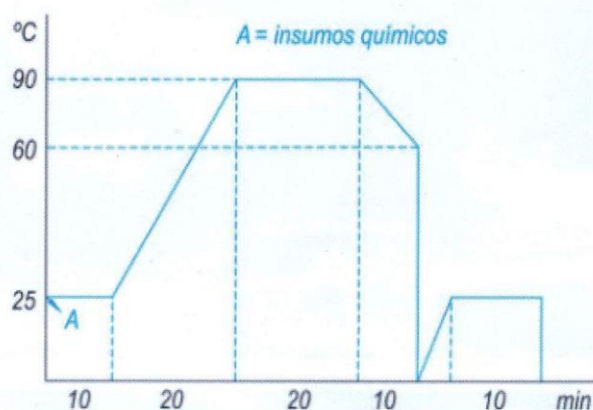
tratamento e alta toxicidade aguda (GARCIA, ROSA e BORRELY, 2020; GARG et al., 2019; RODRIGUES et al., 2020).



**Figura 6.**

Estrutura da ftalocianina (ROSA et al., 2019).

O procedimento de tingimento juntamente com os insumos químicos, aplicados de acordo com os parâmetros definidos pelo fornecedor do corante, estão descritos na Figura 7.



**Figura 7.**

Procedimento e insumos químicos utilizados nos tingimentos (Archroma).

Os valores de intensidade colorística ( $K S_{D1}$ ) foram determinados por espectrofotometria em comprimento de onda igual a 490 nm, sob iluminante D65, 10° (Konica Minolta CM 3600d). Os valores de  $K S_{D1}$  são determinados através da equação de Kubelka-Munk demonstrada através da equação 4 (HU, GILBERT e JOHNSTON, 2016; SHEN et al., 2016; WANG et al., 2019).

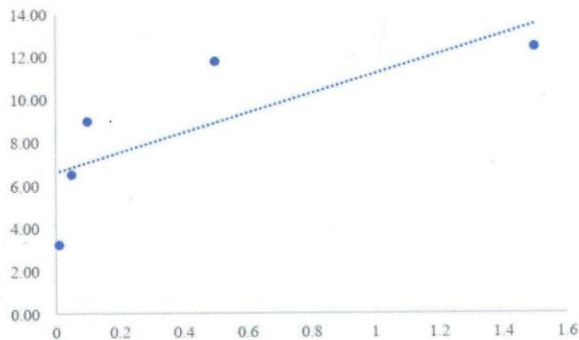
$$KS^{-1} = (1 - R)^2 \times 2R^{-1} \quad (4)$$

Os valores obtidos encontram-se descritos na Tabela 5.

n	T (°C)	t (s)	% E	KS <sup>-1</sup>
1	174	60	2,667	12,98
2	190	45	2,200	12,80
3	178	30	3,133	13,13

**Tabela 5.**  
Valores de K S<sup>-1</sup>.

Observa-se que os valores de KS<sup>-1</sup> obtidos com os parâmetros otimizados na amostra 3 foram maiores que os demais, de forma que a quantidade de corante utilizada para obter a cor mais escura seria menor do que a quantidade utilizada nas demais amostras, com base na equação de força de cor do BD86 (equação 5), obtida através de tingimentos efetuados em 5 níveis de concentração de corante (Figure 8).

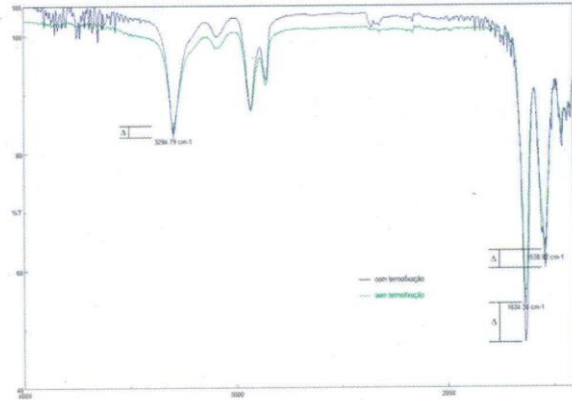


**Figura 8.**  
Comportamento da força colorística do DB86.

$$\%RB5 = \exp\left(\frac{KS^{-1} - 12,453}{1,9074}\right) \quad (5)$$

Com base na equação 5, em um tingimento de 1 kg de PA 6.6 termofixada com os parâmetros da Amostra 1 seria necessário um aumento de 1,08 g do corante para tingir a mesma massa termofixada com os parâmetros da Amostra 3. Para tingir-se uma mesma quantidade de malha termofixada com os parâmetros da Amostra 2, seriam necessários 2,27 g a mais de corante para se obter o mesmo valor de K S<sup>-1</sup> obtido no tingimento de mesma massa termofixada com os parâmetros da Amostra 3.

Analisou-se duas amostras através de espectrofotometria por infravermelho de duas amostras, uma sem termofixação e outra termofixada com os parâmetros da Amostra 2 (Jasco 6300 FT-IR). O resultado encontra-se demonstrado graficamente na Figura 9.



**Figura 9.**  
Análise das amostras através de FT-IR.

Conforme demonstrado, nos grupamentos amínicos (3295 cm<sup>-1</sup>) ocorre a menor alteração entre os grupos principais. As maiores alterações foram observadas nos grupamentos amídicos (1634 cm<sup>-1</sup>) e carboxílicos (1539 cm<sup>-1</sup>) (PEETS et al., 2019). As diferenças observadas foram obtidas através do aumento das ligações de hidrogênio intramoleculares, resultado do alinhamento da cadeia polimérica promovido pela termofixação. Os grupamentos amínicos e amídicos são os principais responsáveis pela reação entre o corante e a fibra (JOHNSON, 1989; ZOLLINGER, 2003).

### 3.4 Consumo de energia

#### 3.4.1 Energia elétrica

Os dados de largura (1,80 m), gramatura (325 g m<sup>-2</sup>) e o rendimento (1,71 m kg<sup>-1</sup>) do substrato foram utilizados para calcular a quantidade de energia elétrica despendida durante os processos de termofixação de cada uma das amostras.

Adotando uma rama industrial contendo 10 campos, 3 metros cada e com potência instalada igual a 435 kW (Rosset), utilizou-se a equação 6 para o cálculo da quantidade de energia despendida por quilograma de substrato (GARCIA, ROSA e BORRELY, 2020; ROSA et al., 2014).

$$Q_E = P_I \times \frac{R}{V_R} \times 6.00 \times 10^4 \quad (6)$$

Onde Q<sub>E</sub> = consumo de energia elétrica em 'J kg<sup>-1</sup>'; P<sub>I</sub> = potência instalada em 'kW'; R = rendimento em 'm kg<sup>-1</sup>'; V<sub>R</sub> = velocidade da rama em 'm min<sup>-1</sup>'.

Os resultados encontram-se descritos na Tabela 6.

n	P <sub>i</sub> (kW)	t (s)	Velocidade Rama (m m <sup>-1</sup> )	J kg <sup>-1</sup>
1		60	30	1,49 × 10 <sup>6</sup>
2	435	45	40	1,12 × 10 <sup>6</sup>
3		30	60	7,44 × 10 <sup>5</sup>

**Tabela 6.**  
Consumo de energia elétrica.

### 3.4.2 Energia Térmica

Sob condições padrões de pressão e temperatura, 100 kPa e 0 °C de acordo com a International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), o ar seco possui densidade igual a 1,2754 kg m<sup>-3</sup>. De acordo com El-Said, Bhuse e Arendsen (2017) e Torres Del Río et al. (2018), em condições de pressão igual a 101,325 kPa e temperatura de 20 °C, o ar possui densidade igual a 1,2041 kg m<sup>-3</sup>. Para calcular a quantidade de energia gasta no aquecimento de ar nos parâmetros das amostras estudadas, aplicou-se a equação 7 (LENVENSPIEL, 1998), utilizando-se a densidade do ar em 293 K.

$$Q_T = m \times c \times \Delta T \quad (7)$$

Onde Q<sub>T</sub> = quantidade de energia térmica em 'J kg<sup>-1</sup>'; m = massa de ar teórica contida nos 10 campos da rama, em 'kg'; c = calor específico do ar em 'kJ (kg K)<sup>-1</sup>', a 293 K, igual a 1,039 'kJ m<sup>-3</sup>'

Os resultados encontram-se dispostos na Tabela 7.

n	T (K)	ΔT (K)	J kg <sup>-1</sup>
1	447	154	4,45 × 10 <sup>4</sup>
2	463	170	4,91 × 10 <sup>4</sup>
3	451	158	4,57 × 10 <sup>4</sup>

**Tabela 7.**  
Consumo de energia térmica.

## 4. CONCLUSÃO

A MSR tem sido amplamente utilizada na otimização de processos de várias áreas, demonstrando-se também eficaz na predição de parâmetros ideais nos processos de termofixação em tecidos de poliamida. Os resultados da

otimização encontram-se dispostos na Tabela 8, para melhor visualização dos dados obtidos pela aplicação da metodologia.

n	DB86 (g kg <sup>-1</sup> )	E (%)	Q <sub>E</sub>	Q <sub>T</sub> (J kg <sup>-1</sup> )	Σ Q <sub>E</sub> :Q <sub>T</sub>
1	16,08	2,66 7	1,49 × 10 <sup>6</sup>	4,45 × 10 <sup>4</sup>	1,53 × 10 <sup>6</sup>
2	17,27	2,20 0	1,12 × 10 <sup>6</sup>	4,91 × 10 <sup>4</sup>	1,16 × 10 <sup>6</sup>
3	15,00	3,13 3	7,44 × 10 <sup>5</sup>	4,57 × 10 <sup>4</sup>	7,90 × 10 <sup>5</sup>

**Tabela 9.**  
Análise total dos resultados obtidos pela MSR.

Apesar da Amostra 3 ter apresentado maior valor de encolhimento, este não excedeu 1% quando comparado com os demais valores obtidos. Além disso, foi o experimento que apresentou os menores consumos de energia, elétrica e térmica.

A quantidade de corante necessária para obter o K S<sup>-1</sup> pelos parâmetros aplicados na Amostra 3 também foi inferior aos valores apresentados pelas Amostras 1 e 2; sendo 1,08 g kg<sup>-1</sup> e 2,27 g kg<sup>-1</sup> a menos, respectivamente.

## Agradecimentos

Os autores agradecem aos fornecedores de insumos químicos, Archroma e Golden Tecnologia, a Rosset pelos dados técnicos da Rama e a Escola SENAI "Francisco Matarazzo" pela disponibilização dos equipamentos.