

**Maria de Fátima Paixão  
Mariette Pereira**

**Alguns Protocolos Experimentais para preparação de  
corantes naturais e para tingimentos de seda e lã.**

**(documento provisório; não reproduzir por qualquer meio)**



**Projecto Ciência Viva PIV – 1915  
2001**

# PROTOCOLO I

## Tingimento de seda e lã com alizarina na presença de mordentes

### **Alizarina**

O corante chamado alizarina provém da planta conhecida como **granza** ou **garança dos tintureiros** ou ainda erva **ruiva** [*Rubia tinctorium* (*rubiaceae*)].

A planta é herbácea e perene, com longas e complexas raízes carnudas amarelas, raízes fibrosas vermelhas e caules rijos, quadrados e espinhosos, trepando até 90 cm, com sedosas folhas verde claras enroladas, compridas e pontiagudas. Produz cachos de pequenas flores amarelo-esverdeadas no verão, seguidas de bagas preto-azuladas. Cresce livremente em sebes e moitas em terrenos calcários, muitas vezes provenientes de culturas extensivas.

A ruiva era cultivada em grandes extensões no distrito de Castelo Branco tendo sido um dos principais corantes utilizados no tingimento da lã das indústrias têxteis da Covilhã (existe edital régio do século XIX a dar regalias de impostos a quem cultivasse ruiva) e também, por certo, no tingimento das sedas utilizadas nos bordados de Castelo Branco.

O corante era extraído com água após trituração das raízes, seguido de fermentação.

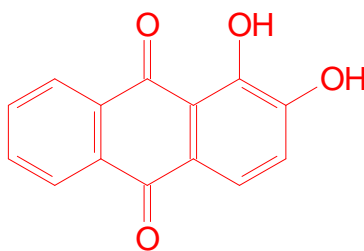
Encontram-se referências a este corante natural na literatura egípcia, árabe, indiana, germânica e românica. Nos túmulos da pré-dinastia egípcia foram encontrados restos de peças de vestuário tingidas com este corante.

Conhecem-se actualmente mais de 35 espécies de garança, família das *Rubiaceae* distribuídas pela Europa e Ásia.

Deve utilizar-se água dura e óxido de cálcio no banho de tingimento. Para tingir seda utiliza-se preferencialmente sulfato de alumínio, como mordente. O tingimento tem excelentes capacidades fixantes.

### ***Estrutura Química***

Edward Schunk fazendo micro-análise da alizarina propôs a fórmula molecular como  $C_{14}H_{10}O_4$ , que se revelou bem próxima da actual fórmula molecular:  $C_{14}H_8O_4$ . Foram efectuadas várias propostas, baseadas em reactividade química, mas partindo sempre de pressupostos errados, nomeadamente de que a estrutura base deveria ser derivada do naftaleno. Deve salientar-se que somente em 1856 Auguste Kekulé propôs que os seis átomos de carbono na molécula do benzeno estão ligados alternadamente por ligações simples e duplas. Depois de muita controvérsia sobre a estrutura e métodos de síntese da alizarina, disputados pelos grupos de Graebe e Libermann por um lado e William Perkin por outro, foi em 1869 que as primeiras foram eficientes e que foi proposta a estrutura que hoje conhecemos:



**Alizarina**

## **Protocolo Experimental**

### ***Material:***

Balança, 4 Tinas de vidro, Proveta, Pipeta, Vareta, 4 Copos de 250 ml, Vidro de relógio

### ***Reagentes:***

Lã, Seda, Sulfato de ferro (II), Cloreto de estanho (II), Sulfato de cobre (II), Dicromato de potássio, Sulfato de alumínio

### ***Procedimento:***

1- Pesar aproximadamente 1g de seda ou lã natural e partir as fibras em pedaços.

Colocá-las numa tina e adicionar lentamente uma solução de água com 1% de amônia e uma gota de detergente líquido, até que a fibra não absorva mais líquido.

2- Preparar aproximadamente soluções de 5 ml de água com cloreto de estanho (II) ( $\text{SnCl}_2$ ), (0.4g) sulfato de ferro (II)  $\text{FeSO}_4$ , (0.2g), sulfato de cobre(II) (0.2g), dicromato de potássio (0.1g), Sulfato de alumínio (0,2 g)

3- Retirar a fibra da água, espremê-la ligeiramente e colocá-la na solução do mordente. Aquecer até à temperatura de  $80^\circ\text{C}$  durante uma hora. Arrefecer até à temperatura ambiente e deixar as fibras na solução durante 12 horas.

Remover o líquido das fibras e passar à fase seguinte do processo de tingimento.

4- Adicionar 0.1g de alizarina a 5 ml de água e aquecer a uma temperatura de  $30^\circ\text{C}$  até que todo o corante esteja dissolvido. Adicionar a fibra com o mordente e aquecer lentamente até uma temperatura de  $80^\circ\text{C}$ . Deixar o banho de água arrefecer até  $60^\circ\text{C}$  e remover a fibra da solução corante para um banho de água à mesma temperatura.

5- Pendurar a fibra a secar ao ar.

## **Questões**

Registrar a cor obtida em cada experiência.

Como se pode interpretar a diferença de cores?

Relacionar com alguma das cores observadas nos bordados.

## PROCOLO II

### Extracção de corantes naturais utilizados no tingimento das sedas dos bordados de Castelo Branco

#### O Lírio Roxo

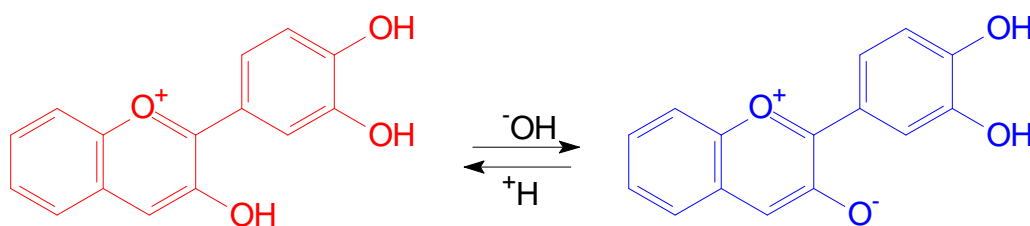
Nome vulgar da planta do género *Iris biflora* L. e família das *Iridaceae*, rizomatosa, uni- a biflora, com caule geralmente simples, folhas ensiformes, flores violáceas, de tubo do perigónio comprido, envolvidas por brácteas oblongo-obovadas, tépalas externas com a face ventral da unha densamente barbuda na linha média e as internas erectas. É espontânea em Portugal continental, nos lugares secos e incultos. Também se usa como planta ornamental.

Origina um corante ácido que se extrai com facilidade das flores roxas e que muda de cor conforme a variação de acidez ou alcalinidade do meio.

#### *Relato da utilização do lírio roxo no tingimento da seda crua*

*As flores do lírio roxo eram maceradas e deixavam-se a repousar de um dia para o outro. Juntava-se depois água e iniciava-se o processo de tingimento, começando pelo tom mais escuro, e deixando as meadas da seda, bem esticadas e bem abertas, imersas na infusão tépida e cozendo no dia seguinte em panela de esmalte branca. Deitavam-se umas gotas de vinagre para fixar melhor o corante à seda. As meadas secavam à sombra mas em local arejado para secar rapidamente e não manchar (antiga Mestra de bordado).*

A maior parte dos vermelhos e azuis naturais são derivados das flavonas que são substâncias que variam de cor consoante o pH. A cor azul dos lírios dos tintureiros deve-se a um pigmento com a estrutura apresentada no esquema 1.



*Esquema 1:* Equilíbrio ácido-base existente nas flavonas e responsável pelas variadíssimas cores das flores.

#### Protocolo Experimental

##### *Material:*

Balão de fundo redondo com esmerilado, Condensador, Almofariz, Balança, Balão de diluição, Copos, Almofariz

**Reagentes:**

Etanol, Ácido clorídrico, Hidróxido de sódio

**Procedimento:**

- 1 - Colocar aproximadamente 5g de folhas de lírio num almofariz e macerá-las.
- 2 - Colocar as folhas esmagadas num balão de fundo redondo de 250 ml equipado com um condensador.
- 3 - Adicionar 100 cm<sup>3</sup> de etanol (álcool etílico)
- 4 - Aquecer até entrar em ebulição (70 °C) até que todo o corante tenha sido extraído e as folhas fiquem completamente brancas.
- 5- Deixar arrefecer e evaporar o álcool até obter um resíduo azul que contém o corante. Pesas e registrar a quantidade de corante extraída. Dividir em duas partes.
- 6 - Dissolver metade da quantidade do corante em 10 ml de água e aquecer até 30°C.
- 7 - Introduzir as fibras, seda e lã na mistura e deixar ficar durante 2 horas. Aquecer até à ebulição durante 1 hora. Deixar arrefecer, retirar passar por uma tina com água fria.
- 8 - Colocar a secar.
- 9 - Adicionar umas gotas de ácido clorídrico a 10% à solução do corante. Observar e registrar a cor.
- 10 - Adicionar umas gotas de uma solução de hidróxido de sódio a 10%. Observar e registrar a cor obtida.

**Questões**

Registrar a cor obtida em cada experiência. Foram as cores previstas?

Como se pode interpretar a diferença de cores?

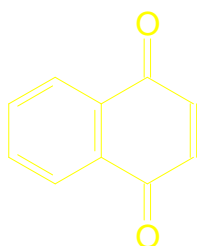
Relacionar com alguma das cores observadas nos bordados



## PROTOCOLO III

### Extracção da jugolona - pigmento da casca verde da noz e tingimento de seda e lã

A jugolona é um pigmento natural do tipo das quinonas que se pode extrair da casca verde da noz ou da avelã e que foi utilizada para tingir sedas e conferir os tons de amarelo, verde e laranja.



### Protocolo Experimental

#### *Material:*

Balão de fundo redondo com esmerilado, Condensador, Tesoura

#### *Reagentes:*

Acetato de etilo

### Procedimento

- 1 - Colocar aproximadamente 2g de casca de noz num copo e cortá-las em pedaços muito finos.
- 2 - Colocar os pedaços de casca de noz num balão de fundo redondo de 250 ml equipado com um condensador.
- 3- Adicionar 100 cm<sup>3</sup> de éter etílico
- 4- Aquecer até entrar em ebulição (50 °C) e manter durante uma hora.
- 5- Deixar arrefecer e evaporar o álcool até obter um resíduo castanho que contém o corante, jugolona. Pesá-lo e registar a quantidade de corante extraída.
- 6- Dissolver o corante em 10 ml de água e aquecer até 30°C.
- 7- Introduzir as fibras, seda e lã na mistura e deixar ficar durante 2 horas. Aquecer até à ebulição durante 1 hora. Deixar arrefecer, retirar as fibras e passar para uma tina com água fria.
- 8- Colocar a secar.

### Questões

- Registrar a cor obtida em cada experiência. Foram as previstas?
- Como se pode interpretar a diferença de cores?
- Relacionar com alguma das cores observadas nos bordados.

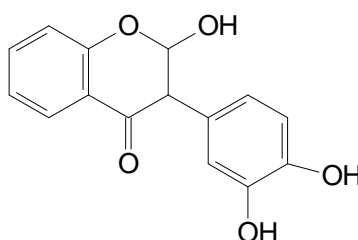


## PROTOCOLO IV

### Extracção do pigmento da casca da cebola e tingimento de seda e lã

O pigmento derivado da casca da cebola é um derivado das flavonas usualmente designado por quercertina cuja estrutura está esquematizada no esquema seguinte.

**Quercertina**



### Protocolo Experimental

**Material:**

Copo de 250 ml, Tesoura

**Procedimento:**

- 1- Colocar aproximadamente 2g de casca de cebola num copo e cortá-las em pedaços muito finos
- 2- Colocar os pedaços de casca de cebola num copo de 250 ml e adicionar 50 ml de água.
- 4- Aquecer até entrar em ebulição ( 100 °C) e manter durante uma hora.
- 5- Deixar arrefecer até cerca de 30°C e introduzir as fibras, seda e lã na mistura e deixar ficar durante 12 horas. Aquecer até à ebulição durante 1 hora . Deixar arrefecer, retirar as fibras e passar para uma tina com água fria.
- 6- Colocar a secar.
- 7- Tentar obter corantes com tonalidades variadas combinando pequenas quantidades dos corantes obtidos.
- 8- Tingir as fibras utilizando mordentes com o procedimento descrito anteriormente.

### Questões

Registrar a cor obtida em cada experiência. Foram as previstas?

Como se pode interpretar a diferença de cores?

Relacionar com alguma das cores observadas nos bordados.



## PROCOLO V

### Extracção do pigmento do chá no tingimento de seda e lã

A planta do chá preto tem nome sistemático de *Camellia sinensis* e desde há muito se conhece como corante.

#### Protocolo Experimental

**Material:**

Copo de 250 ml, Tesoura

**Procedimento:**

1- Colocar aproximadamente 2g de folhas de chá preto num copo de 250 ml e adicionar 50 ml de água.

4- Aquecer até entrar em ebulição (100 °C) e manter durante uma hora.

5- Deixar arrefecer até cerca de 30°C e introduzir as fibras, seda e lã na mistura e deixar ficar durante 12 horas. Aquecer até à ebulição durante 1 hora . Deixar arrefecer, retirar as fibras e passar para uma tina com água fria.

6- Colocar a secar.

7- Tentar obter corantes com tonalidades variadas combinando pequenas quantidades dos corantes obtidos.

8- Tingir as fibras pelo procedimento já descrito.

#### Questões

Registar a cor obtida em cada experiência. Foram as previstas?

Como se pode interpretar a diferença de cores?

Relacionar com alguma das cores observadas nos bordados.



## PROTOCOLO VI

### Extracção de apigenina - pigmentos extraídos das flores de camomila

A camomila (*Matricaria Chamomilla*) é uma planta nativa da Europa, que se encontra com facilidade nos nossos terrenos. De pequenas flores brancas e amarelas com as quais também se prepara uma infusão calmante e digestiva. Um outro nome porque é designada, em particular na região de Castelo Branco, é *macela*. A apigenina tem a fórmula química  $C_{15}H_{10}O_5$  e pode ser extraída de várias plantas, entre elas a camomila. É usada como corante amarelo, também para o algodão.

**Material:**

Balão de fundo redondo com esmerilado, Condensador, Copo, Almofariz, Placa de aquecimento

**Reagentes:**

Acetato de etilo

**Procedimento:**

- 1- Colocar aproximadamente 25g de flores de camomila num almofariz e macerá-las
- 2- Colocar as folhas esmagadas num balão de fundo redondo de 250 ml equipado com um condensador.
- 3- Adicionar  $10\text{cm}^3$  de acetato de etilo e aquecer a uma temperatura de  $70^\circ\text{C}$  durante 30 minutos
- 4- Separar as flores utilizando técnicas de decantação ou de filtração.
- 7- Introduzir as fibras, seda e lã na solução e deixar ficar durante 2 horas. Aquecer até à temperatura de ebulição durante 1 hora. Deixar arrefecer, retirar as fibras e passá-las por uma tina com água fria.
- 8- Tingir fios e panos de algodão com o corante obtido.
- 9 - Colocar a secar.

**Questões:**

Qual a cor obtida?

Existe diferença de cor na seda, lã e algodão tingidos?

Comparar com as cores de bordados de Castelo Branco, antigos e actuais.



## PROTOCOLO VII

### Síntese Laboratorial de Corantes Síntese da alizarina

#### Introdução

A alizarina foi um dos primeiros corantes naturais a ser produzido sinteticamente em 1869 no laboratório alemão de von Bayers. A antraquinona era colocada com bromo para dar o produto dibromado seguido de fusão com hidróxido de sódio. Em simultâneo foi desenvolvido um outro trabalho por Caro de Badische e Perkin, em Inglaterra, tendo descoberto separadamente que a antraquinona pode ser sulfonada por aquecimento a 200°C com ácido sulfúrico concentrado. Por fusão com hidróxido de sódio seguido de oxidação com ar ou com perclorato de sódio pode sintetizar-se a alizarina. A partir de 1871 a alizarina passou a ser um dos corantes artificiais com maior produção industrial e foi disponibilizada comercialmente, tendo desaparecido a procura do produto natural. Estas modificações, aliás como muitas outras na revolução industrial, levaram a grandes alterações agrícolas porque muitos produtos de que até então era fortemente incentivada a sua produção, passaram a não ter nenhum consumo.

#### Protocolo Experimental

##### Procedimento:

Dissolver 1g de clorato de potássio e 3g do sal de sódio da antraquinona-2-sulfonato e 10g de hidróxido de sódio em 30 ml de água. Aquecer num sistema fechado a 200°C durante 20 horas.

- 1- Deixar arrefecer e extrair o produto de cor violeta com três porções de 25 mL de água à temperatura de ebulição.
- 2- Acidificar com ácido clorídrico (controlar o pH com papel indicador)
- 3- Depois de arrefecer filtrar o precipitado laranja de alizarina. Lavar com água fria e secar na estufa a 100°C.
- 4- Pesar o sólido obtido e determinar o rendimento da reacção
- 5- Purificar o composto por sublimação.

