



ESTUDO DO PROCESSO DE FUNCIONALIZAÇÃO DE DIFERENTES MATERIAIS TÊXTEIS COM BIOPOLIELETRÓLITO NATURAL

Igor Luís F. Santos⁽¹⁾; Felipe M. F. Galvão⁽²⁾; José Heriberto O. Nascimento⁽³⁾; Fernando R. Oliveira⁽⁴⁾; Késia K. de O. S. Silva⁽⁵⁾

⁽¹⁾ Estudante; Universidade Federal do Rio Grande do Norte; Natal, Rio Grande do Norte; igorluissantos@gmail.com;

⁽²⁾ Estudante; Universidade Federal do Rio Grande do Norte; Natal, Rio Grande do Norte; felipefmfg@gmail.com;

⁽³⁾ Professor; Universidade Federal do Rio Grande do Norte; Natal, Rio Grande do Norte; heriberoliver@hotmail.com;

⁽⁴⁾ Professor; Universidade Federal do Rio Grande do Norte; Natal, Rio Grande do Norte; fernandomoc@hotmail.com;

⁽⁵⁾ Professor; Universidade Federal do Rio Grande do Norte; Natal, Rio Grande do Norte; kesiasouto@hotmail.com;

Resumo

Este trabalho tem como objetivo o estudo da eficiência do método de modificação superficial para melhoria da adsorção de corantes ácidos em diferentes materiais fibrosos tais como: Polietileno Tereftalato (PET), Mistura 75% Algodão + 25% Poliéster (COPET), Algodão (alvejado e cru), Poliamida (PA) e Poliacido láctico (PLA), usando como biopolieletrólito a quitosana. Todas as amostras foram submetidas a lavagem com detergente não iônico, funcionalizadas com biopolieletrólito (quitosana), tingidas e secas. A análise da cationização nos tecidos foi feita através do espectrofotômetro de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e as coordenadas colorimétricas e força colorística com a utilização do Espectrofotômetro de Reflectância. Os resultados mostraram que todas as fibras com quitosana apresentaram uma maior força colorística quando comparadas com as mesmas sem funcionalização, com ganho percentual de 36,3% para o PLA, 62,8% para o PET, 89,0% para COPET, 78,4% para o Algodão alvejado, 66,7% para o Algodão cru e 5,6% para a fibra de Poliamida.

Palavras-chave: Funcionalização. Biopolieletrólito natural. Tingimento.

Área Temática: Tecnologia Têxtil.

PROCESS STUDY OF FUNCTIONALIZATION OF DIFFERENT TEXTILES MATERIALS WITH NATURAL BIOPOLIELETRÓLITO

Abstract

This work aims to study the efficiency of surface modification method to improve the dye adsorption of Acids dyes in different fibrous materials, such as, polyethylene terephthalate (PET), 75% Cotton + 25% Polyamide (COPET), Cotton (bleached and raw), Polyamide (PA) and polylactic acid (PLA) using chitosan as biopolielectrolyte. All samples were subjected to washing with non-ionic detergent, functionalization with biopolielectrolyte (Chitosan), dyeing and drying. The cationization process in the fabrics was analyzed by Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) and the colorimetric coordinates and color strength (K/S) using the reflectance spectrophotometer. Results showed that all fibers with chitosan obtained a higher color strength when compared to the same samples without



functionalization, with a percentage gain of 36.3% for PLA, 62.8% for PET, 89.0% for COPET, 78.4% for bleached Cotton, 66.7% for raw cotton and 5.6% for Polyamide fiber.

Key words: *Functionalization. Natural biopolielectrolyte. Dyeing..*

1. Introdução

O setor têxtil é um dos principais causadores de problemas relacionados à contaminação ambiental, em decorrência, principalmente, dos processos de preparação e tingimento, os quais utilizam uma elevada quantidade de água, produtos químicos, corantes dentre outros, gerando um grande volume de efluentes, além disso, trata-se de processos que necessitam de grande consumo energético (KUNZ, 2002; ÖKTEM, 2003).

Com intuito de minimizar a contaminação do meio ambiente, muitas técnicas têm sido criadas com o objetivo de tratar ou mesmo reutilizar o efluente gerado pelos processos químicos. No entanto, verifica-se também uma grande necessidade de desenvolvimento de tecnologias que utilizem menos água e reagentes químicos durante a realização dos processos de preparação e tingimento. (ÖKTEM, 2003).

Nessa perspectiva, a funcionalização de fibras têxteis com diferentes materiais tem sido objeto de inúmeras pesquisas para melhorar a adsorção e adesão de corantes, pigmentos, micro e nanocápsulas (SÁ, 2015). Para realização da funcionalização, pode ser utilizado a quitosana, um biopolieletrólito natural com forte poder de cationização em materiais celulósicos e que proporciona a este substrato excelentes propriedades antimicrobianas. (BOTA; RATIU, 2008).

Frente ao exposto, este trabalho pretende estudar o processo de funcionalização de diferentes materiais têxteis com biopolieletrólito natural com o objetivo de verificar a eficiência do método de modificação superficial para melhoria da adsorção de corantes ácidos e outros agentes aniônicos, em diferentes tipos de fibras, buscando processos mais rápidos, com menor consumo energético, e que gere produtos diferenciados e sólidos.

2. Materiais e métodos.

2.1 Materiais

Os materiais usados neste estudo foram: malha Jersey 100% PLA gramatura 86 g/m², tecido tafetá de PET gramatura 50 g/m², malha Jersey 100% algodão alvejado com gramatura 82 g/m², malha Jersey 100% algodão cru com gramatura 84g/m², malha 75% algodão e 25% PET alvejado com



gramatura 148,6 g/m² e malha Jersey 100% PA com gramatura 70 g/m². Para o processo de cationização e tingimento foram utilizados respectivamente o biopolieletrólito quitosana da empresa SelachiiInd.com.ImpE.Exp.Ltda (Fortaleza-CE) e Corante Coomassie Brilliant Blue G-250 (figura 1). Os demais reagentes usados neste trabalho estão listados no quadro 1.



Figura 1. Moléculas da Quitosana (esquerda) e corante Coomassie Brilliant Blue G-250.

Quadro 1. Reagentes utilizados no procedimento experimental.

3.

Reagentes	Fórmula	Fornecedor	Pureza(%)
Hidróxido de sódio	NaOH	PQuimios	99,0%
Peróxido de Hidrogênio	H ₂ O ₂	Vetec	30,0%
Estabilizador de peróxido	-	Roglyr CN	-
Detergente/Umectante	-	Colloclarin AMC	-
Sequestrante/Dispersante	-	Securon 540	-

2.2 Métodos

O procedimento laboratorial para o início da caracterização e funcionalização dos substratos foi dividido em quatro processos: separação, preparação através de alvejamento ou lavagem com detergente (dt) não iônico, funcionalização com biopolieletrólito e tingimento. Na primeira etapa foram separadas duas amostras de cada substrato com massa de 1 grama. Para as amostras de algodão e algodão+poliéster verificou-se a necessidade de realizar um processo de alvejamento oxidativo, o qual foi feito com os seguintes parâmetros: 20 ml/L de peróxido de hidrogênio, 3g/L de estabilizador de peróxido, 12g/L de hidróxido de sódio, 3g/L de detergente Umectante e 3g/L de Sequestrante. Para as demais amostras, fez-se uma lavagem simples com detergente não iônico com concentração 2g/L. Prosseguiu-se, com as funcionalizações das amostras com uma concentração de 2% spm de quitosana.



Por fim, todas as amostras com e sem funcionalização foram submetidas ao processo de tingimento no equipamento ALT-I-B da Mathis com o corante ácido *Coomassie Blue*, utilizando o método de Bradford (1976). Os parâmetros utilizados nos processos de lavagem, funcionalização e tingimento são mostrados no Quadro 2.

Quadro 2. Parâmetros de lavagem, funcionalização e tingimento.

Parâmetros	Lavagem (dt não iônico)	Funcionalização Quitosana	Tingimento
Temperatura	60°C	70°C	70°C
Tempo	30 min	60min	60min
Gradiente	2°C/min	2°C/min	2°C/min
Concentração	2g/L	2% spm	0,75g/L
pH	-	4 – 5	5

Após os procedimentos supracitados, as amostras foram armazenadas e secas à temperatura ambiente (27°C), para, então, ser realizada a análise química com a utilização do espectrofotômetro de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) da marca Shimadzu e das coordenadas colorimétricas e força colorística (K/S) através do espectrofotômetro de reflectância da marca Minolta CM-2600D. Os testes de solidez à lavagem foram realizados de acordo com a Norma ISO 105 C06 – N° C1S - Solidez do tingimento às lavagens domésticas e Industriais. Foi realizado um ciclo de lavagem e as coordenadas colorimétricas medidas após o ciclo.

3. Análise de resultados

A figura 2 apresenta os resultados obtidos pela análise de FTIR das amostras de Algodão, Poliéster e PLA antes e após a funcionalização com quitosana. Através da análise dos gráficos verificam-se picos característicos de cada uma das fibras analisadas. Observam-se ainda dois importantes picos de bandas característicos da quitosana: banda amida I associada ao estiramento C=O, 3341,20 cm⁻¹ (SÁ, 2015); e uma deformação axial assimétrica de C-O-C, na banda 1143,30 cm⁻¹ (SILVERSTEIN; WEBSTER; KIEMLE, 2007).

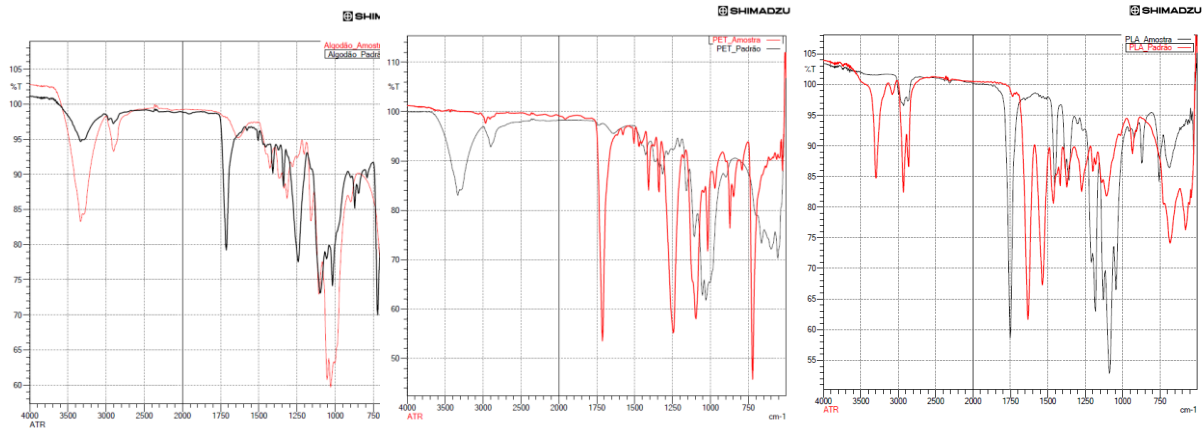


Figura 2 – Bandas das fibras de Algodão, PET e PLA antes e após funcionalização.

Após o processo de cationização as amostras foram tingidas e submetidas à análise colorimétrica. Os resultados obtidos para a força colorística e coordenadas colorimétricas e diferença de cor antes e após os testes de solidez à lavagem pode ser observado na figura 3 e tabela 3 respectivamente.

Verifica-se que para a fibra de PLA houve um aumento de 36,37% em força colorística para a amostra de previamente cationizada quando comparada com a amostra sem tratamento. Já a fibra de PET apresentou um aumento de 62,82% para a amostra com quitosana. Para o substrato composto pela mistura de 75% de algodão e 25% de Poliéster observou-se um acréscimo de 89,08% a favor das fibras cationizadas. O tecido de algodão apresentou um aumento de K/S de 78,47% para a amostra cationizada comparativamente com amostra não cationizada. Por fim a amostra de tecido de algodão em seu estado cru teve um aumento de 66,71% na sua força colorística para a amostra funcionalizada com biopolieletrólito.

A Figura 4 ilustra as amostras dos tecidos após o tingimento, sem tratamento e cationizadas. Visualmente verifica-se que a amostra cationizada, Figura 4 (direita), manteve um maior percentual de corante, o que evidencia que a funcionalização realizada, criou sítios ativos na superfície do tecido, propiciando a adsorção do corante aniônico *Comassie Blue* às fibras.

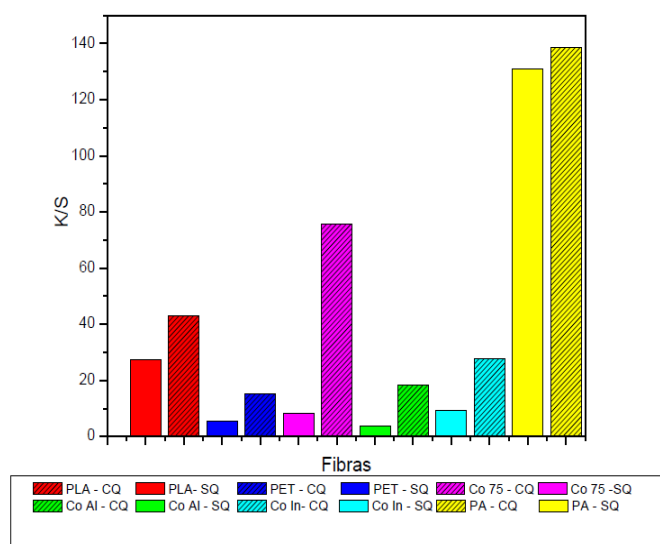
Os resultados das coordenadas L* (luminosidade) com valores inferiores, e a* (amarelo/azul) sempre mais negativos (+azuis), para todas as amostras previamente funcionalizadas com quitosana,



corroboram com os valores de força colorística obtidos para as fibras estudadas, o que evidencia uma maior adsorção do corante *Coomassie Blue*.

Por outro lado, na amostra não tratada, o corante não houve uma boa adsorção na superfície da fibra, exceto para a amostra de poliamida, a qual possui uma boa afinidade com corantes ácidos.

Os corantes ácidos têm caráter aniônico e assim a substantividade com as fibras de PLA, Algodão e PET é praticamente inexistente, conforme se verifica nas amostras sem tratamento. No entanto, verifica-se que os grupos protonados oriundos do polieletrólito adicionado às fibras estudadas possibilita a interação, provavelmente iônica, com o corante *Coomassie Blue* utilizado.



FIBRAS		K/S	K/S (%)
PLA	SQ	27,3178	36,3786
	CQ	42,9381	
PET	SQ	5,6267	62,8237
	CQ	15,1352	
Co 75%	SQ	8,2704	89,086
	CQ	75,7778	
Co 100% Alv	SQ	3,9255	78,4744
	CQ	18,2364	
Co 100% In	SQ	9,2886	66,7128
	CQ	27,9044	
Poliamida	SQ	130,8455	5,6745
	CQ	138,717	

$$K/S(\%) = \frac{Kf - Ki}{Kf}$$

Figura 3. Gráfico e tabela dos substratos tingidos com (CQ) e sem (SQ) a funcionalização com quitosana, K_f (sendo K/S cationizado) e K_i (sendo K/S da amostra sem biopolieletrólito).

A figura 4 mostra a diferença qualitativa de cor entre as amostras sem a presença de quitosana (esquerda) e amostras previamente funcionalizadas (direita). Verifica-se um tingimento uniforme e cores mais escuras para as amostras previamente funcionalizadas com quitosana para todas as fibras estudadas.



Figura 4 – Amostras tingidas com corante *coomassie blue* antes e após serem cationizadas (esquerda para direita: Poliamida, COPET, PLA, CO cru, CO alvejado, PET).

Após o processo de tingimento foi também realizada uma análise quantitativa da solidez à lavagem com a utilização de um espectrofotômetro. O quadro 3 mostra os resultados obtidos para as coordenadas colorimétricas antes após o processo de lavagem realizado a temperatura 60°C e com a utilização de 10 esferas. Este processo bastante agressivo de lavagem e atrito foi realizado propositamente com o intuito de averiguar as forças das interações/ligações existentes entre o biopolieletrólito e as fibras estudadas.

Os resultados mostraram que apesar de ainda estarem com resultados de Luminosidade inferiores (mais escuras) as amostras cationizadas perderam de forma considerável grande parte do corante adsorvido. Os melhores resultados obtidos foram observados para o tecido de 100% Algodão Alvejado e 75% Algodão + 25 % PET, o que pode ser explicado pela melhor interação existente entre a fibra de algodão (celulósica) e o biopolieletrólito (quitosana), conforme relatado na literatura (KIM ET. AL, 2016; ČAKARA ET. AL, 2009).



Quadro 3. Valores das coordenadas colorimétricas L*, a*, b*.

	Amostras	L*	a*	b*
Tingimento	PLA	61,6453	-10,866	-24,417
	PLA – Cationizado	56,1236	-11,311	-30,415
	PET	83,8447	1,4878	-20,465
	PET – Cationizado	71,353	-3,17	-34,9
	PA	43,7321	-8,3203	-40,226
	PA – Cationizado	43,377	-8,2156	-41,032
	Co 75%	75,6341	-9,9559	-14,003
	Co 75% - Cationizado	47,1349	-3,7518	-35,605
	Co 100% Alvejado	82,0337	-5,22	-7,4095
	Co 100% Alvejado – Cationizado	66,6223	-7,3938	-20,171
	Co 100% Inatura	74,6421	-9,9242	-19,537
	Co 100% Inatura – Cationizado	61,1788	-8,7534	-29,098
Lavagem	PLA	72,2837	-8,8265	-20,805
	PLA – Cationizado	72,3986	-9,8512	-19,292
	PET	91,0549	4,8626	-13,791
	PET – Cationizado	89,4605	3,0203	-13,4
	PA	44,4657	-9,6819	-39,574
	PA – Cationizado	45,1474	-9,9171	-40,336
	Co 75%	84,994	-6,3671	-11,979
	Co 75% - Cationizado	75,9766	-9,1826	-17,63
	Co 100% Alvejado	91,6474	-1,7385	0,1194
	Co 100% Alvejado – Cationizado	81,3942	-4,6518	-20,497
	Co 100% Cru	81,6388	-6,041	-25,306
	Co 100% Cru – Cationizado	87,5483	-4,7149	-1,7603



4. Conclusão

Concluiu-se que o método de funcionalização com biopolieletrólito natural apresentou uma melhora na adsorção do corante ácido *coomassie blue* para todas as fibras estudadas após serem funcionalizadas com quitosana, conforme se verifica pelos valores de força colorística, luminosidade e coordenada a* obtidos.

Foi verificada a presença de bandas características da quitosana através do estudo realizado com a técnica de FTIR, o que comprova que o biopolieletrólito se encontrava na superfície das fibras. O tingimento uniforme obtido mostra que o processo de cationização ocorreu de forma satisfatória na superfícies dos substratos.

Apesar da excelente adsorção do corante à fibra cationizada com quitosana, verificou-se que a solidez à lavagem não foi satisfatória, principalmente para as fibras de Poliéster e PLA. Este fato deve-se ao processo agressivo a que as fibras foram submetidas durante a lavagem e também a baixa interação existente entre a quitosana e as fibras supracitadas. Contudo, para as fibras que possuem algodão em sua composição observou-se um grande potencial, uma vez que é possível realizar um tingimento sem a utilização de quaisquer tipos de auxiliares (sal e álcali) e, para as misturas Algodão/Poliéster, observa-se a possibilidade de realizar um processo de tingimento único com a utilização de apenas uma classe de corante, reduzindo tempo de processamento, custo energético e gerando uma menor carga de efluente para o meio ambiente.

5. Referências

BOTA, S.; RATIU, M. Eco-textiles. In: **Annals of The International Scientific Symposium Innovative Solutions for Sustainable Development of Textiles Industry**. Faculty of Textiles and Leatherwork, University of Oradea, Romania. 2008. p. 424-427.

BRADFORD, M. M. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. **Analytical biochemistry**, v. 72, n. 1, p. 248-254, 1976.

ČAKARA, Duško et al. Protonation behavior of cotton fabric with irreversibly adsorbed chitosan: a potentiometric titration study. **Carbohydrate polymers**, v. 78, n. 1, p. 36-40, 2009.



KIM, S. ; NAKAMATSU, JAVIER ; Murtura, D. ; F. OLIVEIRA . Formation, antimicrobial activity, and controlled release from cottonfibers with deposited functional polymers. **Journal of Applied Polymer Science (Print)**, v. 133, p. 43054-43064, 2016.

KUNZ, A. et al. Novas tendências no tratamento de efluentes têxteis. **Química nova**, v. 25, n. 1, p. 78-82, 2002.

ÖKTEM, T. Surface treatment of cotton fabrics with chitosan. **Coloration Technology**, v. 119, n. 4, p. 241-246, 2003.

SÁ, C. S. **Desenvolvimento de um material têxtil termossensível com micro/nanocápsulas imobilizadas em fibras regeneradas**. Natal: UFRN, 2015.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. Identificação espectrométrica de compostos orgânicos. In: **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. Ltc, 2007.

ZOLLINGER, H. **Color chemistry: syntheses, properties, and applications of organic dyes and pigments**. John Wiley & Sons, 2003.