

ANNE VELLOSO SARMENTO GOMES

**AÇÃO ANTIMICROBIANA EM TECIDOS MODIFICADOS
COM NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO PARA O
DESENVOLVIMENTO DE TÊXTEIS TÉCNICOS**

Belo Horizonte

2021

ANNE VELLOSO SARMENTO GOMES

**AÇÃO ANTIMICROBIANA EM TECIDOS MODIFICADOS
COM NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO PARA O
DESENVOLVIMENTO DE TÊXTEIS TÉCNICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em *Design* da Universidade do Estado de Minas Gerais como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Design.

Linha de pesquisa: Tecnologia, materiais e ergonomia.

Orientador: Prof. Dr. Edson José Carpintero Rezende – UEMG.

Coorientador: Prof. Dr. Marcelo Machado Viana – UFMG.

Belo Horizonte

2021

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

G633a Gomes, Anne Velloso Sarmiento.

Ação antimicrobiana em tecidos modificados com nanopartículas de óxido de zinco para o desenvolvimento de têxteis técnicos [manuscrito] / Anne Velloso Sarmiento Gomes. -- 2021.

88f., enc.: il.

Dissertação (mestrado) – Universidade do Estado de Minas Gerais. Programa de Pós-graduação em Design, 2021

Orientador: Edson José Carpintero Rezende.

Coorientador: Marcelo Machado Viana.

Bibliografia: f. 78-87.

1. Algodão. 2. Indústria têxtil. 3. Tecidos. 4. Nanopartículas.
5. Óxido de zinco. I. Rezende, Edson José Carpintero. II. Viana, Marcelo Machado. III..Universidade do Estado de Minas Gerais. Programa de Pós-graduação em Design. IV. Título.

CDU – 391

AÇÃO ANTIMICROBIANA EM TECIDOS MODIFICADOS COM NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO PARA O DESENVOLVIMENTO DE TÊXTEIS TÉCNICOS.

Autora: Anne Velloso Sarmiento Gomes

Esta dissertação foi julgada e aprovada em sua forma final para a obtenção do título de Mestre em Design no Programa de Pós-Graduação em Design da Universidade do Estado de Minas Gerais.

Belo Horizonte, 30 de junho de 2021.



Rita A. C. Ribeiro
Coordenadora Mestrado e Doutorado
MASP 1231056-1
ESCOLA DE DESIGN - UEMG

Prof^a. Rita Aparecida da Conceição Ribeiro, Dra.
Coordenadora do PPGD

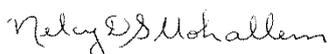
BANCA EXAMINADORA



Prof. Edson José Carpintero Rezende, Dr.
Orientador
Universidade do Estado de Minas Gerais

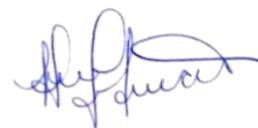


Prof. Marcelo Machado Viana, Dr.
Coorientador
Universidade Federal de Minas Gerais



Profa. Nelcy Della Santana Mohallem, Dra.

Universidade Federal de Minas Gerais



Profa. Heloisa Nazaré dos Santos, Dra.

Universidade do Estado de Minas Gerais



Profa. Rosemary do Bom Conselho Sales, Dra.

Universidade do Estado de Minas Gerais

Ao Paulinho por todo amor,
durante este árduo processo!

AGRADECIMENTOS

Ao longo da vida vivemos múltiplas experiências com a participação de diversas pessoas e são essas experiências que nos constituem de forma pessoal e profissional. Agradeço, assim, a cada um que contribuiu no meu crescimento pessoal e profissional para a realização deste trabalho, que teve seu estágio embrionário na graduação em Design de Moda, se desenvolveu durante o curso de Química e agora nasce ao longo do mestrado em Design.

Agradeço ao meu marido Paulinho por todo apoio e amor durante esta jornada. Agradeço à minha família sempre presente, em especial, às minhas mães, porque a vida me presenteou com muitas. Agradeço à Solange, minha mãe biológica, pela presença e doçura ao longo desta jornada. Agradeço às minhas mães de coração vovó Dalcyria, tia Delcy e tia Vê. Agradeço aos meus pais de coração, tio Men e tio Renzo. Agradeço à minha belle-mère Dalila. Aos meus irmãos de coração, Jaime, Cristina, Flávio, Marcos e Giovani. Aos meus queridos tios: tia Silvânia e tio Sá. Aos meus primos Diogo, Gabi e Niel. Aos meus amados sogros Lena e Zezinho. À melhor cunhada do mundo, Binha.

Agradeço aos meus professores que me mostraram a beleza do conhecimento, em especial: Ney, Éder, Tereza, Rosângela, Lucienir, Luiza, Nelcy, Amary, Regina, Rose e Raquel.

Agradeço à professora Dra. Eliane Ayres pela orientação durante grande parte deste trabalho. Ao professor Dr. Marcelo Machado Viana pela coorientação e delicadeza em seus apontamentos. Agradeço ao professor Dr. Edson José Carpintero Rezende pela orientação e generosidade na conclusão deste processo.

Agradeço à professora Dra. Caroline Salvan Pagnan pelos ensinamentos durante a qualificação. Agradeço à banca examinadora constituída pelas professoras: Dra. Grasiely Faria de Sousa, Dra. Heloisa Nazaré dos Santos, Dra. Maria Regina Álvares Correia Dias, Dra. Nelcy Della Santina Mohallem e Dra. Rosemary Bom Conselho Sales pelos apontamentos para o enriquecimento deste trabalho.

Agradeço ao CDE, da UEMG, pela infraestrutura e material cedido. À Elisa, Luísa Monteiro e Gabrielle Lana pelas parcerias ao longo do mestrado. À Liliane e Daniele pela generosidade no ensinamento de técnicas de preparo e avaliação de materiais.

Agradeço ao Grupo GAIAH, da UFMG, pela infraestrutura e material cedido e parceria ao longo do processo. Em especial, às minhas amigas pesquisadoras Juliana Neves e Sthefany Zaida, pelo auxílio durante a realização de experimentos.

À Faculdade de Saúde e Humanidades Ibituruna (FASI) pela infraestrutura cedida para a realização dos experimentos microbiológicos, bem como à Flávia Fagundes, coordenadora do laboratório de microbiologia, pelo intermédio junto à FASI. À minha amiga Luana, que foi a biomédica responsável pelos ensaios com microrganismos, pela generosidade e parceria na realização dos estudos microbiológicos, tão fundamentais para a conclusão deste trabalho. Agradeço imensamente à Jaciara Fonseca, Poliana Batista e Marilene Gonçalves, técnicas que estiveram junto à Luana, auxiliando durante todo o percurso.

Agradeço aos meus amigos: Júlia Assis, Luiz Fernando, Ju Neves, Ju Franco, Sthefany, Marielle, Amanda, Luísa Viau, Aline, Michele, Sabrina, Áurea e Cristiane que contribuíram de forma direta neste trabalho com seus ensinamentos, apontamentos e apoio constante.

Aos meus queridos amigos físicos sempre tão presente ao longo da minha história acadêmica: Egleidson, Natália e Vitória.

Agradeço à Gislene pelos múltiplos treinamentos para as minhas realizações de busca de artigos fundamentais no portal da Capes e nos bancos de dados presentes nele.

Agradeço à Lud, Thayrinne, Wallace, Raquel e Érika por terem cuidado da minha mente e do meu corpo ao longo deste processo.

Agradeço à coordenação: professora Dra. Rita, Rodrigo e Janaína pelo apoio durante todo este processo.

Por fim agradeço à UEMG, à UFMG, à Capes e ao CNPq por fomentarem esta pesquisa.

Estou entre aqueles que acham que a
ciência tem uma grande beleza.
(Marie Curie)

RESUMO

Os tecidos são usados pelo homem desde os primórdios da humanidade, tendo como principal finalidade o recobrimento dos corpos humanos. Contudo, hoje essa não é mais a sua única função. Os artigos têxteis são utilizados e pesquisados por diversas áreas do conhecimento que vão desde o design de moda até a medicina. Um ramo de pesquisa importante, tanto no desenvolvimento, quanto no estudo das aplicações do tecido na área do design de moda, é a tecnologia têxtil. O presente trabalho, o qual se baseia na interdisciplinaridade do design, unindo conhecimentos da tecnologia têxtil e da química, visou à produção, caracterização e aplicação de um acabamento terciário antimicrobiano em tecidos de algodão comerciais, com tramas diferentes (do tafetá e da sarja), por meio da utilização de nanopartículas de óxido de zinco (ZnO). As nanopartículas de ZnO foram sintetizadas por um método de precipitação de fácil reprodutibilidade. A morfologia e estrutura do ZnO foram caracterizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de raios-X (DRX). Constatou-se que o material produzido está na fase wurtzita (hexagonal), sendo essa conhecida por apresentar ação antimicrobiana e proteção UV, com tamanho de cristalito de (9 ± 1) nm. Contudo, são necessários estudos futuros para averiguar se, de fato, o ZnO sintetizado encontra-se em escala nano. O ZnO sintetizado foi, então, impregnado nos tecidos, que foram posteriormente caracterizados por MEV. Além disso, foram investigados os efeitos na ação antimicrobiana, com testes de difusão em ágar. Constatou-se que o ZnO sintetizado apresenta ação antibacteriana frente a *Escherichia coli* (ATCC 35218) e ao *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923). Concluiu-se, por meio dos resultados obtidos, que é possível que o tecido de tafetá apresente maior efeito antibacteriano em comparação com o tecido de sarja.

Palavras-chave: Tecidos. Algodão. Óxido de Zinco. Nanopartículas. Ação antimicrobiana.

ABSTRACT

*Fabrics have been used by men since the dawn of mankind, with the main purpose of covering human bodies. However, today, this is not its only function anymore. Textile articles are used and researched by several areas of knowledge, ranging from fashion design to medicine. An important branch of research, both in development and in the study of fabric applications in the field of fashion design, is textile technology. The present work, which is based on the interdisciplinarity of design, combining knowledge of textile technology and chemistry, aimed at the production, characterization and application of an antimicrobial tertiary finish on commercial cotton fabrics, with different weave structures (from taffeta and twill), through the use of zinc oxide (ZnO) nanoparticles. The ZnO nanoparticles were synthesized using a precipitation method that is easy to reproduce. The morphology and structure of ZnO were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD). It was found that the material produced is in the wurtzite (hexagonal) phase, which is known to have antimicrobial action and UV protection, with a crystallite size of (9 ± 1) nm. However, further studies are needed to determine if, indeed, the synthesized ZnO could be found at the nanoscale. The synthesized ZnO was then impregnated in the fabrics and they were characterized by SEM. In addition, the effects on antimicrobial action were investigated, using agar diffusion tests. It was found that the nanoparticles have antibacterial action against *Escherichia coli* (ATCC 35218) and *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923). It is concluded, through the results obtained, that it is possible that the taffeta fabric has a greater antibacterial effect in comparison with the twill fabric.*

Key-words: *Fabrics. Cotton. Zinc oxide. Nanoparticles. Antimicrobial action.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Três categorias dos tecidos.....	26
Figura 2 – Não tecido constituído de fibras mistas (naturais e sintéticas).....	27
Figura 3 – Estrutura dos tecidos do tipo malha.	28
Figura 4 – Tecido plano de armação tafetá.	29
Figura 5 – Armação tafetá estruturas: a) rapport; b) fios no tecido plano.	30
Figura 6 – Exemplos da armação sarja: a) diagonal em Z; b) diagonal em S.....	31
Figura 7 – Exemplos de cetim: a) leve; b) pesado.....	32
Figura 8 – Visão geral da rota têxtil.	32
Figura 9- Organograma com as etapas do procedimento experimental.	45
Figura 10 – Esquema geral das rotas de síntese.	47
Figura 11 – Limpeza dos tecidos: a) purga dos tecidos; b) secagem ao ar das amostras de tecido.	50
Figura 12 – Limpeza das amostras de tecidos: a) lavagem em máquina	51
Figura 13 – a) sonicação da solução de nanopartículas de ZnO para impregnação do tecido e b) secagem das amostras de tecido impregnadas com a solução de nanopartículas de ZnO.....	52
Figura 14 – dimensões das amostras produzidas: a) amostras destinadas aos testes antimicrobianos; b) amostras destinadas ao cálculo da massa impregnada.	53
Figura 15 – Instrumentação utilizada no preparo dos meios de cultura e preparo de amostras: a) autoclave vertical; b) capela de fluxo lamelar.	56
Figura 16 – Meios de cultura preparados com ágar Müller-Hinton em placas de Petri.	57
Figura 17 – Meios de cultura: a) <i>Cled</i> com <i>S. aureus</i> ; b) <i>MacConkey</i> com <i>E. coli</i>	57
Figure 18 – Etapa de semeadura nas placas: a) <i>swab</i> estéril na solução; b) o <i>swab</i> foi utilizado para semear as bactérias.	58
Figure 19 – Poços contendo 3000 µg de ZnO : a) com <i>E. coli</i> ; b) com <i>S. aureus</i>	59
Figura 20 – Esquema geral dos testes antimicrobianos realizados.	59
Figura 21 – Visão geral das condições experimentais para as amostras de tecido. .	60
Figura 22 – Amostras de tecido circulares com 6 mm de diâmetro.	61
Figura 23 – Esquema geral dos testes antimicrobianos realizados nos tecidos.	61

Figura 24 - Difratoograma das nanopartículas de ZnO sintetizadas com os índices de Miller indexados.	63
Figura 25 – Nanopartículas de ZnO: a) amostra ZnO5; b) amostra ZnO6.	66
Figura 26 – Nanopartículas ZnO6 tamanho aproximado 0,79 µm.	67
Figura 27 – Nanopartículas ZnO6 tamanho aproximado 1,06µm.	67
Figura 28 –Micrografia de varredura eletrônica obtida por elétrons retroespalhados, sob tensão de 15 kv dos tecidos: a) tafetá sem nanopartículas com magnificação de 40 vezes; b) sarja sem nanopartículas com magnificação de 35 vezes.	68
Figura 29 – Tecidos: a) tafetá com nanopartículas; b) sarja com nanopartículas.	68
Figura 30 – Resultado dos testes realizados com <i>Escherichia coli</i> : a) colonias isoladas espalhadas pela placa;b) colonias isoladas na borda.....	70
Figura 31 – Resultado dos testes realizados com <i>Staphylococcus aureus</i> : a) halo com (27 ± 6) mm; b) halo com (33 ± 6) mm.	70
Figura 32 – Vista dos resultados 5 das 12 placas em que foram realizados	71
Figura 33 – Vista dos resultados 4 das 12 placas em que foram realizados	72
Figura 34 – Vista dos resultados 7 das 12 placas em que foram realizados	72
Figure 35 – Resultado dos testes realizados com <i>S. aureus</i> : a) sarja pura;	73
Figure 36 – Resultado dos testes realizados com <i>S. aureus</i> : a) tafetá puro;	74

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Amostras, código, rota e massa.....	62
TABELA 2 – Parâmetros da amostra Zn01.	64
TABELA 3 – Parâmetros da amostra Zn03.	65
TABELA 4 – Parâmetros da amostra Zn05.	65
TABELA 5 – Parâmetros da amostra Zn06.	65

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Protocolos para testes para comparação antimicrobiana em artigos têxteis.	43
Quadro 2 – Reagentes utilizados nas sínteses e tratamentos do tecido.	46
Quadro 3 – Resumo sobre o método de preparo, os microrganismos testados e a metodologia utilizada na impregnação das nanopartículas de ZnO em tecidos de algodão.	54

LISTA DE ABREVIATURAS

CDE	Centro Design Empresa
DRX	Difração de raios X
FASI	Faculdade de Saúde e Humanidades Ibituruna
GAI AH	Grupo de Materiais Avançados e Híbridos
ICB	Instituto de Ciências Biológicas
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
UEMG	Universidade do Estado de Minas Gerais
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
UFOP	Universidade Federal de Ouro Preto
UV	Ultravioleta
ZnO	Óxido de zinco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	OBJETIVO GERAL	20
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	21
2.1	HISTÓRIA DOS TECIDOS	21
2.2	DESIGN DE MODA E A TECNOLOGIA TÊXTIL	23
2.3	COMO OS FIOS SÃO TRAMADOS: ARMAÇÕES FUNDAMENTAIS PARA TECIDOS PLANOS.....	25
2.3.1	Armação tafetá	29
2.3.2	Armação sarja	30
2.3.3	Armação cetim.....	31
2.4	ACABAMENTOS TÊXTEIS: UMA VISÃO GERAL.....	32
2.4.1	Têxteis técnicos	34
2.4.2	Têxteis antimicrobianos	36
2.4.3	Nanopartículas de óxido de zinco aplicadas a tecidos	37
2.5	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	40
2.5.1	Difração de raios X (DRX)	40
2.5.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	41
2.5.3	Teste de ação antimicrobiana em tecidos.....	42
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	45
3.1	DESENHO DO ESTUDO.....	45
3.2	MATERIAIS	46
3.3	MÉTODOS	47
3.3.1	Síntese das nanopartículas de óxido de zinco (ZnO).....	47
3.3.2	Limpeza dos tecidos para o preparo de amostras para o MEV	49
3.3.3	Limpeza dos tecidos para o preparo de amostras para os testes antimicrobianos e para o cálculo da massa impregnada.....	50
3.3.4	Impregnação das nanopartículas de ZnO nos tecidos de algodão para o preparo de amostras para o MEV	51

3.3.5	Impregnação das nanopartículas de ZnO nos tecidos de algodão para os testes antimicrobianos e para o cálculo da massa impregnada	52
3.3.6	Caracterização das nanopartículas de ZnO produzidas por meio de difração de raios X (DRX)	55
3.3.7	Caracterização morfológica das nanopartículas de ZnO e dos tecidos por meio de microscopia eletrônica de varredura.....	55
3.3.8	Testes de ação antimicrobiana nas nanopartículas de ZnO	55
3.3.9	Testes de ação antimicrobiana nos tecidos com nanopartículas de ZnO.....	59
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	62
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS PRODUZIDAS POR MEIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	62
4.2	CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DAS NANOPARTÍCULAS DE ZNO E DOS TECIDOS POR MEIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	65
4.3	TESTES DE AÇÃO ANTIMICROBIANA NAS NANOPARTÍCULAS DE ZnO	69
4.4	TESTES DE AÇÃO ANTIMICROBIANA NOS TECIDOS COM NANOPARTÍCULAS DE ZnO	71
5	CONCLUSÕES	76
	REFERÊNCIAS	78

1 INTRODUÇÃO

A necessidade das pessoas cobrirem os seus corpos é muito antiga. Os primeiros recobrimentos – ou roupas – foram confeccionados por homens pré-históricos, com a utilização de peles e coberturas vegetais já existentes na natureza (LAVER, 2010). Hoje, a utilização de têxteis vai além do cobrimento de corpos humanos. Embora essa seja uma finalidade de grande destaque, uma vez que os tecidos acompanham as pessoas desde o nascimento até o final de seus dias, a utilização de artigos têxteis abrange, atualmente, inúmeras áreas do saber, pois são utilizados não só na moda, mas também na engenharia, arquitetura e medicina. Sua aplicação também é diversa, como: roupas, sapatos, roupas de cama, cortinas, mobília, no interior de trens, recobrimento de paredes, confecção de curativos, entre outras (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; PEZZOLO, 2013). A escolha de um tecido para uma determinada atividade leva em consideração um conjunto de fatores presentes nele, tais como: fibra ou-fibras utilizadas, tipo de fio escolhido, e maneira como os fios foram dispostos na formação do tecido. Quando se trata de tecidos planos, é importante saber qual das armações fundamentais foi escolhida, bem como, os fatores relacionados ao custo de produção. Todas estas são características importantes na escolha de um artigo têxtil (SENAI, 2015c).

Com o intuito de melhorar a versatilidade desses artigos, bem como aperfeiçoar finalidades já conhecidas, a nanotecnologia vem sendo utilizada. No caso de produtos de vestuário, o desenvolvimento de técnicas de imobilização de nanoestruturas têm recebido cada vez mais atenção, tanto em pesquisas de cunho acadêmico, quanto por parte da indústria (PERELSHEIN *et al.*, 2008). Os nanomateriais podem ser aplicados na rota têxtil em qualquer um de seus processos, tanto nos acabamentos primários, no caso das fibras químicas, quanto nos acabamentos secundários e terciários, sendo assim, abrangente a todos os tipos de fibras (naturais ou químicas) (FECZKÓ, 2013; GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016; LI; SUN, 2007). Um exemplo de sua aplicação nos acabamentos primários é a utilização de nanopartículas de argila dispersas em matriz polimérica a fim de melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de inflamabilidade (NOROUZI; ZARE; KIANY; 2015). Nas etapas de coloração (acabamentos secundários), os nanomateriais podem ser utilizados tanto na pasta de impressão, a fim de produzir efeitos fotocromicos (como é o caso das nanopartículas do compósito de etilcelulose/espirooxazina) (FECZKÓ, 2013), quanto

podem ser utilizados no tingimento como corante. Um exemplo é o uso de nanopartículas de negro de fumo (LI; SUN, 2007). Por fim, nas etapas finais (acabamentos terciários), diversos tipos de nanomateriais são utilizados na área têxtil. Alguns exemplos são: a prata como agente antibacteriano (DURÁN *et al.*, 2007); óxido de cobre para degradação de corante e como agente antibacteriano (VASANTHARAJ *et al.*; 2019); óxido de zinco para auto-limpeza, proteção UV e como agente antibacteriano (ÇAKIR *et al.*, 2012); sílica para o desenvolvimento de têxteis superoleofóbicos e superhidrofóbicos (PEREIRA *et al.*, 2011); e dióxido de titânio como acabamento antimicrobiano (PERELSHTEIN *et al.*, 2012).

Segundo Santos, Rezende e Araújo (2014), um ramo de grande atuação do *design* é a área da saúde, uma vez que são encontradas nela diversas demandas, bem como potencial para o desenvolvimento de um “*design*” específico, atendendo sobretudo requisições relacionadas ao vestuário. Sabe-se que os tecidos utilizados na área médica, independente do seu grau de sujidade e o contato que tiveram com os microrganismos presentes neste ambiente, são sempre considerados contaminados com bactérias patogênicas e, dessa forma, submetidos a procedimentos padrões de higienização (lavanderia hospitalar), seja por meio de métodos químicos ou físicos. Contudo, a lavanderia não protege o usuário que manipula os tecidos ou o profissional da saúde quando está em contato com fluidos que contém bactérias (D’ÁGUA, 2015; MARQUES; ARAÚJO; BRANCO, 2011). Nesse sentido, o óxido de zinco vem sendo estudado, pois, dentre outras características, apresenta baixa toxicidade em células humanas, sendo considerado um agente antimicrobiano seguro (PORTO *et al.*, 2017; SINGH *et al.*, 2021). Há diversos estudos na literatura utilizando esse material, que têm como algumas de suas principais aplicações: produção de filtros para limpeza e descontaminação de efluentes líquidos, produção de curativos com ação bactericida, ação-antibacteriana em têxteis e embalagens de alimentos, confecção de artigos com proteção UV (de têxteis a cosméticos), além de ser utilizado na confecção de células solares e também têxteis hidrofóbicos e tecidos autolimpantes (D’ÁGUA, 2015; MAIA *et al.*, 2016; PORTO *et al.*, 2017; SIRELKHATIM *et al.*, 2015).

No presente trabalho, tem-se como objetivo principal a aplicação de um acabamento terciário bactericida por meio da utilização de nanopartículas de óxido de zinco em tecidos comerciais 100% algodão, tramados em duas armações

fundamentais distintas: sarja e tafetá. A verificação do comportamento das nanopartículas em tecidos tramados de maneira diferente é um ponto importante nesta investigação, que já foi observado na literatura por Timothy e Pragasam (2018) no que tange à proteção UV desse nanomaterial, mas não foram encontrados estudos que correlacionam a mudança das armações à atividade antimicrobiana de nanopartículas de ZnO. O óxido de zinco não é o único material em escala nano utilizado com a finalidade bactericida em substratos têxteis. Sabe-se que no ramo de nanomateriais, os materiais à base de prata apresentam um grande destaque. Entretanto, justifica-se sua utilização devido à crescente preocupação ambiental, pois as nanopartículas de óxido de zinco têm se destacado em relação aos materiais produzidos com prata, por apresentarem baixa ou pouca toxicidade no meio ambiente (D'ÁGUA, 2015, PORTO *et al.*, 2017; SINGH *et al.*, 2021). Além disso, a utilização de artigos têxteis como forma de proteção ganhou destaque devido ao surto emergente da COVID-19. A utilização de máscaras de tecido não cirúrgicas pela população fez-se necessária graças ao seu potencial preventivo, além de contribuir na redução de máscaras hospitalares por parte da população, deixando essas como prioridade aos profissionais da saúde (LIMA *et al.*, 2020; ORTELAN *et al.*, 2021). Dessa forma, a utilização massiva de artigos têxteis como equipamento de proteção individual (EPI) tem se destacado.

Como metodologia desta investigação, foram sintetizadas nanopartículas de óxido de zinco por três rotas diferentes, com a finalidade de se escolher os melhores resultados (associados ao tamanho de partícula, facilidade de reprodução e pureza dos produtos), para serem aplicadas a dois tipos de tecidos de algodão comerciais (um com armação sarja e outro tafetá). Após a etapa de síntese, as nanopartículas foram caracterizadas por meio das técnicas de difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi parte da metodologia também a limpeza e impregnação das nanopartículas produzidas nos tecidos, além da sua caracterização morfológica por meio de MEV. Na etapa final da metodologia, os têxteis e as nanopartículas foram testados qualitativamente, utilizando metodologias de difusão em ágar, frente a duas cepas de bactérias comuns ao meio hospitalar: *Escherichia coli* (ATCC 35218) e *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923).

Por fim, o trabalho foi organizado com um total de cinco capítulos. O capítulo 1 abarcou esta introdução, os objetivos gerais e os específicos. No capítulo 2, foi

realizada uma vasta revisão da literatura, contendo tanto conteúdos relacionados à tecnologia têxtil e à história dos tecidos, quanto à descrição de forma mais detalhada das técnicas de caracterização, sendo essa última parte importante para o entendimento de um público do *design* muitas vezes pouco familiarizado com as técnicas de caracterização de materiais, próprias de áreas como a química e a engenharia de materiais. O capítulo 3 tratou de maneira detalhada das metodologias empregadas neste estudo. No penúltimo capítulo, foram apresentados e discutidos os resultados encontrados. Por último, o capítulo 5 consistiu nas conclusões deste trabalho.

1.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a influência da ação antimicrobiana dos tecidos comerciais 100% algodão, com variação das armações têxteis (tafetá e sarja), tratados com nanopartículas de óxido de zinco.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

São objetivos específicos deste trabalho:

- Sintetizar as nanopartículas de óxido de zinco (ZnO), utilizando o método de precipitação;
- Caracterizar as nanopartículas sintetizadas quanto à sua morfologia e estrutura, por meio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX);
- Impregnar as nanopartículas de ZnO nos tecidos de algodão;
- Caracterizar a morfologia dos tecidos puros e após impregnados com ZnO, por meio de MEV;
- Verificar a ação antimicrobiana das nanopartículas de ZnO por meio da adaptação do método de difusão em ágar utilizando cepas de *Escherichia coli* (ATCC 35218) e *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923);

- Verificar a influência das armações utilizadas na ação bactericida dos tecidos por meio do método de difusão em ágar utilizando cepas de *Escherichia coli* (ATCC 35218) e *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923).

2 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo, serão tratados os temas de maior relevância para a construção do presente trabalho, no que tange aos aspectos teóricos e práticos. O levantamento bibliográfico realizado foi estruturado com base nos seguintes temas: design de moda, tecnologia têxtil, armações têxteis, nanopartículas, óxido de zinco, ação antimicrobiana e caracterizações.

2.1 HISTÓRIA DOS TECIDOS

Os tecidos há muito fazem parte da história da humanidade. Seus primeiros indícios datam de mais de 24 mil anos. A tecelagem teve, assim, seu início com os homens das cavernas e continua evoluindo até os dias atuais. Alguns passos antecederam a feitura desses artigos, entre eles a experimentação da criação de tramas e texturas manuais utilizando fibras, a fim de se criarem cestos (PEZZOLO, 2013). Chataignier (2012), assim como Pezzolo (2013), atribuíram o nascimento da cestaria como sendo o primeiro passo para a tecelagem. Em contrapartida, para Laver (2010), a tecelagem teve sua origem na feltragem, técnica produzida por meio da união mecânica de fibras animais por povos ancestrais aos mongóis na Ásia. As fibras (pelos ou lãs) penteadas e molhadas eram colocadas sob uma esteira que, após enrolada, sofria compactação por meio de batidas.

Os primeiros artigos têxteis surgiram com a necessidade de proteção. Segundo Pezzolo (2013), a arte de tramar veio com a observação e imitação das tramas de folhas e galhos oferecidos pela natureza, que serviam de abrigo para o homem das cavernas. Chataignier (2012) vai além e disserta sobre a utilização de substâncias naturais não só com a finalidade de proteger o corpo contra as intempéries do tempo, mas também como forma de proporcionar sensações de conforto e prazer.

Os primeiros materiais utilizados na produção de tecidos eram oriundos da natureza – tanto as fibras quanto os materiais utilizados na coloração. As matérias-primas variavam de acordo com a região. Tem-se assim, o linho no Egito, a lã na

Suíça e Escandinávia, o algodão na Índia e a seda na China (CHATAIGNIER, 2012; PEZZOLO, 2013). O mesmo pode-se atribuir aos corantes e mordentes naturais¹, ou seja, a produção têxtil dependia tanto da oferta local como da tecnologia disponível, de forma que a descoberta e conquista de novos territórios fomentou o intercâmbio de diversas matérias-primas, (LIMA, 2010; PEZZOLO, 2013).

A utilização de corantes naturais começou nos primórdios da humanidade. No entanto, sua grande utilização na coloração de tecidos ocorreu no Renascimento (PEZZOLO, 2013, SCHIOZER; BARATA, 2007). Schiozer e Barata (2007) destacam que eles são encontrados tanto nos vegetais (estando presentes em partes como folhas, frutos e flores), como em outros organismos como animais, bactérias e fungos. Segundo Oliveira (2011), a relação entre a geografia e a cultura de povos produtores de têxteis associava-se de forma direta aos artigos produzidos, sendo, assim, ícones de épocas e lugares, pois muitas vezes seus nomes carregam a geografia de sua origem ou de sua difusão, bem como o percurso até uma determinada região. A dificuldade devido à demora nos processos de produção, bem como o conhecimento demandado para sua confecção, que abarcava uma série de processos (da produção/extração da fibra à tecelagem), fizeram dos tecidos por muito tempo, até à Revolução Industrial, artigos de luxo que passavam de geração em geração (CHATAIGNIER, 2012).

O período da Revolução Industrial proporcionou diversas invenções que impulsionaram a indústria têxtil. Os tecidos, antes produzidos por métodos artesanais e em baixa escala, passaram, nesse período, a serem confeccionados de formas cada vez mais aceleradas (PEZZOLO, 2013). Esse foi um período de grande importância para a moda (LIMA, 2010). A primeira mecanização foi em 1733, quando a lançadeira volante de John Kay foi concebida. Por meio dela, foi possível a produção de tecidos mais largos, tendo-se em vista que ela permitia aos tecelões tecerem em larguras maiores que a de seus braços (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; PEZZOLO, 2013). Depois dela, outras invenções surgiram, a fim de suprir a demanda de fios (PEZZOLO,

¹ Mordentes são os agentes químicos utilizados para fixar a cor. São usados quando o próprio corante não promove ligações químicas diretamente com a fibra, ou fibras, que se está tingindo.

2013), mas o grande salto na produção têxtil foi realizado em 1785, por Edmund Cartwright, com a criação do tear mecânico (CHATAIGNIER, 2012; PEZZOLO, 2013).

Outra demanda oriunda da produção têxtil em larga escala foi o surgimento de corantes sintéticos em 1856, com a malveína² (PEZZOLO, 2013; SALEM, 2010). Embora essa descoberta, de Willian Henry Perkin, tenha sido um acaso, ela causou uma queda nos corantes oriundos de fontes naturais, uma vez que eles eram caros, muitos não apresentavam boa permanência (solidez) e tinham baixa reprodutibilidade técnica (ISENMANN, 2013; SCHIOZER; BARATA, 2007). Trinta e três anos após a descoberta de Perkin, foi produzida por Hilarie de Chardonnet a primeira “seda artificial”, que, ao contrário da seda natural (fibra proteica de origem animal), era constituída por nitrocelulose (ALCÂNTARA; DALTIM, 1996; SALEM, 2010). Esse foi apenas um dos passos na criação de filamentos de celulose modificada, culminando, mais tarde, no desenvolvimento de fibras como a viscose e o acetato de celulose (NADI *et al.*, 2018). Os avanços nas pesquisas com têxteis foram muitos desde então, mas a primeira fibra têxtil sintética só foi produzida em 1935, por Carothers na Dupont. – As fibras sintéticas são oriundas de polímeros sintetizados a partir de moléculas derivadas do petróleo (GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016; NADI *et al.*, 2018).

Os avanços que começaram nas técnicas de tecelagem e passaram pelas técnicas de tingimento, hoje, além de englobá-las, abrangem também os acabamentos. Com o surgimento de materiais com biocompatibilidade, materiais com novas funcionalidades (ação bactericida, proteção solar, ou retardamento de chamas) são apresentados em micro e nano escalas (GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016; NADI *et al.*, 2018).

2.2 DESIGN DE MODA E A TECNOLOGIA TÊXTEL

O tecido é um substrato extremamente importante na produção de roupas, uma vez que sua escolha irá influenciar diretamente nas características do produto de

² Malveína foi o primeiro corante sintético a ser produzido. Sua descoberta ocorreu enquanto Willian Henry Perkin tentava sintetizar a quinina (remédio eficaz, na época, contra malária), mas o experimento fracassou e durante a investigação produziu uma solução de cor púrpura que manchou o seu jaleco. A macha resultante, desse experimento, era resistente à lavagem e à luz. Perkin considerou, assim, a utilização comercial, para o tingimento têxtil, do corante ocasionalmente criado.

moda; por isso cabe aos estilistas e aos designers de moda seu conhecimento profundo (MORELLI; SOUZA, 2010). Nesse contexto, vale ressaltar a importância do designer enquanto facilitador do processo de desenvolvimento e inovação de produtos, uma vez que sua atividade é integrativa, pois arranja conhecimento de múltiplos campos e disciplinas em convergência a um resultado específico. É importante tanto a percepção das necessidades do usuário, quanto a compreensão global (sistêmica) dos processos e impactos envolvidos na produção de um artefato (KRUCKEN, 2008).

Segundo Udale (2009), a função do substrato têxtil se relaciona de forma direta às suas propriedades e seu conhecimento é importante antes mesmo da realização do desenho. Portanto, se faz necessário o conhecimento prévio de características estéticas como cor, estampa, caimento, bem como aquelas descritas como protetoras contra água (hidrofobia) e transferência de calor (isolamento térmico), por exemplo. Chatagnier (2012) ressalta que o reconhecimento das formas de construção dos tecidos é importante na produção de sentido, ou seja, as fibras utilizadas, os tipos de fios, bem como suas características mecânicas (flexibilidade ou rigidez, resistência ou fragilidade), físicas (maciez ou aspereza, lisura ou rugosidade, transparência ou opacidade) e químicas geram percepções sensoriais (acolhedor ou distanciador), térmicas e de conforto no corpo do usuário. Além disso, a percepção do usuário está relacionada também com o olhar do outro (meio social) por meio de, geralmente, parâmetros como luminosidade e movimento.

Nesse contexto, podem-se destacar as funções da roupa. Uma de suas primeiras atribuições é a de proteção do corpo contra as intempéries, contudo existem outros fatores relacionados à escolha e à utilização de uma vestimenta, como: pudor, espiritualidade, afeto, simbolismo, distinção social, modernidade, individualidade, desejo, expressão de ideologias, forma de visibilidade, sedução, dentre outras (CHATAGNIER, 2012; LIMA, 2010; MILLER, 2013). Miller (2013), ao falar em sua obra sobre o sari – vestimenta utilizada pelos indianos –, disserta sobre a multiplicidade de aplicações que extrapolam as funções gerais atribuídas a uma peça de vestuário (proteção, status, estética, etc.), uma vez que ele pode ser utilizado como cobertura, para limpar os filhos, manusear utensílios de cozinha, além das construções social e afetiva que o permeiam. As roupas, embora estejam na superfície do ser, revelam ao outro a individualidade:

O conceito de pessoa, a percepção do eu e a experiência de ser um indivíduo são radicalmente diferentes em tempos diferentes e em lugares diversos, e parcialmente em relação às disparidades de indumentária. Em cada caso, descobrimos que o vestuário desempenha papel considerável e atuante na construção da experiência particular do eu, na determinação do que é o eu (MILLER, 2013, p. 62).

Em relação aos fatores objetivos, é importante pensar o tecido para a roupa em sua totalidade, para que sua escolha esteja de acordo com a função. Dessa forma, torna-se necessário analisar uma combinação de fatores que partem da seleção de matérias-primas e chegam aos acabamentos finais. – Alguns exemplos são: possuir resistência a manchas e acabamentos que facilitem o ato de lavar (JONES, 2005). Contudo, a usabilidade está relacionada não só às características inerentes ao tecido de maneira isolada, mas também à relação delas com a forma final da roupa. A modelagem do vestuário é um agente importante e seu projeto deve levar em consideração fatores ergonômicos, como: a antropometria do usuário, facilidade de uso, manuseio, segurança, conforto e vestibilidade (SILVEIRA, 2008).

A construção da roupa enquanto produto é fruto, assim, de operações complexas. Compete ao designer transitar tanto em suas dimensões técnica e operativa, como semântica (KRUCKEN, 2008), uma vez que as roupas, além de serem itens de proteção, requerendo, assim, adequações às condições ambientais, também se relacionam de forma direta a questões simbólicas e revelam muito sobre a sociedade e a história dos indivíduos que as vestem.

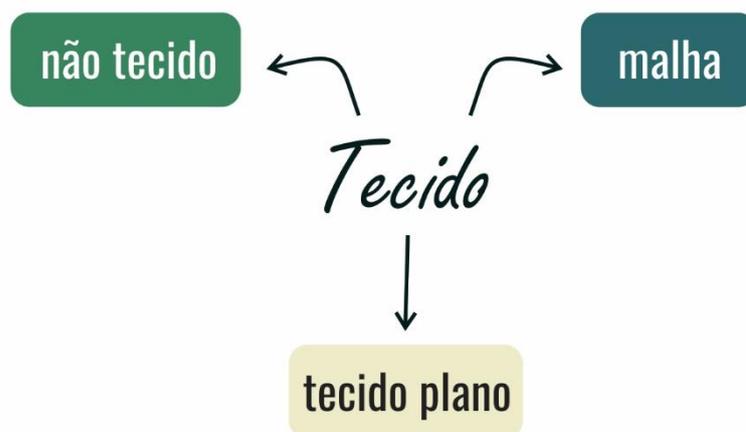
2.3 COMO OS FIOS SÃO TRAMADOS: ARMAÇÕES FUNDAMENTAIS PARA TECIDOS PLANOS

Embora as fibras sejam o ponto de partida na construção dos tecidos, a confecção deles envolve uma série de etapas que podem ser organizadas, de maneira geral, da seguinte forma: seleção da fibra ou das fibras, produção dos fios, tessitura dos fios a fim de formar os tecidos, acabamentos primários, secundários e terciários (GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016; PEZZOLO, 2013). As escolhas realizadas nessas etapas irão influenciar nas características do produto final e, portanto, é importante que se tenha uma visão, mesmo que geral, desses processos (SENAI, 2015c). Embora as etapas anteriores à tessitura sejam importantes em sua

construção, o tecido propriamente dito inicia-se quando os fios são tramados, ou com a junção das fibras (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014).

As etapas de construção dos tecidos são abordadas ou entendidas de maneira diferente dependendo do autor. Segundo Senai (2015d), classificam-se os tecidos em duas categorias: tecidos planos e malhas. Contudo, autores como Amorim e Dias (2017), Lobo, Limeira e Marques (2014) e Pezzolo (2013) dividem a etapa de construção de artigos têxteis em três categorias: os não tecidos, as malhas e os tecidos planos. No trabalho de Chataignier (2012), essas categorias são avolumadas, ou seja, somam-se às três descritas anteriormente mais duas: a malharia de urdume e os tecidos especiais – porém, ambas são desdobramentos das três citadas anteriormente. Dessa forma, quando se estuda tecnologia têxtil, faz-se importante uma visão geral das três grandes categorias que são abordadas pela maioria dos autores (FIGURA 1).

Figura 1 – Três categorias dos tecidos.

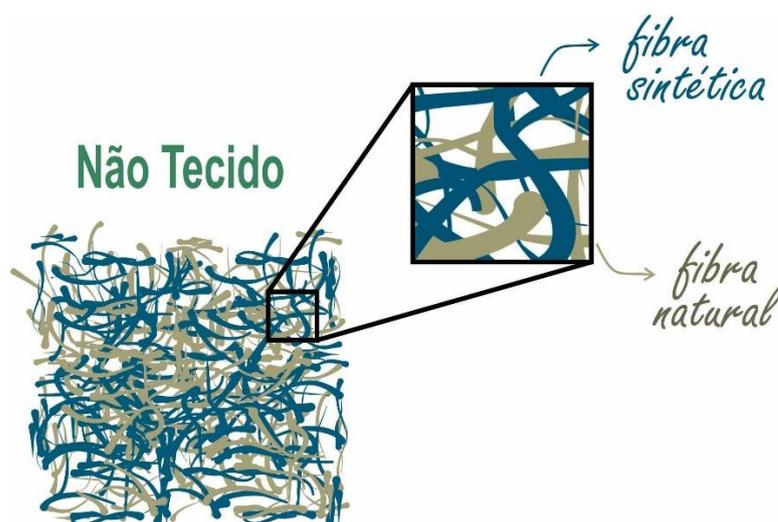


Fonte: Autoria própria, 2019.

O não tecido é disposto de forma plana, apresenta flexibilidade, e é composto por uma manta ou véu tanto de fibras (FIGURA 2), quanto de filamentos, que podem estar organizados ou não (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). Além disso, as fibras presentes nele podem ser unidas tanto de forma física (térmica) ou mecânica (fricção), quanto de forma química (adesão) (AMORIM; DIAS, 2017; LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). Seu nome é atribuído ao fato deste não ser tecido, ou seja, ele não tem origem em fios que são tramados por meio da utilização de um tear (CHATAIGNIER, 2012; LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). Pezzolo (2013) destaca

duas categorias de não tecidos: os produzidos por entrelaçamentos de fibras e os confeccionados pela ação de adesivos na fusão das fibras. Na primeira, agentes mecânicos são responsáveis pela adesão das fibras por meio de emaranhamento. Na segunda, as fibras se unem pela ação de processos químicos. Além disso, no que tange à padronização dos tecidos para serem classificados em não tecidos, no Brasil, há a norma técnica ABNT NBR 13370:2017.

Figura 2 – Não tecido constituído de fibras mistas (naturais e sintéticas).

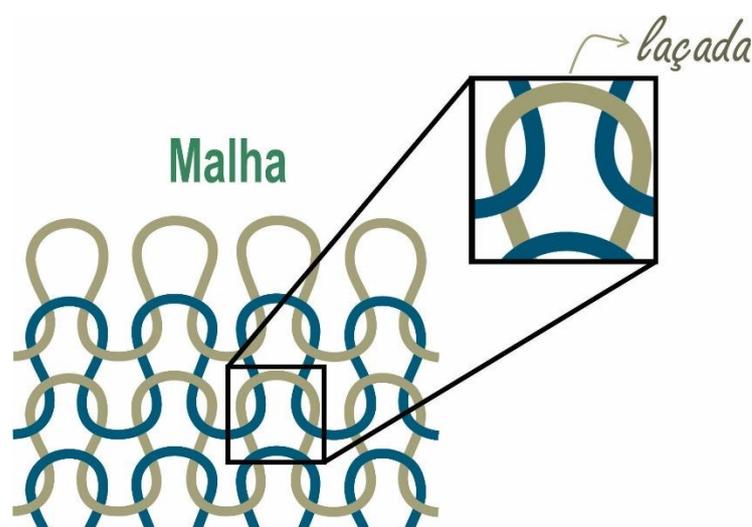


Fonte: Autoria própria, 2019.

A malha é constituída pelo cruzamento de um ou mais fios, sendo o primeiro caso denominado de tecimento trama, e o segundo de tecimento urdume (PEZZOLO, 2013; SENAI, 2015d). Diferentemente de outras padronagens, na malha os fios não se ligam em um ponto fixo, mas a junção se faz por meio da união de laçadas (FIGURA 3). Nesse sentido, as agulhas atuam como parte primordial do processo, pois são elas que interligam as laçadas (SENAI, 2015b; SENAI, 2015d). A padronagem flexível das malhas faz com que os tecidos confeccionados com elas apresentem as seguintes características: propriedades elásticas (elasticidade e flexibilidade), maior porosidade, estabilidade dimensional baixa (no caso de tecidos produzidos com fibras naturais) e média (quando fibras sintéticas são utilizadas na produção) (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). Atribui-se, assim, à sua instabilidade dimensional, o fato delas deformarem com facilidade quando submetidas a tensões, contudo essa instabilidade proporciona maior fluidez e faz com que elas tenham grande aceitação na produção de artigos que ficam junto à pele – meias, roupas íntimas, roupas de banho, dentre

outras (AMORIM; DIAS, 2017; SENAI, 2015d). Quanto à sua classificação, o tecido de malha subdivide-se em três categorias: malhas de trama, malhas de urdume e malhas mistas. A primeira confere menos estabilidade dimensional ao tecido, enquanto nas demais o tecido formado é mais estável (firme) (PEZZOLO, 2013). Assim como no caso dos não tecidos, há uma norma brasileira que descreve, de forma técnica, a malha (NBR 13175:1994).

Figura 3 – Estrutura dos tecidos do tipo malha.

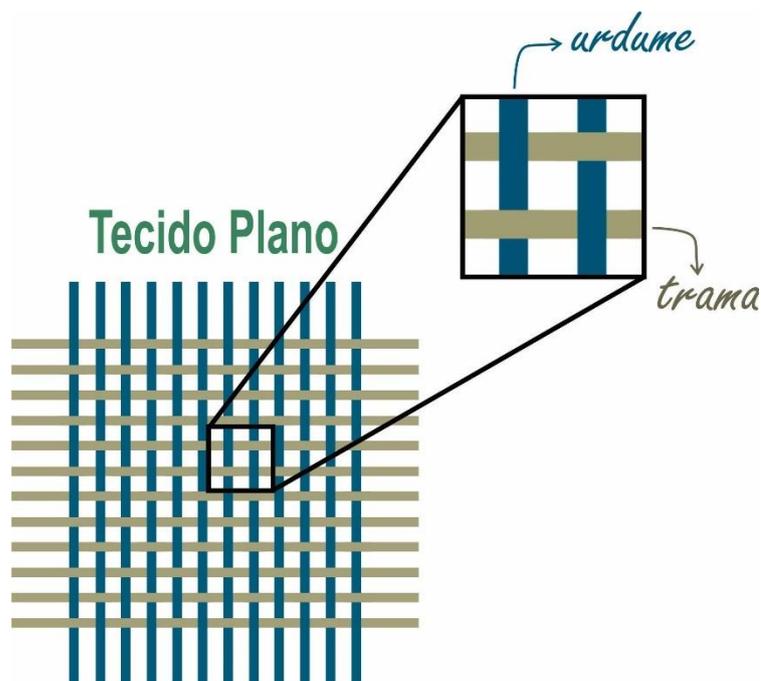


Fonte: Autoria própria, 2019.

Por fim, para que um tecido seja classificado como plano, ele deve apresentar dois grupos de fios que devem estar dispostos perpendicularmente, com fios orientados na vertical e na horizontal (PEZZOLO, 2013) (FIGURA 4). Os primeiros são os responsáveis pelo comprimento do tecido e não têm tamanho definido; além disso, são eles que sofrem as maiores tensões durante o processo de confecção de um artigo têxtil, sendo conhecidos como fios do urdume. Os demais fios, dispostos na horizontal, ao contrário dos fios do urdume, têm o tamanho definido pela barra do tear e são chamados de fios da trama. Esse tipo de armação possui as seguintes características: baixa elasticidade – exceto quando cortado no sentido diagonal (viés) (EMÍDIO, 2018) –, elevada estabilidade dimensional, maior uniformidade de disposição dos fios e maior cobertura (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; SENAI, 2015d). Devido à sua organização de fios e rigidez na forma, ele é versátil e é aplicado tanto em tecidos com baixa densidade superficial (finos), quanto em tecidos com alta densidade superficial (pesados) (SENAI, 2015d). Algumas características são

importantes na especificação de tecidos planos, como: a fibra utilizada, a maneira como os fios foram tramados (ligamento/entrelaçamento), a quantidade de fios por centímetro quadrado e a densidade superficial (massa por metro quadrado) (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). Quanto à classificação, tecidos planos subdividem-se em três grupos (ligamentos), de acordo com a forma da trama: tafetá, sarja e cetim (PEZZOLO, 2013). Além disso, assim como os demais artigos têxteis, os tecidos planos possuem uma descrição técnica de acordo com a norma NBR13378: 2006.

Figura 4 – Tecido plano de armação tafetá.



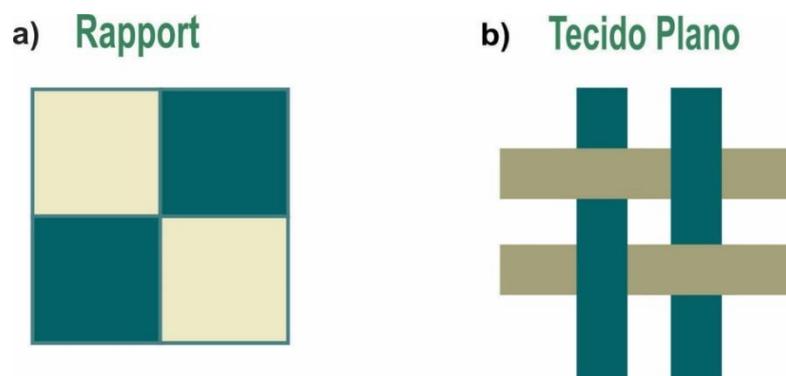
Fonte: Autoria própria, 2019.

2.3.1 Armação tafetá

Dentre as armações de tecido plano, a armação tafetá, também conhecida como tela, é a mais antiga e elementar (CHATAIGNIER, 2012; PEZZOLO, 2013). Os fios são tramados formando um padrão de xadrez (FIGURA 5). Tanto o direito, quanto o avesso apresentam uma distribuição igualitária de fios do urdume (fios do comprimento do tecido) e da trama (fios da largura do tecido), ou seja, 50% de um e 50% do outro (GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016; LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; SENAI, 2015d). Dessa forma, não possui um lado avesso ou direito que seja determinado por essa construção de fios – é um ligamento equilibrado –, contudo,

esses sentidos serão determinados caso o tecido receba um acabamento especial em um dos lados, como, por exemplo, aplicação de estampas ou resinas (SENAI, 2015d).

Figura 5 – Armação tafetá estruturas: a) rapport; b) fios no tecido plano.



Fonte: Autoria própria, 2019.

Dentre os padrões de tecidos planos, o tafetá é representado pelo menor *rapport*³, esse esquematiza de forma reduzida a quantidade de fios de urdume e trama necessários para representar uma armação (ligamento) (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014). É uma armação com múltiplas aplicações, ou seja, aplica-se tanto a tecidos finos, como a tecidos pesados (SENAI, 2015d).

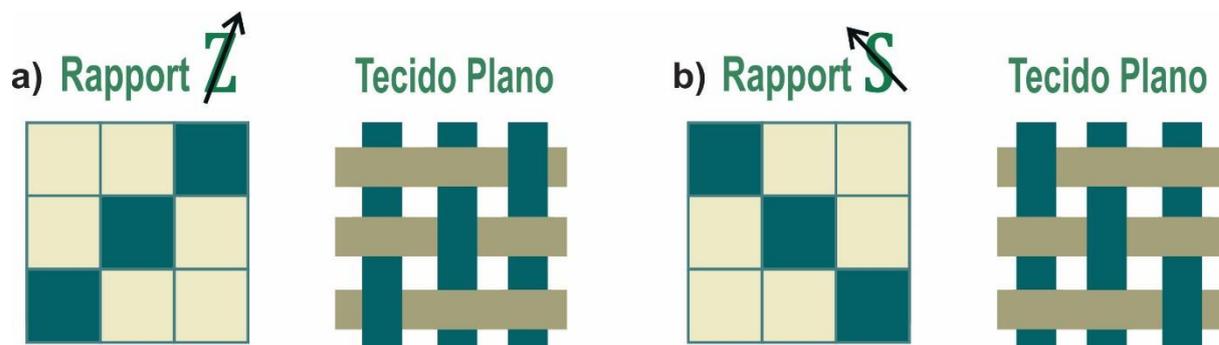
2.3.2 Armação sarja

A armação sarja apresenta como característica marcante linhas diagonais, também descritas como sendo frisos ou canaletas, que evidenciam a construção deste ligamento (CHATAIGNIER, 2012; PEZZOLO, 2013). Em relação à construção dessas linhas, não há um sentido único, ou seja, podem estar tanto para a direita (da direita para esquerda – Z), quanto para a esquerda (da esquerda para a direita – S) (ANDRADE; BORELLI; GIACOMINI, 2014; SENAI, 2015d) (FIGURA 6). Os tecidos de sarja, em comparação com os construídos com a armação tafetá, apresentam maior densidade superficial; além disso, são, geralmente, fortes e resistentes (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; SENAI, 2015d; UDALE, 2009). Devido a essa característica, esses tecidos aplicam-se principalmente na confecção de calças e

³ Rapport é o desenho onde se representa os ligamentos dos tecidos planos com a forma mais resumida.

capas. Dentre os artigos que apresentam esta construção está o jeans, um dos tecidos mais utilizados na moda (CHATAIGNIER, 2012).

Figura 6 – Exemplos da armação sarja: a) diagonal em Z; b) diagonal em S.

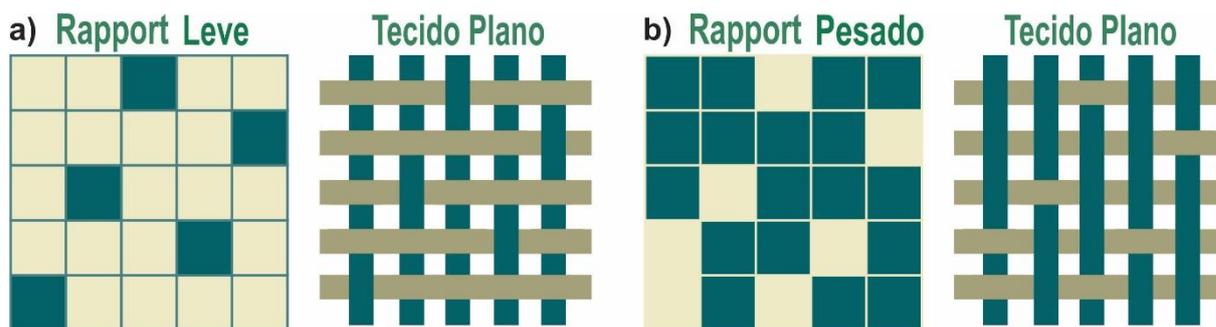


Fonte: Autoria própria, 2019.

2.3.3 Armação cetim

O cetim é um tipo de armação que confere um brilho característico ao tecido independentemente da fibra que o constitui. Esse atributo é resultado do maior desprendimento dos fios, ou seja, a forma como os pontos de ligação estão dispostos nessa armação permite uma maior flutuação dos fios, geralmente, do urdume (CHATAIGNIER, 2012; GROSICKI, 2004). Além disso, os tecidos confeccionados dessa forma são lisos, macios, deslizam com facilidade (escorregadios) e apresentam baixa resistência à costura (CHATAIGNIER, 2012; GROSICKI, 2004). O cetim pode ser classificado em leve (predominância de fios do urdume passando por baixo dos fios da trama), ou pesado (predominância de urdume passando por cima dos fios da trama), bem como em regular ou irregular, dependendo da existência ou não de um padrão (SENAI, 2015d) (FIGURA 7). Possui dois lados, sendo o direito caracterizado como brilhante, e o avesso como fosco (PEZZOLO, 2013). São aplicados comumente em forros, gravatas, roupas finas (trajes de gala) e em tecidos decorativos (CHATAIGNIER, 2012; LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; UDALE, 2009).

Figura 7 – Exemplos de cetim: a) leve; b) pesado.



Fonte: Adaptado de Senai, 2015d, p.83.

2.4 ACABAMENTOS TÊXTEIS: UMA VISÃO GERAL

Após as etapas de escolha da fibra, fiação e tecelagem, os tecidos passam por outros processos que são importantes tanto para a melhoria de características visuais, quanto de propriedades táteis ou funcionais (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; UDALE, 2009). Esses processos são identificados como beneficiamentos e são subdivididos em três tipos: primários, secundários e terciários (FIGURA 8). Os primários são aqueles que antecedem a coloração (tingimento e/ou estamparia), os secundários consistem nas etapas de coloração e os terciários são aqueles realizados pós-coloração (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; SENAI, 2015d). Assim, os beneficiamentos têm início no pré-tratamento e fim nos acabamentos (CHATAIGNIER, 2012). A durabilidade dos beneficiamentos varia, podendo deteriorar após um período menor ou igual à vida útil do tecido (UDALE, 2009).

Figura 8 – Visão geral da rota têxtil.



Fonte: Autoria própria, 2019.

Como exemplos de acabamentos primários, têm-se: escovagem, navalhagem, chamuscagem, desengomagem, termofixação, purga, alveamento, mercerização, sanforização e branqueamento óptico. Grande parte deles é aplicada em fibras naturais e tem como finalidade limpar as fibras, clarear, aumentar a hidrofília, melhorar

a estabilidade dimensional, realinhar os fios, remover fios soltos, dentre outras características (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; UDALE, 2009).

Os acabamentos secundários consistem na coloração do tecido e podem ocorrer em mais de um processo, dependendo do efeito desejado. Para a estamparia, podem ser usados diversos métodos, como: pintura à mão, estamparia xilográfica, estêncil, *batik*, serigrafia, estamparia cilíndrica, impressão rotativa, impressão por transferência, estamparia digital, dentre outros (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; PEZZOLO, 2013; UDALE, 2009). No caso do tingimento, a escolha do corante têxtil que será utilizado depende diretamente da fibra que constitui o tecido, pois, para que haja a fixação da cor, é necessário que ocorra afinidade, por meio de interações intra ou intermoleculares, entre o substrato (fibra) e o agente colorante (corante) (GUARATINI; ZANONI, 2000). Não existe um corante universal, ou seja, capaz de tingir todas as fibras, portanto no caso de tecidos mistos – constituídos por mais de uma fibra – pode ser necessário o tingimento com mais de um tipo de corante (ALCÂNTARA; DALTIM, 1996). Há duas classificações mais usuais para os corantes têxteis: a primeira diz respeito à similaridade de grupos presentes em sua estrutura e a segunda está relacionada à forma como o tingimento ocorre (método de fixação na fibra), sendo a última a mais comum dentre as referências que tratam das técnicas têxteis (CARNEIRO; ZANONI, 2016). Alguns exemplos de corantes classificados pela forma de tingimento são: corantes diretos, reativos, ácidos, azoicos, dispersos, à cuba (à tina), sulfurosos, pré-metalizados, mordentes, dentre outros (GUARATINI; ZANONI, 2000; ISENMANN, 2013).

Por fim, os acabamentos terciários englobam diversos processos que têm como principal objetivo melhorar as características físico-químicas do substrato têxtil (tecido) após o recebimento da cor (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014; PEZZOLO, 2013). Acabamentos terciários podem ser de diversas naturezas e objetivos: para aumentar o brilho, aumentar a resistência, conferir estabilidade dimensional, melhorar o toque, diminuir o amarrotamento, agir como antiestático, repelência à água, repelência ao óleo, antichama, antimicrobiano, etc. (ALCÂNTARA; DALTIM, 1996; PEZZOLO, 2013; SENAI, 2015a). Na prática, a aplicação de um determinado acabamento terciário não exclui a aplicação de outro. A natureza dos acabamentos escolhidos vai depender dos resultados pretendidos para o produto final, como, por exemplo, poderão ser aplicadas

nanopartículas de diferentes materiais para ação bactericida se o produto final é um tecido bactericida (GOMES; COSTA; MOHALLEM, 2016).

Embora esses acabamentos, geralmente, sejam aplicados no material têxtil após ser tecido, alguns deles podem e são aplicados também nas fibras e nos fios previamente à tessitura (LOBO; LIMEIRA; MARQUES, 2014).

2.4.1 Têxteis técnicos

Os desenvolvimentos científicos da segunda metade do século XIX, nas áreas de biotecnologia, ciências da computação, micro e nanotecnologia, influenciaram de maneira significativa a produção de têxteis técnicos (GOMES, 2016; NEVES, 2007). Esses artigos têxteis têm como finalidade, principalmente, o atendimento de necessidades bem específicas. Sua confecção visa ao uso final pretendido, bem como suas capacidades ou atividades funcionais. Nesse sentido, características estéticas e decorativas não se encontram em primeiro plano nesses artigos têxteis (CARVALHO, 2004; MCCARTHY, 2016). O desenvolvimento desses materiais é complexo e envolve a convergência de diversos campos como: bioprocessamento, miniaturização, materiais, óptica, dentre outras (GOMES, 2016).

Os têxteis dessa natureza podem apresentar componentes que os funcionalizam em diversas etapas de sua confecção, como: no processamento de suas fibras (extrusão de fibras químicas), na construção dos fios, ou nas fases de acabamento (CARVALHO, 2004; SOUZA; PACHECO, 2016). É importante destacar que um fator visto com grande importância no estudo desses materiais técnicos são as estruturas têxteis (CARVALHO, 2004) – não tecidos, malhas, tecidos planos e outras (dependendo do autor, há uma extensão dessa classificação). Nesses têxteis, como o foco está na capacidade de adaptação de suas funções técnicas, eles apresentam fortes requisitos em relação ao desempenho de suas propriedades, tais como: resistência à tração, estabilidade dimensional, estabilidade térmica, elevada resistência a produtos químicos, durabilidade e, em diversos casos, funções específicas, como possuir biocompatibilidade, retardar chamas, ser hidrofílico ou hidrofóbico (CARVALHO, 2004). Dessa forma, no desenvolvimento de têxteis visando utilizações técnicas, a investigação é um fator importante. Devido às suas múltiplas aplicações, esses materiais possuem atuação abrangente em doze áreas. São elas:

agricultura (*Agrotech*), ecologia (*Oekotech*), geotécnica (*Geotech*), construção (*Buildtech*), transporte (*Mobiltech*), indústria (*Indutech*), embalagem (*Packtech*), medicina (*Medtech*), proteção (*Protech*), vestuário (*Clothech*), esporte (*Sporttech*) e lar (*Homethech*) (CARVALHO, 2004; GOMES, 2016). Essa abrangência justifica-se pelo fato dos têxteis técnicos serem considerados facilitadores em diversos setores industriais por apresentarem as seguintes características: são materiais alternativos, apresentam novas tecnologias, são componentes funcionais e podem ser usados em substituição a materiais tradicionais, por exemplo, materiais cerâmicos ou metálicos (MCCARTHY, 2016).

Os têxteis técnicos se dividem em duas categorias gerais: os que possuem efeitos multifuncionais com comportamento passivo e os que possuem comportamento ativo aos estímulos ambientais, com propriedades mimetizadas da natureza, em alguns casos – também chamados de tecidos inteligentes (GOMES, 2016; SOUZA; PACHECO, 2016). O interesse em ascensão demonstrado pelos usuários pela oferta de artigos multifuncionais, bem como de aplicações inteligentes, impulsionaram num primeiro momento o desenvolvimento e a exploração de fibras que atendessem esses propósitos e se estendessem até a incorporação de sensores (CARVALHO, 2004; MCCARTHY, 2016). Contudo, tanto a classificação geral desses artigos, quanto essa divisão é algo questionável na literatura, uma vez que alguns autores como Souza e Pacheco (2016) e Ferreira, Ferreira e Oliveira (2014) subdividem os tecidos inteligentes em muito ativos, ativos e passivos, enquanto em Gomes (2016) é defendida a hipótese de que os têxteis inteligentes possuem sistemas ativos. Independentemente de uma classificação mais direcionada, se tem como exemplos de têxteis técnicos os seguintes materiais: materiais têxteis termorreguladores, tecidos crômicos (fotocromáticos, termocromáticos, electrocromáticos, piezocromáticos, solvatecromáticos, carsolcromáticos), tecidos fotoluminescentes, tecidos isolantes térmicos, têxteis com memória de forma, tecidos respiráveis (com regulação de permeabilidade), tecidos condutores, tecidos capazes de retardarem chamas, tecidos autolimpantes, tecidos antimicrobianos, cosmetotêxteis, tecidos com proteção UV, têxteis eletrônicos, dentre outros (CARVALHO, 2004; SÁNCHEZ, 2006; SOUZA; PACHECO, 2016).

Por fim, o desenvolvimento desses materiais é feito por meio de técnicas como: microencapsulamento, nanofuncionalização, materiais indutores de atividades, dentre

outras. A incorporação de agentes para a funcionalização pode ocorrer por revestimento ou impregnação de produtos em diversas formas, como: emulsões, microemulsões, nanopartículas, nanocompósitos, etc (SOUZA; PACHECO, 2016).

2.4.2 Têxteis antimicrobianos

Os tecidos antimicrobianos têm aplicação vasta em diversas áreas, ou seja, sua utilização visa desde a preocupação na higiene regular como, por exemplo, o odor em roupas esportivas, até os desafios da disseminação de doenças infecciosas, em especial aquelas resistentes a medicamentos. Além disso, a necessidade de conservação de artefatos têxteis e a vida útil dos geotêxteis também estão entre os estímulos do desenvolvimento de tecidos antimicrobianos. Assim como, em sua aplicação, a natureza dos agentes que conferem proteção contra microrganismos aos têxteis é ampla, podendo envolver a utilização de nanopartículas, quitosana, agentes químicos a base de plantas, fenóis, dentre outros (SUN, 2016).

Uma vez escolhido o agente, alguns fatores determinam sua eficiência, como: o microrganismo que se deseja inibir o crescimento ou matar deve ser suscetível à ação desse agente microbiano, sua concentração e aplicação devem ser compatíveis. Deve-se considerar também a segurança do agente para a pele humana, preferencialmente, uma vez que muitos dos tecidos que recebem esse tipo de acabamento estão em contato direto com a pele. Para isso, são realizados alguns testes, tanto no agente separadamente, quanto no tecido dotado desse agente (HILGENBERG; PRANGE; VOSSEBEIN, 2016).

O desempenho de um tecido antimicrobiano pode ser afetado por fatores relacionados tanto à sua confecção, quanto à sua concepção, como: a fibra utilizada e o uso pretendido. Com relação à escolha da fibra, as fibras naturais são mais suscetíveis ao ataque de microrganismos, em comparação às fibras químicas, uma vez que, no geral, possuem alto *regain* – percentual de água presente no material têxtil em relação ao seu peso seco (GASI; BITTENCOURT, 2010) – o que propicia um ambiente favorável a esse ataque. No caso do uso pretendido, é necessário que esse esteja bem estabelecido, para que seja analisada a durabilidade do material diante das condições inerentes a ele. Por exemplo, a resistência tanto à lavagem doméstica

quanto à lavagem comercial, bem como a durabilidade no vestir, são fatores essenciais em tecidos utilizados para a produção de roupas (HARDIN; KIM, 2016).

Por fim, a durabilidade do acabamento antimicrobiano em têxteis é um atributo importante e que pode estar relacionado a diferentes fatores, como: solidez à lavagem (durabilidade à lavagem), estabilidade de armazenamento e concentração. Contudo, não há padronização quanto a um ou mais testes de durabilidade. Dessa forma, cabe aos fabricantes a definição das diretrizes, tendo como consequência resultados pouco compatíveis entre esses produtores (HILGENBERG; PRANGE; VOSSEBEIN, 2016).

2.4.3 Nanopartículas de óxido de zinco aplicadas a tecidos

A nanotecnologia aplicada aos tecidos está entre os acabamentos têxteis mais recentes. Ela é reconhecida por ser uma técnica forte no atendimento de requisitos ambientais com funções específicas (TIMOTHY; PRAGASAM, 2018). A aplicação de nanopartículas propõe a funcionalização da superfície de tecidos. No caso de fibras naturais, como o algodão, essa funcionalização visa à produção de roupas de proteção, bem como de tecidos de alto desempenho (*performance*) (RAN *et al.*, 2018) – “os tecidos de *performance* incluem tecidos técnicos, têxteis inteligentes e têxteis funcionais” (CHOUDHURY, 2017, p. 151, tradução nossa). O uso de nanomateriais tem finalidades diversas, que variam com o material aplicado, e alguns exemplos são: acabamentos hidrofílico e hidrofóbico, repelência ao óleo, antiestático, proteção UV, antibacteriano, resistência mecânica, resistência a rugas e resistência à formação de *pilling* (TIMOTHY; PRAGASAM, 2018) – esferas formadas na superfície do tecido devido à aglomeração de fibras livres ou rompidas (ALVES; RAPHAELLI; FANGUEIRO, 2008).

Além disso, devido a características como biocompatibilidade e ação antibacteriana, os nanomateriais têm recebido grande atenção, uma vez que diversos deles apresentam uma ampla atividade contra patógenos clinicamente importantes. Nesse cenário, as nanopartículas de óxido de zinco (ZnO) são utilizadas com frequência no campo biomédico, em têxteis, medicamentos, suplementos nutricionais, cosméticos, dentre outros (DAS; REBECCA, 2017). A variabilidade de utilização e abrangência deve-se à sua atividade antibacteriana, baixa toxicidade às células humanas, alta estabilidade, síntese de baixo custo, dentre outras (DAS; REBECCA,

2017; RAN *et al.*, 2018). Contudo, a utilização do óxido de zinco no caso dos artigos têxteis se estende a outras finalidades, como tecidos superhidrofóbicos, autolimpantes e com proteção UV (DAS; REBECCA, 2017).

Existem diversos métodos de produção de nanopartículas de óxido de zinco, tanto de natureza química quanto física, porém a produção por meio de métodos químicos é melhor no controle de parâmetros como tamanho de partículas e morfologia (SIRELKHATIM *et al.*, 2015). No caso de nanopartículas de óxido de zinco com propriedade antibacteriana, são encontrados na literatura os seguintes métodos de produção: decomposição por microondas, rota química úmida simples, processo de deposição, método de precipitação simples, síntese hidrotérmica, método solvotérmico, método hidrotérmico por microondas, sol-gel, dentre outros (DAS; REBECCA, 2017; SIRELKHATIM *et al.*, 2015). Dentre os métodos citados, o método de precipitação simples é o que, geralmente, necessita de reagentes precursores mais baratos e equipamentos não complexos para sua realização. De maneira simplificada, esse método consiste na obtenção de substâncias insolúveis, como óxidos e hidróxidos, por meio da utilização de um agente precipitante misturado a soluções de sais. Nesses sistemas, a obtenção de precipitado ocorre devido ao aumento no pH da solução. O precipitado gerado na reação é seco e, posteriormente, submetido a tratamento térmico em altas temperaturas, a fim de se obter as nanopartículas de óxidos metálicos (REZENDE, 2011).

Além da forma de produção, outro fator importante nos têxteis funcionalizados com nanopartículas é que sua síntese pode ocorrer de forma direta nos tecidos (*in situ*) (MENDONZA, 2018; RAN *et al.*, 2018), ou elas podem ser aderidas após a sua produção (YADAV *et al.*, 2006). Entretanto, a funcionalização apresenta limitações para métodos que requerem temperaturas superiores à temperatura de degradação térmica das fibras utilizadas (RAN *et al.*, 2018).

A morfologia das nanopartículas de ZnO com propriedade antimicrobiana é de natureza diversa, ou seja, formatos e tamanhos variados são encontrados na literatura com essa propriedade, alguns exemplos são: nanoesferas, nanoflores, nanoastes, nano-halteres, anéis e nanoflocos (SIRELKHATIM *et al.*, 2015). Embora existam formatos de partícula diferentes para essa propriedade, foi encontrada uma convergência em relação à estrutura cristalina do óxido de zinco, pois os estudos

analisados, como: Das e Rebecca (2017), Padmavathy e Vijayaraghavan (2008), Ran *et al.* (2018) e Suntako (2015), relatam que a fase cristalina do tipo wurtzita (hexagonal) apresenta atividade antimicrobiana. Além disso, essa não é a única característica dessa fase uma vez que os trabalhos de Yadav *et al.* (2006), Mendonza (2018) e Ran *et al.* (2018) associam a ela a proteção UV. Outro critério analisado foi o tamanho de partícula, pois partículas de ZnO em escala nano, no geral, apresentam melhores resultados contra ação de microrganismos em comparação a partículas em escala micro (SIRELKHATIM *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2007). Contudo, no trabalho de Zhang *et al.* (2007) foi observado que a variação na concentração é um fator mais significativo em comparação com a variabilidade no tamanho das partículas, sendo que as maiores concentrações mostraram uma ação antimicrobiana mais significativa.

Alguns mecanismos foram propostos para explicar a ação antibacteriana das nanopartículas de ZnO. Dentre eles estão: contato direto entre as nanopartículas e a parede celular das bactérias, gerando comprometimento na estrutura celular, ou seja, danos na parede celular; liberação de íons Zn^{2+} que são antimicrobianos (SIRELKHATIM *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2007); indução de espécies reativas de oxigênio, como, por exemplo, a formação de radicais hidroxila (LIPOVSKY *et al.*, 2011; SIRELKHATIM *et al.*, 2015).

Com relação aos estudos antimicrobianos desse material, foram relatadas investigações com resultados significativos para microrganismos, como: *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Candida albicans*, *Salmonella typhimurium*, *Bacillus subtilis*, *S. enteritidis*, *Streptococcus pyogenes*, *Aeromonas hydrophila*, *B. subtilis*, *L. monocitogenes*, *Klebsiella pneumonia*, *P. aeruginosa*, *Salmonella typhimurium*, *E. faecalis*, dentre outros (KUMAR *et al.*, 2017, LIPOVSKY *et al.*, 2011).

Por fim, embora as nanopartículas de ZnO tenham aplicação estendida a diversos materiais, sua associação aos tecidos tem mostrado resultados importantes (DAS; REBECCA, 2017), uma vez que, por apresentarem atividade antimicrobiana, inibem a ação de organismos e contribuem, assim, tanto para a integridade desse substrato, quanto para a saúde dos usuários (GUTAROWSKA; MICHALSKI, 2012).

2.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Na produção de um material, são necessárias não só a etapa de síntese (produção), mas também análises quanto às características desse material. Essas análises são uma série de testes que podem ser realizados com o material produzido e são chamadas de caracterizações, por meio das quais podem-se investigar parâmetros como: os elementos químicos presentes no material, a maneira como seus elementos estão organizados (estrutura do material), a forma como ele se apresenta em sua superfície (morfologia), bem como outras propriedades ligadas à resistência do material, absorção de umidade, durabilidade, dentre outros. No presente estudo, para a etapa de caracterização, serão realizados os testes de difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e teste de ação antimicrobiana nos tecidos, conforme descrito a seguir.

2.5.1 Difração de raios X (DRX)

A difração de raios X (DRX) é uma técnica de caracterização de materiais empregada na determinação da estrutura cristalina, na identificação qualitativa e quantitativa, na determinação das orientações cristalográficas de monocristais, na determinação de tensões residuais e de tamanho de cristalito do material analisado. Inicialmente, essa análise irá informar se o material estudado é cristalino ou não (amorfo), sendo no primeiro caso possível um estudo mais detalhado do material. Materiais cristalinos são aqueles que apresentam seus átomos posicionados em padrões ordenados e repetidos. No emprego da técnica de difração de raios X, é utilizado um aparelho denominado difratômetro, no qual um feixe monocromático de raios X – de um único comprimento de onda – é gerado e incidido na amostra, com a qual interage e gera feixes difratados cujas intensidades são detectadas por meio de um contador (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2012). O fenômeno de difração ocorre, pelo fato de, na maioria dos sólidos cristalinos, os átomos se organizarem em planos cristalinos cujas distâncias entre eles são da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Esse fenômeno segue como condição a lei de Bragg (Equação 1) – sendo ela necessária, mas não decisiva, para a difração e materiais cristalinos (ALBERS *et al.*, 2002):

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Onde:

n = a ordem da reflexão (número inteiro).

λ = comprimento da onda de raios X incidentes.

d = distância interplanar.

θ = ângulo de difração.

Essa técnica possui como vantagens, além de suas aplicações, a simplicidade e rapidez, bem como a confiabilidade dos resultados, uma vez que o perfil de difração é algo próprio da fase cristalina (estrutura) (ALBERS *et al.*, 2002).

2.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica utilizada no estudo da microestrutura e da morfologia do material. Uma de suas grandes vantagens é possuir uma maior resolução que o microscópio óptico, ou seja, estruturas menores podem ser visualizadas pelo MEV, podendo ser mensurados materiais na escala de nanômetros (10^{-9} m). Além disso, o preparo de amostras para realização desta técnica, no geral, não apresenta grande dificuldade. Este é outro fator importante para sua adesão na pesquisa de materiais. As imagens são geradas por meio da detecção da interação entre o feixe de elétrons proveniente do microscópio e a superfície da amostra e acaba por provocar a emissão, por exemplo, de elétrons secundários e elétrons retroespalhados, dentre outros efeitos (GONÇALVES, 2004; MANNHEIMER, 2002). Os elétrons secundários sofrem mais efeito de contraste, devido a diferenças de altura e formato da amostra e são, assim, usados na determinação da topografia. Os elétrons retroespalhados sofrem mais efeito do número atômico dos elementos presentes na amostra, por isso são mais utilizados para mapa de contraste por número atômico – mapas composicionais da região analisada (COSTA, 2016; DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Os elétrons secundários surgem da energia da transferência dos elétrons do feixe para os elétrons da amostra, de tal forma que os elétrons da amostra são ejetados (MANNHEIMER, 2002). No caso dos elétrons retroespalhados, a energia é maior que a dos secundários, proveniente de uma colisão elástica, ou seja, não há perda de energia, nesse caso os elétrons

retroespalhados terão a mesma energia dos elétrons primários (provenientes do microscópio que foram incididos no material) (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Contudo, essa interação entre o feixe e a amostra pode gerar outros sinais como fótons de raios X, cuja detecção é utilizada para análise química (análise dos elementos químicos presentes na amostra) – o MEV pode ter ou não detector de raios X, bem como outro tipo de detectores acoplados de forma a facilitar a análise (GONÇALVES, 2004; MANNHEIMER, 2002).

2.5.3 Teste de ação antimicrobiana em tecidos

Produtos têxteis, em particular aqueles que possuem em sua composição fibras naturais, constituem um excelente ambiente para o crescimento de microrganismos, característica justificada por apresentarem uma grande área superficial e reterem umidade. Contudo, é possível a aplicação de acabamentos que os funcionalizem a fim de criarem resistência a esses agentes, tanto para sua proteção, quanto para proteção de seus usuários (GUTAROWSKA; MICHALSKI, 2012; SHAHIDI; WIENER, 2012).

Para a comprovação de atividade antimicrobiana em artigos têxteis, podem ser realizados testes tanto de natureza qualitativa, quanto quantitativa. Um fator de grande importância, em ambos os casos, é que a amostra do tecido pura (sem agente antimicrobiano) deve evidenciar a sua suscetibilidade ao ataque de microrganismos em comparação com a amostra tratada. Nos testes qualitativos, a validação da eficácia é feita de maneira estimada e, geralmente, é utilizada a metodologia de difusão em ágar, na qual avalia-se a área em que não ocorreu crescimento de microrganismos, sendo assim, considerada como rápida e de rastreio. Em contrapartida, os testes quantitativos demandam mais tempo e são mais caros, porém por meio deles é possível especificar a redução de microrganismos ao entrarem em contato com o tecido, possibilitando-se a avaliação tanto em nível bactericida/fungicida da amostra, como verificar diferentes níveis de tratamento (GUTAROWSKA; MICHALSKI, 2012; MAGALHÃES, 2015). A seleção do método não deve ser aleatória, mas levar em consideração fatores como: o tipo de tecido utilizado, bem como o uso pretendido, suas propriedades e o tempo de ação dos microrganismos (MAGALHÃES, 2015). Tanto os testes qualitativos quanto os quantitativos seguem protocolos laboratoriais. No Quadro 1 foram citados alguns dos

protocolos encontrados na literatura, mas com sua última data de atualização (números à direita da sigla):

Quadro 1 – Protocolos para testes para comparação antimicrobiana em artigos têxteis.

Protocolo/ sigla	Nome do protocolo	Autor
AATCC TM30-2017	Atividade antifúngica, avaliação de materiais têxteis: resistência ao mofo e à podridão de materiais têxteis.	Gutarowska e Michalski (2012) e Magalhães (2015).
AATCC TM90-2016	Atividade Antibacteriana: Placa de ágar.	Gutarowska e Michalski (2012).
AATCC TM100-2019	Método de teste para acabamentos antibacterianos em materiais têxteis: avaliar.	Gutarowska e Michalski (2012), Magalhães (2015), D'Água (2015) e Pinho <i>et al.</i> (2011).
AATCC TM147-2016	Atividade antibacteriana: Método das raias paralelas.	Gutarowska e Michalski (2012), Magalhães (2015), D'Água (2015) e Pinho <i>et al.</i> (2011).
AATCC TM174-2016	Avaliação da atividade antimicrobiana de novos tapetes.	Gutarowska e Michalski (2012).
ASTM E2149- 13a	Método para determinar a atividade antimicrobiana de agentes antimicrobianos sob condições dinâmicas de contato.	Magalhães (2015) e D'Água (2015).
ASTM E2180 - 18	Método para determinar a atividade dos agentes antimicrobianos incorporados em materiais em polímero ou material hidrofóbico.	Magalhães (2015).
ASTM E2471-05	Método de teste padrão para uso de ágar semeado na avaliação de triagem da atividade antimicrobiana em tapetes.	Gutarowska e Michalski (2012).
DIN 53931:1969	Determinação da resistência para o crescimento de bolores; Teste de crescimento de organismos.	Magalhães (2015).
ISO 20645:2004	Determinação da atividade antibacteriana: teste de difusão em ágar.	Magalhães (2015), D'Água (2015) e Pinho <i>et al.</i> (2011).
ISO 20743:2013	Determinação da atividade antibacteriana em produtos acaba-dos.	Magalhães (2015) e D'Água (2015)
JIS L 1902:2015	Determinação da atividade antibacteriana e eficácia de produtos têxteis.	Gutarowska e Michalski (2012), Magalhães (2015), D'Água (2015) e Pinho <i>et al.</i> (2011).

JIS Z 2801:2000	Produtos antimicrobianos - Teste para atividade antimicrobiana e eficácia.	Gutarowska e Michalski (2012).
NP EN 14119:2005	Avaliação do tratamento antifúngico em produtos têxteis.	Magalhães (2015).
SN 195920- 1992	Determinação da atividade antimicrobiana: teste de difusão em ágar.	Gutarowska e Michalski (2012) e Magalhães (2015).
SN 195921- 1992	Determinação a atividade antifúngica: teste de difusão em ágar.	Gutarowska e Michalski (2012) e Magalhães (2015).
SN 195924:1983	Determinação da atividade antimicrobiana: método de contagem de microrganismos.	Gutarowska e Michalski (2012) e Magalhães (2015).
XP G39 010 : 2000	Propriedades de têxteis - têxteis e superfícies poliméricas com propriedades antibacterianas - caracterização e medição da atividade antibacteriana.	Gutarowska e Michalski (2012).

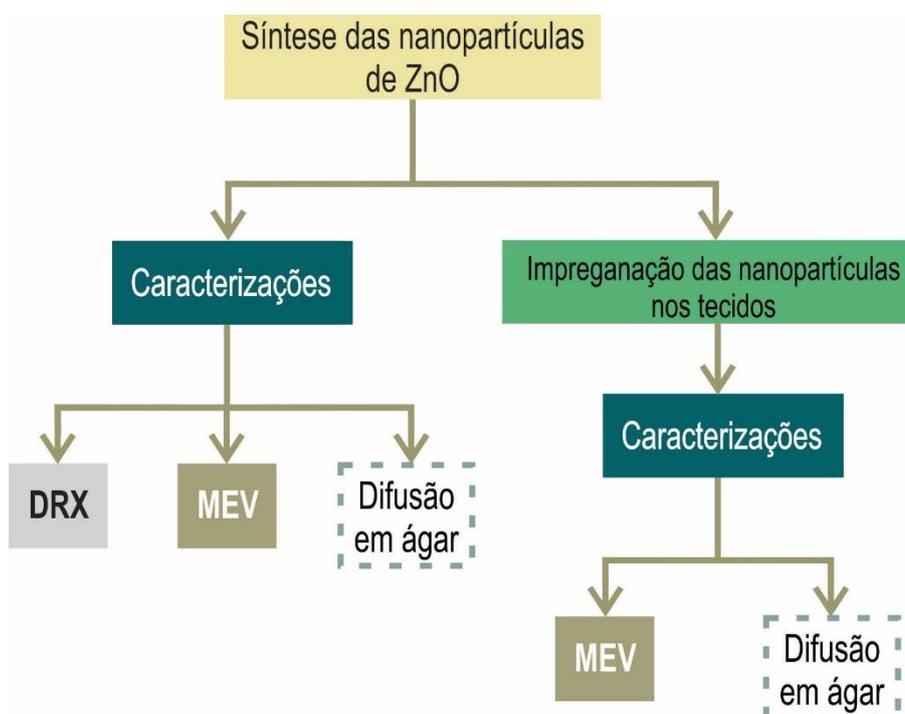
Fonte: Autoria própria, 2019.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 DESENHO DO ESTUDO

Trata-se de uma pesquisa de natureza aplicada. Quanto aos objetivos, é classificada como explicativa; e quanto aos procedimentos, refere-se a uma pesquisa de cunho experimental. Com a experimentação, visa-se estabelecer as relações de causa-efeito entre mais de uma variável (UFPR, 2021). Neste caso, as variáveis metodologias de síntese e tipos de armação têxtil foram estudadas. Investigou-se se as metodologias de síntese resultariam na produção das nanopartículas pretendidas, bem como, se as mudanças nas armações resultariam em mudanças na ação antimicrobiana das nanopartículas produzidas. A Figura 9 apresenta, de forma geral, as etapas do procedimento experimental realizado neste estudo.

Figura 9- Organograma com as etapas do procedimento experimental.



Fonte: Autoria própria, 2021

3.2 MATERIAIS

Os materiais e reagentes que foram utilizados nas sínteses dos tecidos com nanopartículas de óxido de zinco estão descritos no Quadro 2, com seus respectivos fabricantes:

Quadro 2 – Reagentes utilizados nas sínteses e tratamentos do tecido.

Nome do reagente/ Sigla	Fabricante
Agar MacConkey	Kasvi
Agar Cled	Kasvi
Agar Muller-hilton CM0337	Oxoid
BHI (<i>Brain Heart Infusion</i>)	Kasvi
Detergente neutro	Ipê
Dodecil sulfato de sódio (90%) PURO/ C₁₅H₂₅NaO₄S	Synth
<i>Escherichia coli</i> (ATCC 35218)	Laborclin
Etanol C₂H₆O (95%) P.A.	Synth
Etanol 70 (76,15% v/v)	Emfal
Hidróxido de amônio/ NH₄OH (28-31%) P.A.	Synth
Hidróxido de sódio micropérola/ NaOH (98%) P.A.	Dinâmica
Nitrato de zinco hexahidratado/ Zn(NO₃)·6H₂O (96%) P.A.	Dinâmica
Papel indicador especial de pH 0-14	Merck
Peróxido de hidrogênio (35% m/v) / H₂O₂	Neon
Persulfato de amônio/ (NH₄)₂S₂O₈ (98%) P.A.	Vetec
<i>Staphylococcus aureus</i> (CCCD 25923)	Biomedh Microbiologia
Tecido 100% algodão armação sarja.	Santanese
Tecido 100% algodão armação tafetá.	Texan

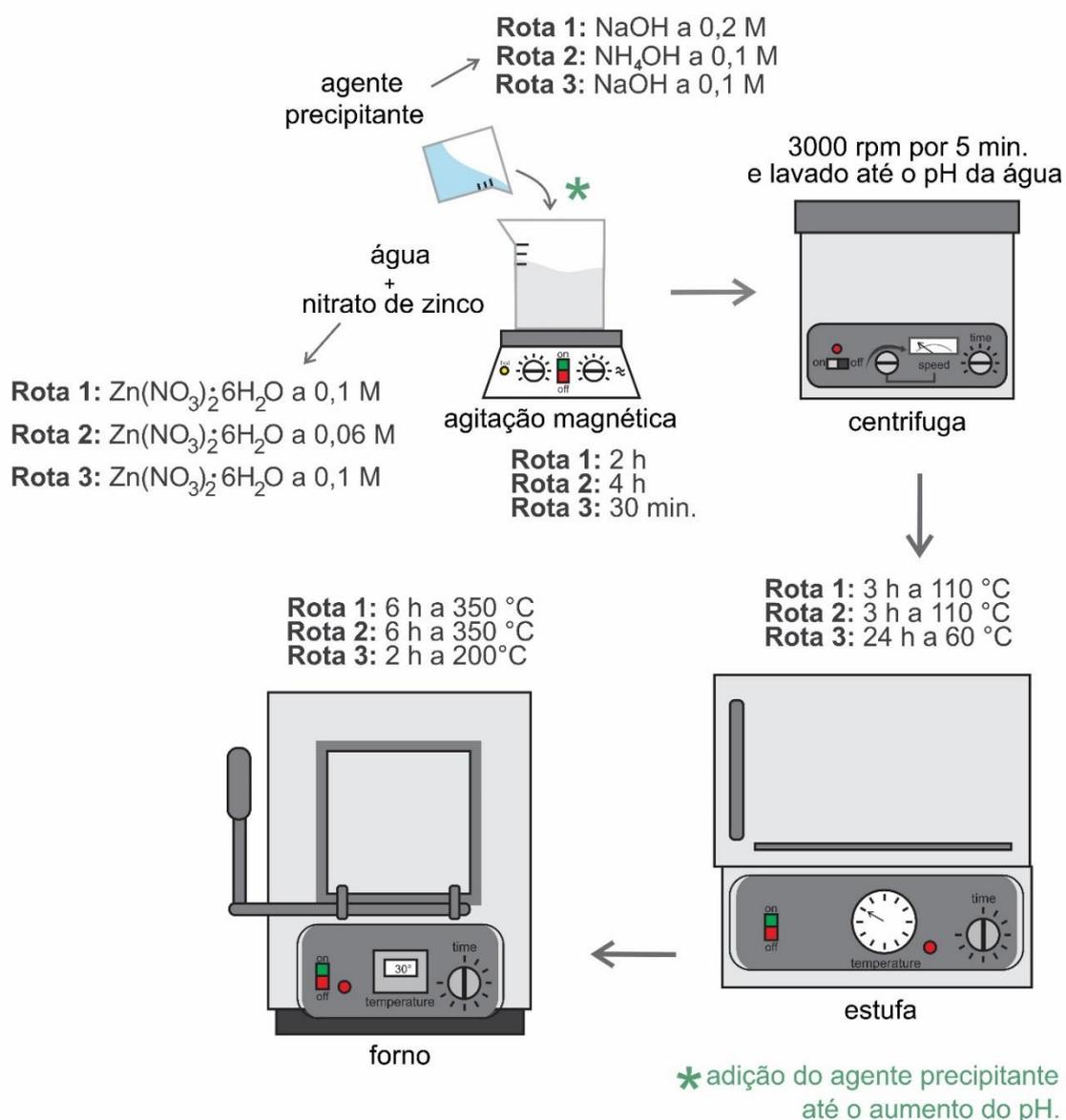
Fonte: Autoria própria, 2019.

3.3 MÉTODOS

3.3.1 Síntese das nanopartículas de óxido de zinco (ZnO)

As amostras foram preparadas por meio do método de precipitação, utilizando três rotas de sínteses diferentes (Rota 1, Rota 2 e Rota 3) descritas na literatura, porém com pequenas modificações a fim de adaptar aos equipamentos disponíveis, bem como solucionar lacunas deixadas nas descrições (FIGURA 10).

Figura 10 – Esquema geral das rotas de síntese.



Rota 1 (PADMAVATHY; VIJAYARAGHAVAN, 2008)

Para a síntese das nanopartículas de ZnO, foram utilizados como precursores uma solução de nitrato de zinco hidratado a 0,1 M e uma solução de hidróxido de sódio a 0,2 M. No preparo, foram colocados 100 mL da solução de nitrato em um béquer agitado por meio de um agitador magnético à temperatura ambiente. Em seguida, foi adicionado o agente precipitante (solução de hidróxido de sódio) lentamente até que o pH da solução ficasse alcalino. Após a mudança do pH, a mistura ficou sob agitação por 2 horas. O precipitado formado na reação foi centrifugado a uma velocidade de 3000 rpm por 5 minutos e, em seguida, lavado com água destilada. Esse processo foi repetido diversas vezes até que o pH ficasse igual ao pH da água destilada e teve como finalidade a remoção de íons livres de nitrato e sódio. O precipitado foi seco em estufa por 3 horas a 110 °C e então calcinado por 6 horas a 350 °C, a fim de ser obter as nanopartículas de ZnO na fase wurtzita (hexagonal).

Rota 2 (REZENDE, 2011; PADMAVATHY;VIJAYARAGHAVAN, 2008)

Para a síntese das nanopartículas de ZnO, foram utilizados como precursores uma solução aquosa de nitrato de zinco hexahidratado a 0,06 M e uma solução aquosa de hidróxido de amônio a 0,1 M. No preparo, foram colocados 100 mL da solução de nitrato em um béquer agitado por meio de um agitador magnético à temperatura ambiente. Em seguida, foi adicionado lentamente o agente precipitante (hidróxido de amônio) até que o pH da solução ficasse na faixa de 10 a 12. Após a mudança do pH, a mistura ficou sob agitação por 4 horas. O precipitado formado na reação foi centrifugado a uma velocidade de 3000 rpm por 5 minutos e, em seguida, lavado com água destilada. Esse processo foi repetido diversas vezes até que o pH ficasse igual ao pH da água destilada. O precipitado foi seco em estufa por 3 horas a 110 °C e então calcinado por 6 horas a 350 °C, a fim de ser obter as nanopartículas de ZnO na fase wurtzita (hexagonal).

Rota 3 (SUNTAKO, 2015)

Para a síntese das nanopartículas de ZnO, foram utilizados como precursores uma solução aquosa de nitrato de zinco hexahidratado a 0,1 M e uma solução aquosa de hidróxido de sódio a 0,1 M. Para o preparo da solução de nitrato, foram utilizados 2,28 g de nitrato de zinco hexahidratado em 75 mL de água destilada. No preparo da

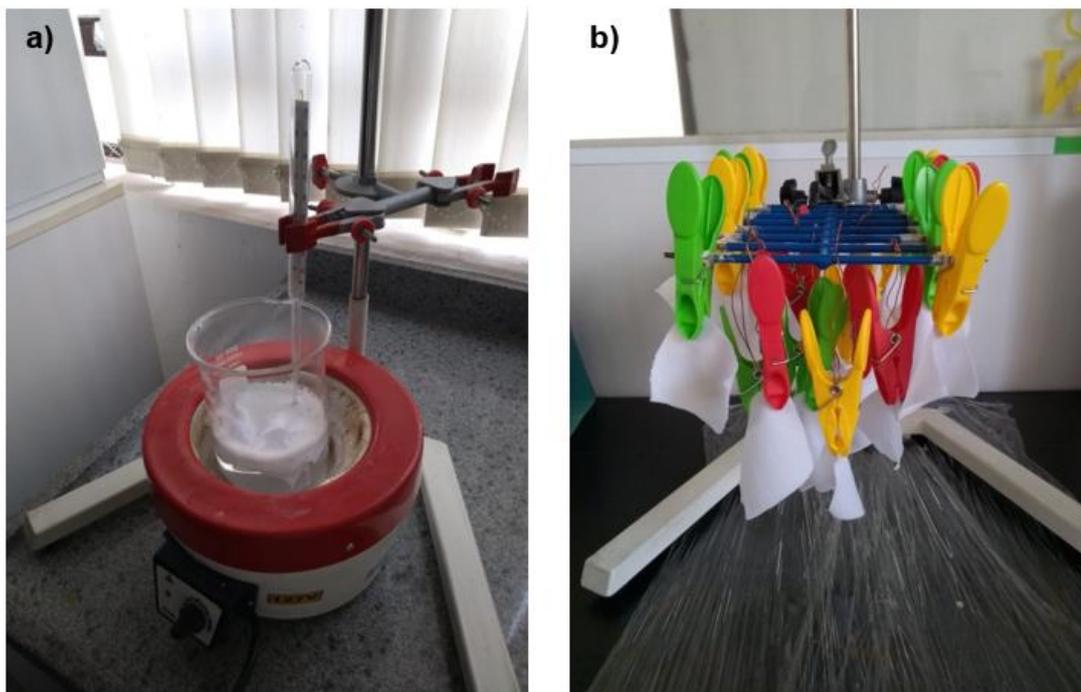
solução de hidróxido de sódio, foi utilizado 0,6 g de NaOH em 150 mL de água. As soluções foram misturadas à temperatura ambiente e mantidas sob agitação magnética. Após a adição completa da solução de NaOH na solução de nitrato de zinco hexahidratado, a agitação foi mantida por 30 minutos. Após esse período de agitação, a solução foi resfriada com água gelada. O precipitado formado foi centrifugado por 5 minutos a uma velocidade de 3000 rpm e, em seguida, lavado com água destilada. Esse processo foi repetido diversas vezes até que o pH ficasse igual ao pH da água destilada. O precipitado foi seco em estufa por 24 horas a 60 °C e então calcinado por 2 horas a 200 °C, a fim de se obter as nanopartículas de ZnO na fase wurtzita (hexagonal).

3.3.2 Limpeza dos tecidos para o preparo de amostras para o MEV

Antes da impregnação das nanopartículas nos tecidos, foi realizada uma limpeza nesses a fim de remover gorduras e outras possíveis sujidades. O processo que foi realizado é denominado de purga e faz parte dos processos presentes da rota de beneficiamentos primários. Na realização da purga, foi utilizado o protocolo a seguir, que vem sendo adotado como padrão dos experimentos têxteis do Centro Design Empresa (CDE).

Para realizar a purga em 10 g do tecido de algodão, inicialmente foi preparada uma solução contendo: 250 mL de água deionizada; 0,3 g de hidróxido de sódio; 0,15 g de persulfato de amônio; 0,4 mL de peróxido de hidrogênio e 0,11 g de dodecilsulfato de sódio. O dodecil sulfato de sódio foi diluído em 0,3 mL de água deionizada antes de ser adicionado à solução. Essa é uma etapa importante. Após o preparo da solução, ela foi aquecida em manta térmica a uma temperatura de 90°C. Quando a solução atingiu a temperatura desejada, o tecido foi imerso e mantido no banho sob aquecimento por 45 minutos (FIGURA 11a). Ao final desse período, o tecido foi enxaguado com 500 mL de água deionizada a uma temperatura de 50°C. Após essa etapa, o tecido foi enxaguado novamente, desta vez com água deionizada abundante, à temperatura ambiente. Por fim, sua secagem ocorreu de forma natural (ao ar) por 24 horas (FIGURA 11b).

Figura 11 – Limpeza dos tecidos: a) purga dos tecidos; b) secagem ao ar das amostras de tecido.



Fonte: Autoria própria, 2019.

3.3.3 Limpeza dos tecidos para o preparo de amostras para os testes antimicrobianos e para o cálculo da massa impregnada

Para a limpeza, foram utilizados 370 g de cada um dos tecidos selecionados (tafetá e sarja). As amostras foram lavadas em máquina doméstica da marca Brastemp, modelo BLW09BBANA80 (FIGURA 12a). Para a execução desse processo, foi escolhido o programa roupas delicadas com a água em altura mínima e enxague extra. Dessa forma, a solução de lavagem consistiu em 14,4 L de água da torneira e 250 mL de detergente neutro. Após essa etapa, o mesmo processo foi repetido, mas sem o detergente, a fim de remover todo o sabão dos tecidos. Por fim, os tecidos foram dispostos em varais e colocados para secagem ao ar por 24 horas (FIGURA 12b).

Figura 12 – Limpeza das amostras de tecidos: a) lavagem em máquina doméstica; b) secagem em varal ao ar.



Fonte: Autoria própria, 2021.

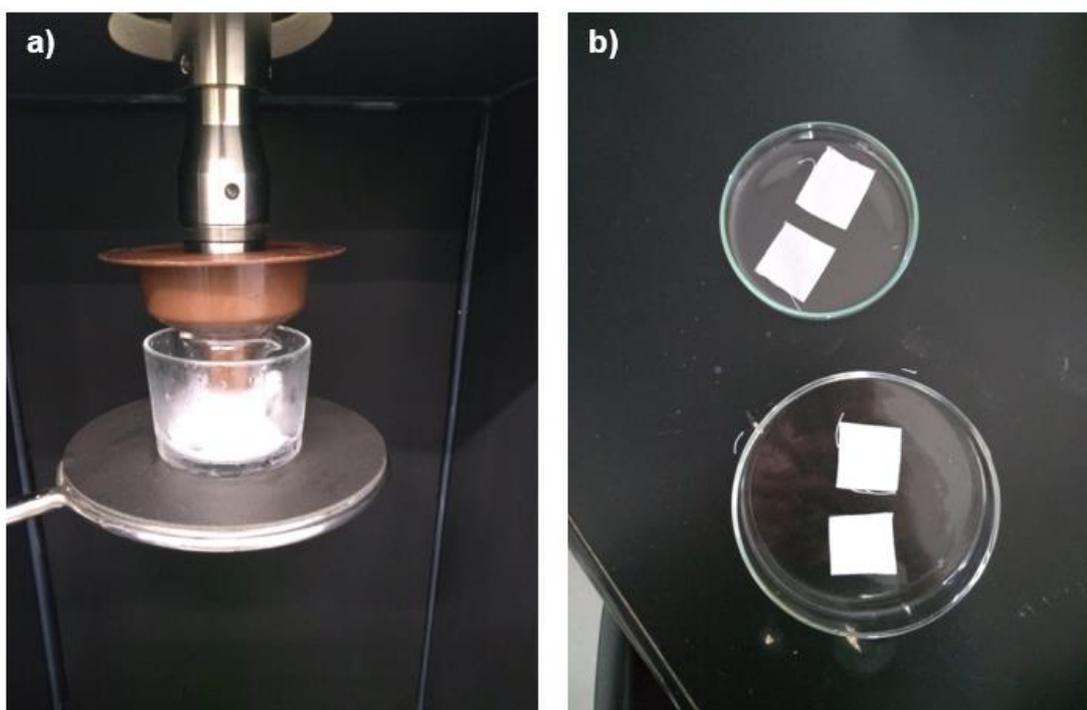
O processo de limpeza dos tecidos no preparo das amostras para os testes microbiológicos foi diferente da limpeza para o MEV, pois devido à pandemia da COVID-19 ocorreram limitações para a utilização dos laboratórios parceiros, então buscou-se na literatura simplificar algumas das etapas de preparação.

3.3.4 Impregnação das nanopartículas de ZnO nos tecidos de algodão para o preparo de amostras para o MEV

A concentração da solução para impregnação foi escolhida de forma arbitrária levando em consideração a quantidade de amostra produzida. Para os primeiros testes, foi preparada uma solução alcoólica utilizando 0,02 g das nanopartículas ZnO em 20 mL de etanol. Após o preparo da solução, ela foi sonicada, por 5 min em um ultrassom de ponta, a fim de se conseguir uma maior dispersão das nanopartículas (FIGURA 13a). Em seguida, amostras com 2,5 cm x 2,5 cm dos tecidos previamente limpos foram cortadas e, em cada uma das amostras, a solução foi gotejada, de acordo com método adaptado de Zhang *et al.* (2013). Com a finalidade de padronizar a impregnação, foi utilizada uma pipeta descartável de 2 mL e em cada amostra foram colocadas 5 gotas da solução, sendo uma no meio e uma em cada extremidade. Por fim, as amostras foram colocadas em placas de Petri (FIGURA 13b) e, posteriormente, secas em estufa a 70 °C por 20 min.

Embora nesses primeiros testes a concentração da solução tenha sido escolhida de forma arbitrária, para os próximos estudos será realizada uma pesquisa mais detalhada para o estabelecimento das concentrações que serão utilizadas.

Figura 13 – a) sonicação da solução de nanopartículas de ZnO para impregnação do tecido e b) secagem das amostras de tecido impregnadas com a solução de nanopartículas de ZnO.

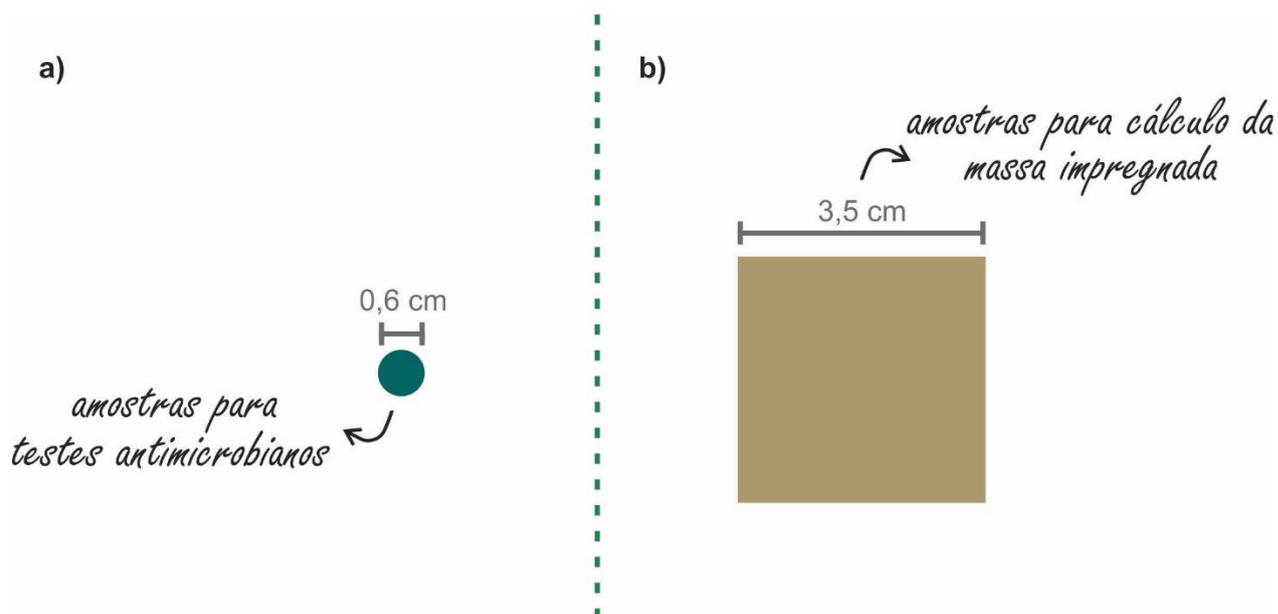


Fonte: Autoria própria, 2019.

3.3.5 Impregnação das nanopartículas de ZnO nos tecidos de algodão para os testes antimicrobianos e para o cálculo da massa impregnada

Após a lavagem, as amostras de tecido de tafetá e de sarja foram cortadas em duas dimensões diferentes: as amostras destinadas aos testes antimicrobianos foram cortadas com 0,6 cm de diâmetro e formato esférico, enquanto as amostras destinadas ao cálculo da massa impregnada foram cortadas com 3,5 cm de lado e de formato quadrado (FIGURA 14). Depois da etapa de corte, foi borrifado álcool 70 nas amostras.

Figura 14 – dimensões das amostras produzidas: a) amostras destinadas aos testes antimicrobianos; b) amostras destinadas ao cálculo da massa impregnada.⁴



Fonte: Autoria própria, 2021.

Ao contrário do que foi realizado na etapa de preparo de amostras para o MEV, a concentração de ZnO utilizada no preparo das amostras para os testes com microrganismos, foi determinada por meio de uma busca na literatura. Para isso, foram mapeados, na base de dados *Web of Science*, um total de 57 artigos que utilizaram ZnO como agente antimicrobiano em tecidos de algodão puro e misto (constituídos de mais de uma fibra). Fruto dessa revisão surgiu o Quadro 3, que contempla as concentrações de ZnO, bem como um resumo dos dados referentes ao método de preparo, os microrganismos testados e a metodologia utilizada na impregnação das nanopartículas.

⁴ Devido a problemas gerados pela pandemia não foram realizados testes com as amostras quadradas. O que pretendia-se fazer era queimar as amostras com e sem as nanopartículas em um forno para se ter uma estimativa do ZnO impregnado.

Quadro 3 – Resumo sobre o método de preparo, os microrganismos testados e a metodologia utilizada na impregnação das nanopartículas de ZnO em tecidos de algodão.

Autor	Método de preparo das nanopartículas de ZnO	Bactérias testadas	Concentração das nanopartículas usada	Metodologia para impregnação / solvente
Ahmad <i>et al.</i> (2020).	Método de nanoprecipitação	<i>S. aureus</i> e <i>E. coli</i> .	1, 2 e 3 g/L que equivale a: 0,1%, 0,2% e 0,3%.	Método <i>pad-dry-cure</i> em água.
Petkova <i>et al.</i> (2014).	Não descrito, pois foram compradas da Sigma–Aldrich.	<i>S. aureus</i> (ATCC 25923) e <i>E. coli</i> (ATCC 25922)	20 mM que equivale ~0,16%.	Método sonoquímico em água.
Primc <i>et al.</i> (2016).	Não foi descrito.	<i>S. aureus</i> (ATCC 6538) e <i>E. coli</i> (ATCC 25922)	3%.	Método <i>pad-dry</i> em água.
Salat <i>et al.</i> (2018).	Não descrito, pois foram compradas da Sigma–Aldrich.	<i>S. aureus</i> (ATCC 25923)	1 mM que equivale ~0,008%.	Método sonoquímico em água.
Selvam e Sundrarajan (2012)	Método de química úmida.	<i>S. aureus</i> e <i>E. coli</i> .	2%	Método <i>pad-dry-cure</i> .
Subash <i>et al.</i> (2012).	Método de química úmida.	<i>S. aureus</i> (ATCC 6538) e <i>E. coli</i> (ATCC 8739).	2%.	Método <i>pad-dry-cure</i> .

Fonte: Autoria própria, 2021.

Para a etapa de impregnação, foi preparada uma *solução mãe* utilizando 200 mL de etanol⁵ P.A e 0,4 g de nanopartículas produzidas por meio da rota 3, uma vez que essas apresentaram menor tamanho de partícula. Em seguida, a solução foi sonicada por 30 minutos utilizando um ultrassom de banho. A solução foi, então, dividida em duas partes de mesmo volume, onde foram colocadas em cada uma das partes as amostras de tecido previamente cortadas.

⁵ Foi escolhido o etanol devido à observação empírica de uma melhor dispersão das nanopartículas de ZnO em etanol em comparação à sua dispersão em água.

As amostras depois da etapa de imersão foram deixadas sob agitação magnética por 30 min. Ao fim desse período, as amostras foram dispostas em placas de Petri e mantidas em estufa a 50°C por aproximadamente 20 min, a fim de evaporar o etanol, sendo as etapas de imersão e secagem adaptadas do processo de impregnação descrito por Çakır *et al.* (2012).

Nesse experimento, foram utilizados 0,4 g de óxido de zinco, pois essa foi a quantidade, mais alta possível com a quantidade de amostra produzida.

3.3.6 Caracterização das nanopartículas de ZnO produzidas por meio de difração de raios X (DRX)

As nanopartículas de ZnO sintetizadas foram analisadas utilizando-se o equipamento Shimadzu, modelo XRD-7000 X-Ray Diffractometer, com radiação $\text{CuK}\alpha$, pertencente ao Departamento de Química/ICEx da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), na cidade de Belo Horizonte, em Minas Gerais. Os difratogramas gerados foram interpretados por meio do programa computacional *Search Match*.

3.3.7 Caracterização morfológica das nanopartículas de ZnO e dos tecidos por meio de microscopia eletrônica de varredura

A caracterização da morfologia das nanopartículas de ZnO e dos tecidos comerciais tratados com tais nanopartículas foi realizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Hitachi, modelo 4000 plus, tensão de 15kV, pertencente ao Centro Design Empresa (CDE), localizado Escola de Design da Universidade do Estado de Minas Gerais (UEMG), na cidade de Belo Horizonte, em Minas Gerais.

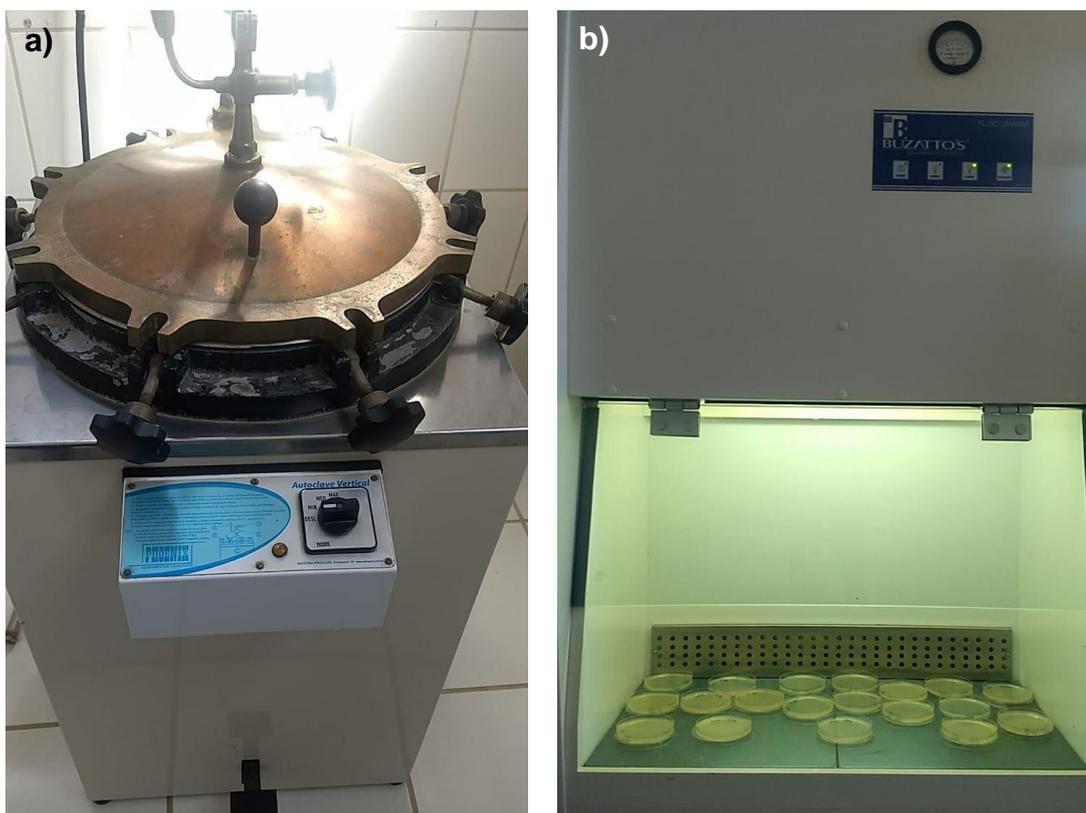
3.3.8 Testes de ação antimicrobiana nas nanopartículas de ZnO

Os testes de ação antimicrobiana foram realizados no laboratório de microbiologia da Faculdade de Saúde e Humanidades Ibituruna (FASI), localizado na cidade de Montes Claros, em Minas Gerais (único que foi possível devido à pandemia de COVID 19).

Foram realizados testes de difusão em ágar, com a finalidade de avaliar qualitativamente o potencial antimicrobiano das nanopartículas sintetizadas frente às

cepas bacterianas. Os testes foram realizados com dois tipos de bactérias, sendo uma Gram-positiva (*Staphylococcus aureus* – CCD 25923) e a outra Gram-negativa (*Escherichia coli* – ATCC 35218). Previamente à realização dos testes, para garantir a esterilização dos materiais utilizados, foi necessária a utilização de autoclave vertical (FIGURA 15a). Além disso, como medida de segurança, a manipulação dos microrganismos durante o experimento foi realizada em uma capela de fluxo laminar (FIGURA 15b).

Figura 15 – Instrumentação utilizada no preparo dos meios de cultura e preparo de amostras: a) autoclave vertical; b) capela de fluxo lamelar.



Fonte: Autoria própria, 2021.

O primeiro passo para a realização dos experimentos foi o preparo dos meios de cultura: caldo BHI (*Brain Heart Infusion*) e ágar Müller-Hinton. O caldo BHI foi utilizado para a inoculação inicial dos microrganismos, enquanto o ágar foi preparado em placas de Petri (FIGURA 16), a fim de se realizar os testes de difusão. Após o preparo, os meios foram autoclavados a 121°C durante 15 minutos e à pressão de 1 atm.

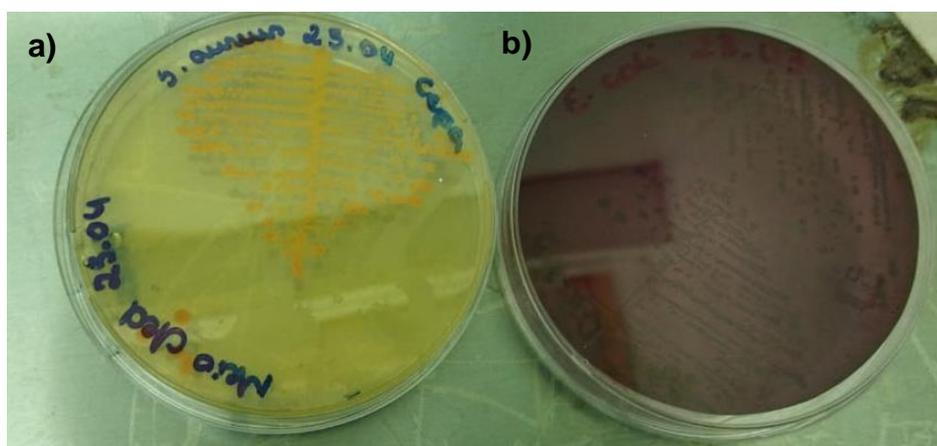
Figura 16 – Meios de cultura preparados com ágar Müller-Hinton em placas de Petri.



Fonte: Autoria própria, 2021.

O preparo das bactérias para a realização dos testes consistiu na diluição das cepas das bactérias, que estavam liofilizadas, no caldo BHI. Após a diluição, as cepas ficaram incubadas por 24 horas em estufa a $(35 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Depois da retirada da estufa, as bactérias que estavam no caldo BHI foram transferidas para os meios de ágar *Cled* e *MacConkey* e foram mantidas em estufa por mais 24 horas a $(35 \pm 2) ^\circ\text{C}$. O primeiro meio foi utilizado para as bactérias do tipo *S. aureus* e o segundo para *E. coli* (FIGURA 17). Foi nesse último período que ocorreu o crescimento das colônias.

Figura 17 – Meios de cultura: a) *Cled* com *S. aureus*; b) *MacConkey* com *E. coli*.

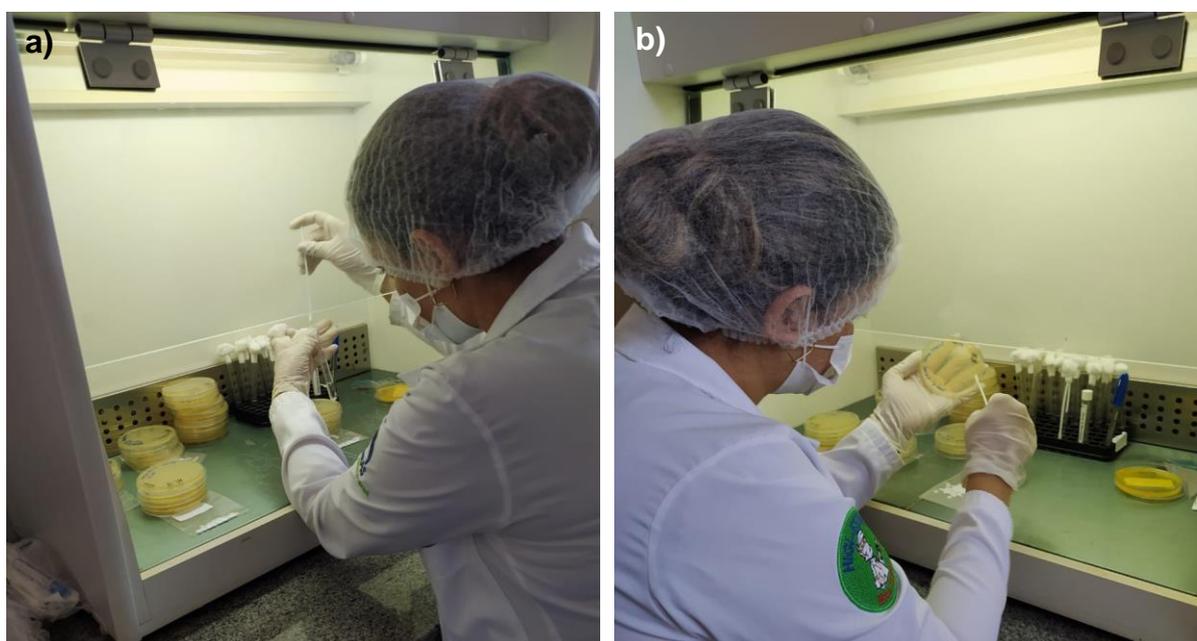


Fonte: Autoria própria, 2021.

Após o crescimento nos meios *Cled* e *MacConkey*, foram transferidas de duas a três colônias já crescidas, com uma alça bacteriológica, para 3 mL de solução salina estéril e foi comparada a 0,5 escala de McFarland para, então, ser diluída no meio Müller-Hinton.

Com a solução na turbidez de 0,5 da escala de McFarland, foi realizada a etapa de semeadura nas placas. Inicialmente, foi introduzido um *swab* estéril na solução (FIGURA 18a) e, em seguida, o *swab* foi comprimido contra as paredes do tubo (a finalidade era retirar o excesso). Em seguida, na placa com o meio de cultura, o *swab* foi utilizado para semear as bactérias em três direções diferentes (FIGURA 18b). Por fim, as placas semeadas foram deixadas à temperatura ambiente por 5 minutos para a absorção completa do inóculo antes da aplicação das nanopartículas.

Figure 18 – Etapa de semeadura nas placas: a) *swab* estéril na solução; b) o *swab* foi utilizado para semear as bactérias.

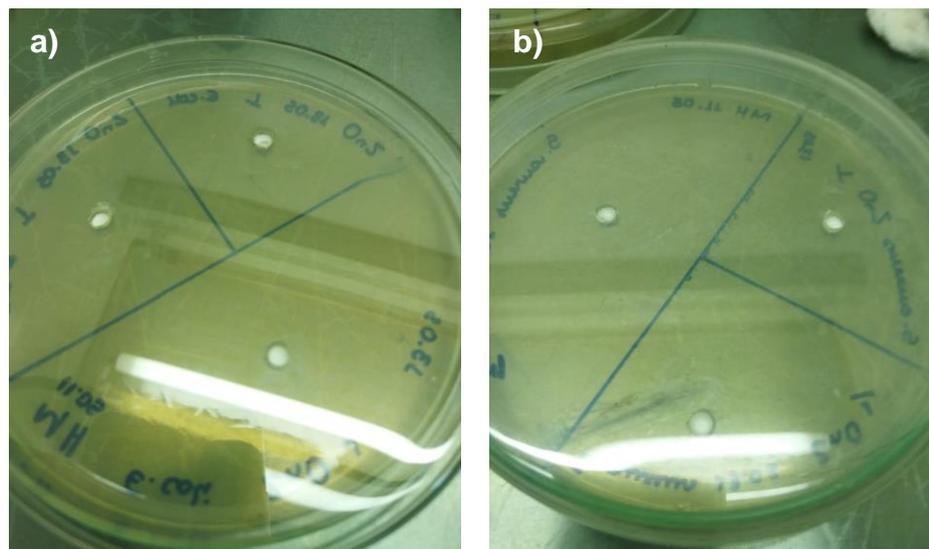


Fonte: Autoria própria, 2021.

Para a colocação das nanopartículas de ZnO nas placas, foram feitos poços com uma broca de 6 mm (KUMAR *et al.*, 2017; SURESH *et al.*, 2015) e, em seguida, colocada uma suspensão aquosa com 3000 µg/poço de nanopartículas⁶ (FIGURA 19).

⁶ A quantidade de ZnO de 3000 µg/poço foi determinada durante o experimento.

Figure 19 – Poços contendo 3000 μg de ZnO : a) com *E. coli*; b) com *S. aureus*.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Por fim, as placas contendo as bactérias e o ZnO foram incubadas em estufa a uma temperatura de $(35 \pm 2) ^\circ\text{C}$ por 24 horas. Depois desse período, os halos de inibição formados foram medidos com um paquímetro (FIGURA 20).

Figura 20 – Esquema geral dos testes antimicrobianos realizados.

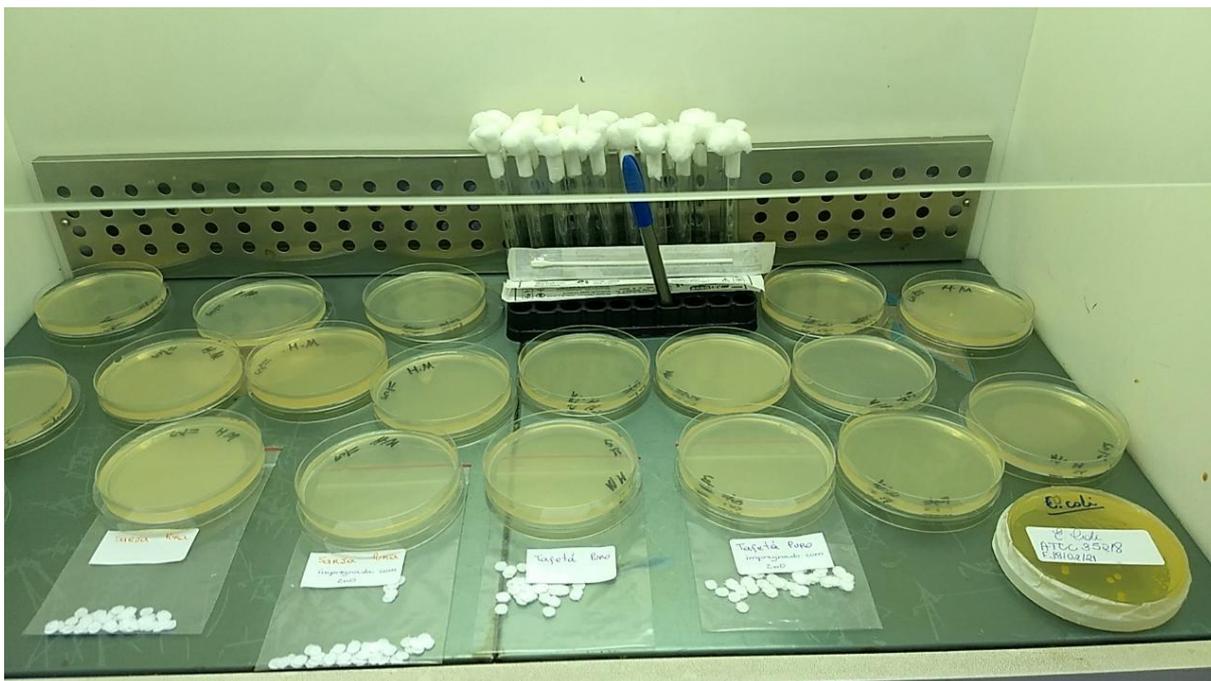


Fonte: Autoria própria, 2021.

3.3.9 Testes de ação antimicrobiana nos tecidos com nanopartículas de ZnO

Para os testes nos tecidos impregnados, foram utilizadas condições análogas às usadas nas nanopartículas isoladas, como as bactérias utilizadas, o preparo dos meios de cultura, incubação e inoculação das bactérias (FIGURA 21).

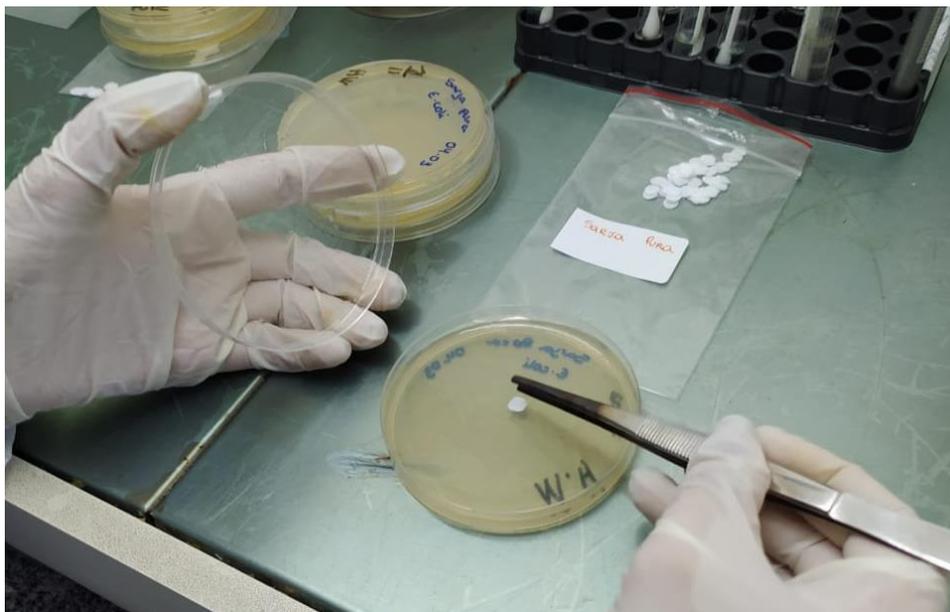
Figura 21 – Visão geral das condições experimentais para as amostras de tecido.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Contudo, ao invés de serem feitos poços nas placas de Petri para a colocação das amostras, como foi realizado nos testes com as nanopartículas de óxido de zinco puro, no caso dos tecidos foram escolhidas as amostras circulares com 6 mm de diâmetro dos dois tipos de armação (tafetá e sarja) (FIGURA 22). Além disso, os experimentos foram realizados tanto com os tecidos puros, como com as amostras impregnadas com as nanopartículas. Após a colocação das amostras de tecido, aguardou-se 15 minutos para sua aderência dos deles no meio, antes das placas serem levadas para a estufa.

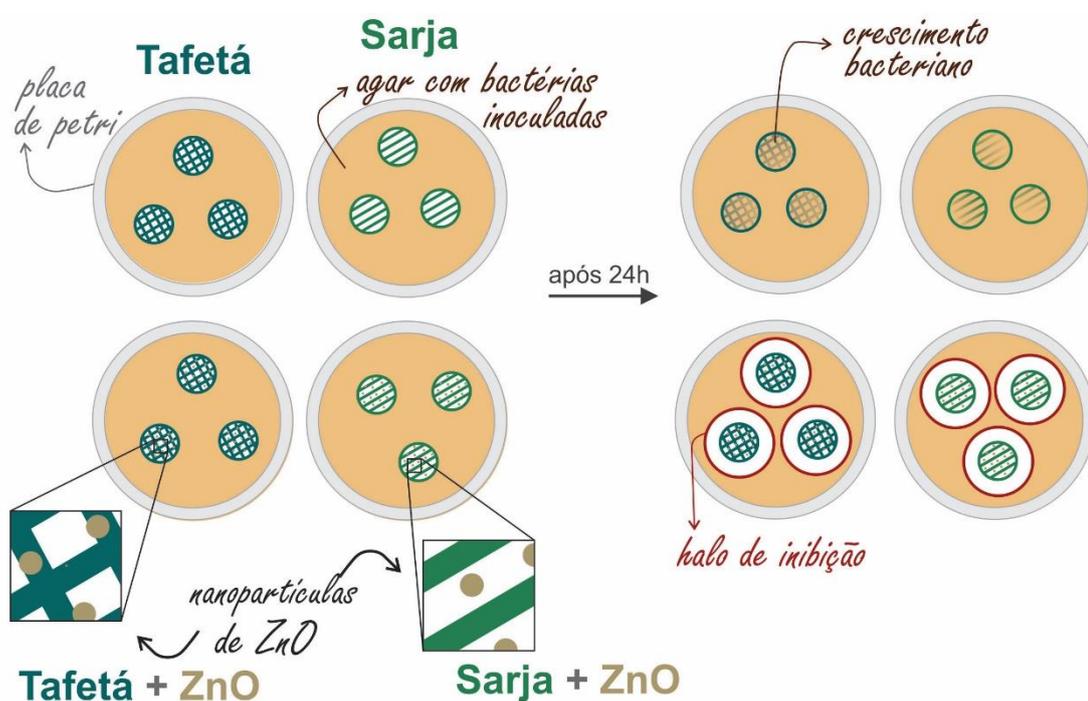
Figura 22 – Amostras de tecido circulares com 6 mm de diâmetro.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Assim como nos testes com o ZnO puro, os testes em têxteis foram realizados em triplicata e a zona de inibição foi avaliada após a incubação a $(35 \pm 2) ^\circ\text{C}$ por 24 horas (FIGURA 23).

Figura 23 – Esquema geral dos testes antimicrobianos realizados nos tecidos.



Fonte: Autoria própria, 2021.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir das rotas de síntese 1, 2 e 3 foram geradas as seguintes amostras (TABELA 1):

TABELA 1 – Amostras, código, rota e massa.

Amostra	Código	Rota	Massa/g
1	Zn01	Rota 1	0,3233
2	Zn02	Rota 1	0,4009
3	Zn03	Rota 2	0,2081
4	Zn04	Rota 3, pH \cong 11	0,3265
5	Zn05	Rota3, pH \cong 11	0,1973
6	Zn06	Rota 3, pH \cong 10	0,1929
7	Zn07	Rota 3, pH \cong 10	0,2947

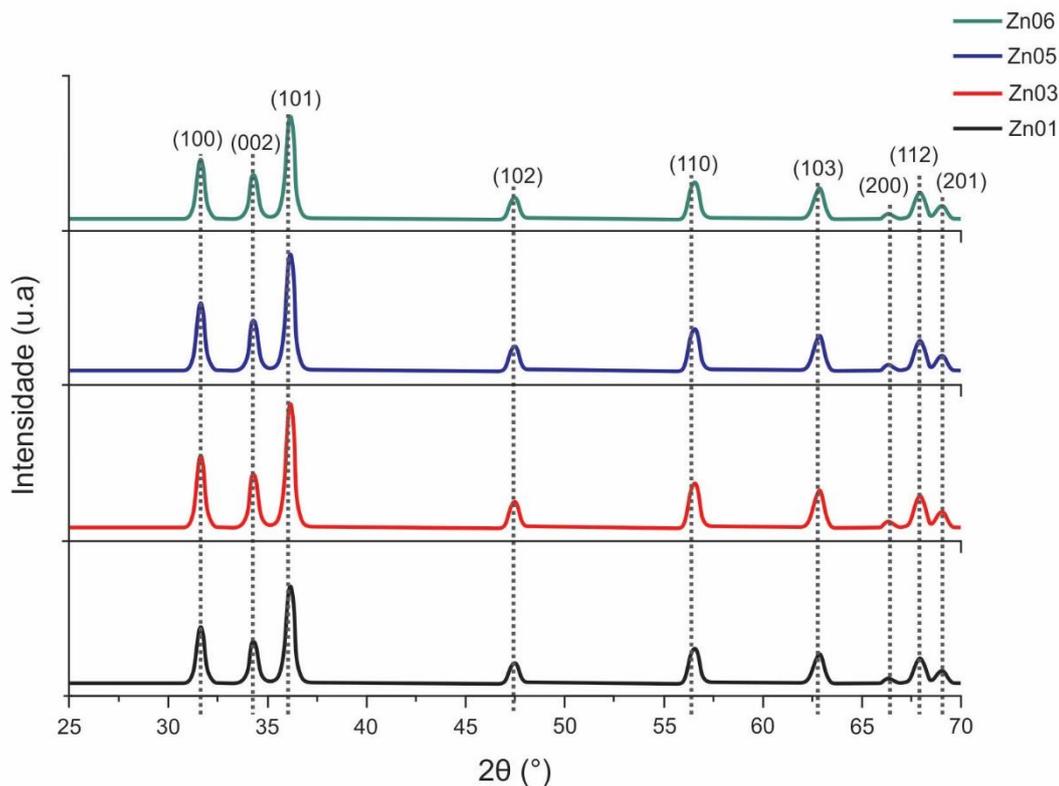
Fonte: Autoria própria, 2019.

No geral, cada rota de síntese gerou amostras que foram colocadas em dois microtubos Eppendorf, com exceção da amostra 3. Como a rota 3 apresentou a melhor metodologia de execução, ela foi replicada, porém o pH sofreu uma leve alteração de 11 para 10, por esse motivo suas amostras foram calcinadas separadamente a fim de se investigar se a variação no pH influenciaria na fase cristalina, bem como no tamanho do cristalito.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS PRODUZIDAS POR MEIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As amostras de nanopartículas de ZnO foram caracterizadas por meio de DRX. Os difratogramas foram comparados a um padrão de ZnO cujo número da ficha cristalográfica é 36-1451, no programa *Search-Match*, e constatou-se que o material sintetizado encontra-se na fase wurtzita (hexagonal). Os índices dos planos de Miller foram indexados aos difratogramas utilizando o programa *OriginPro 8* (FIGURA 24).

Figura 24 - Difratoograma das nanopartículas de ZnO sintetizadas com os índices de Miller indexados.



Fonte: Autoria própria, 2019.

O tamanho de cristalito foi estimado por meio da Equação de Scherrer (1918 *apud* HOLZWARTH; GIBSON, 2011), utilizando como parâmetro a largura da meia altura dos picos de maior intensidade, ou seja, dos picos de índice (101) dos difratogramas das nanopartículas de ZnO (equação 2).

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{B_{hkl}\cos\theta} \quad (2)$$

D_{hkl} = o tamanho do domínio cristalino na direção perpendicular aos planos da rede (n.m).

Os índices hkl são os índices de Miller dos planos analisados.

K = constante de forma (u.a.);

λ = comprimento de onda dos raios X (nm);

B_{hkl} = largura da linha de difração medida a meia altura de sua intensidade máxima (rad);

θ = é o ângulo de Bragg referente ao pico escolhido (°).

Os valores de B_{hkl} foram determinados no *Python* por meio do ajuste não linear gaussiano. θ é o ângulo de difração de Bragg da família de planos com mesmo índice de Miller, expresso em graus. Para a determinação da constante geométrica, utilizou-se o valor tabelado de $K = 0,94$, referente à geometria esférica. Por fim, foi utilizado o $\lambda = 0,15418$ nm, referente à fonte de cobre utilizada no equipamento.

Como as amostras não foram caracterizadas com um padrão de NaCl, para se estimar o tamanho do cristalito foi aplicada a equação de Scherrer nos picos mais definidos e calculada a média destes valores como valor médio do tamanho do cristalito. O erro associado a essa medida foi calculado por meio do desvio padrão da média (equação 3) (PINHEIRO *et al.*, 2012).

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}, \text{ onde: } \mu = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^n x_i \quad (3)$$

Para a amostra Zn01, produzida por meio da rota 1, o tamanho de cristalito médio calculado foi de (10 ± 2) nm (TABELA 3). No caso da amostra Zn03, sintetizada com a rota 2, o tamanho médio de cristalito foi de (10 ± 2) nm (TABELA 4). No caso das amostras Zn05 e Zn06 que foram realizadas a partir da rota 3, mas executadas em dias diferentes, os tamanhos médios de cristalito foram (9 ± 1) nm (TABELA 5) e (9 ± 1) nm (TABELA 6), sendo assim, pelos resultados obtidos, verificou-se que a mudança no pH não influenciou no tamanho do cristalito.

TABELA 2 – Parâmetros da amostra Zn01.

Pico	B_{hkl} da amostra/ rad	$\theta/^\circ$	Tamanho estimado do cristalito/ nm
(100)	0,018107	15,814	8
(002)	0,013821	17,132	11
(101)	0,012163	18,058	13
(102)	0,016658	23,704	10
(110)	0,015202	28,240	11
(103)	0,019388	31,370	9
Tamanho médio =			(10 ± 2) nm

Fonte: Autoria própria, 2021.

TABELA 3 – Parâmetros da amostra Zn03.

Pico	B_{hkl} da amostra/ rad	$\theta/^\circ$	Tamanho estimado do cristalito/ nm
(100)	0,017982	15,818	8
(002)	0,013792	17,137	11
(101)	0,012197	18,061	12
(102)	0,016554	23,708	10
(110)	0,015463	28,242	11
(103)	0,019286	31,373	9
Tamanho médio =			(10 ± 2) nm

Fonte: Autoria própria, 2021

TABELA 4 – Parâmetros da amostra Zn05.

Pico	B_{hkl} da amostra/ rad	$\theta/^\circ$	Tamanho estimado do cristalito/ nm
(100)	0,019717	15,818	8
(002)	0,014821	17,133	10
(101)	0,013408	18,059	11
(102)	0,018186	23,702	9
(110)	0,016598	28,240	10
(103)	0,020663	31,369	8
Tamanho médio =			(9 ± 1) nm

Fonte: Autoria própria, 2021.

TABELA 5 – Parâmetros da amostra Zn06.

Pico	B_{hkl} da amostra/ rad	$\theta/^\circ$	Tamanho estimado do cristalito/ nm
(100)	0,019731	15,817	8
(002)	0,015181	17,123	10
(101)	0,013742	18,054	11
(102)	0,018478	23,699	9
(110)	0,016984	28,234	10
(103)	0,021303	31,361	8
Tamanho médio =			(9 ± 1) nm

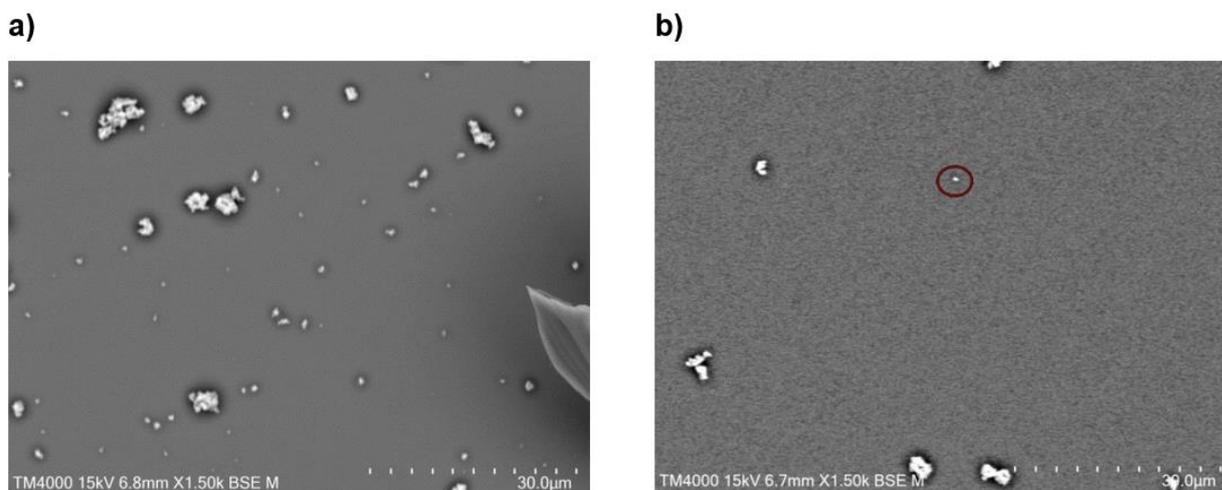
Fonte: Autoria própria, 2021

4.2 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DAS NANOPARTÍCULAS DE ZNO E DOS TECIDOS POR MEIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a investigação da morfologia foram analisadas as nanopartículas ZnO5 e ZnO6 de forma isolada, bem como os tecidos de armação sarja e tafetá com e sem a presença de nanopartículas. No caso dos tecidos impregnados, eles foram preparados seguindo o procedimento descrito no item 4.1.

Por meio das imagens geradas pelo MEV (FIGURA 25), é possível perceber a presença de aglomerados, mesmo o material tendo sido sonicado. Entretanto, as menores estruturas (pontos) observadas apresentam formato oval.

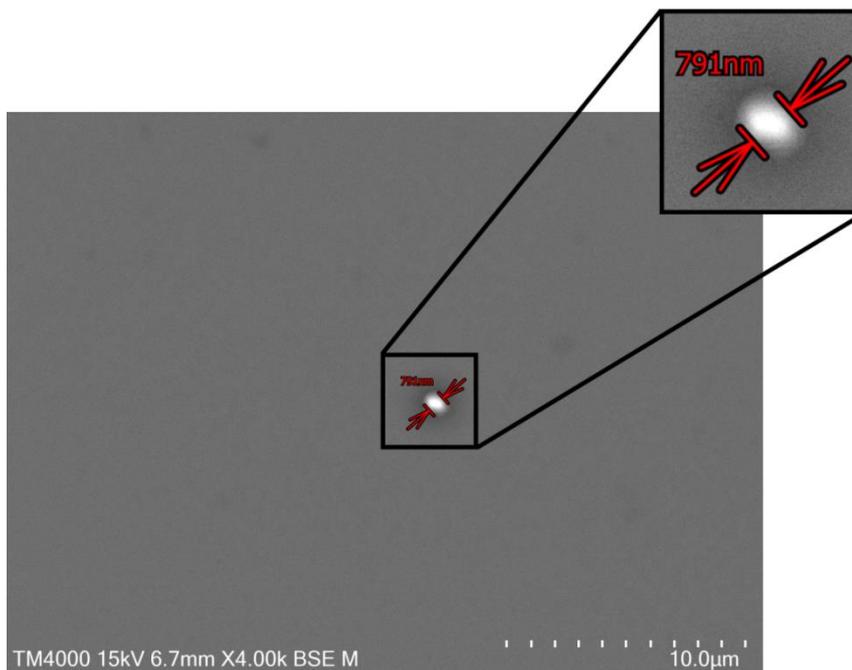
Figura 25 – Nanopartículas de ZnO: a) amostra ZnO5; b) amostra ZnO6.



Fonte: Autoria própria, 2019.

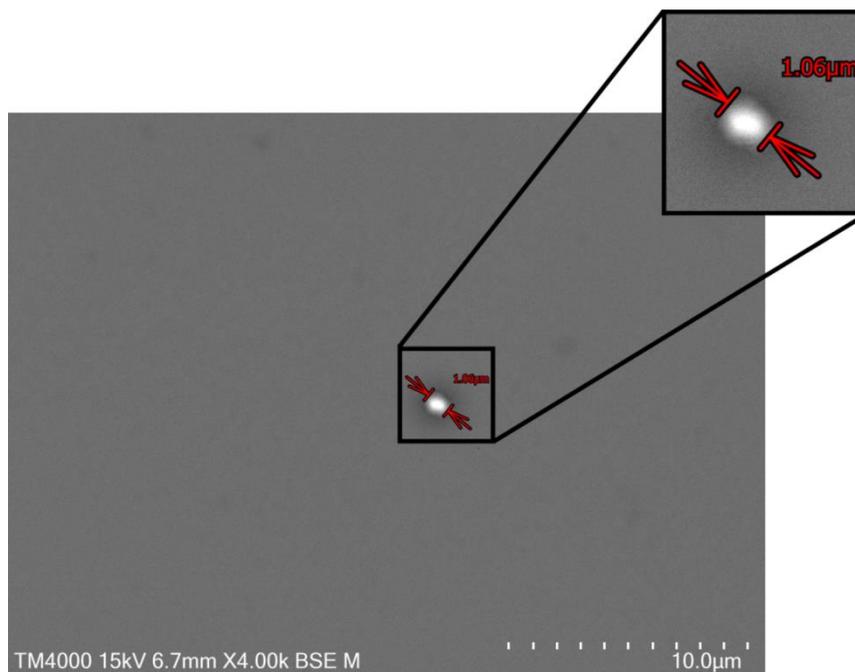
As dimensões dos pequenos pontos ovais foram medidas em dois sentidos. A parte menor e a parte maior apresentaram tamanhos de 0,79 μm e 1,06 μm , respectivamente (FIGURA 26 e FIGURA 27). Contudo, devido às limitações apresentadas na resolução do equipamento, não é possível afirmar que os pontos seriam partículas isoladas. Além disso, foi utilizado o modo de elétrons retroespalhados, o que torna mais difícil a visualização comparando com elétrons secundários. Faz-se, então, necessária uma investigação, futura, sobre a presença de nanopartículas nesse sistema. A presença de cristalitos nanométricos são indícios da presença de nanopartículas, contudo para averiguar o tamanho das partículas faz-se necessária a utilização de microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Figura 26 – Nanopartículas ZnO6 tamanho aproximado 0,79 μm .



Fonte: Aatoria própria, 2019.

Figura 27 – Nanopartículas ZnO6 tamanho aproximado 1,06 μm .

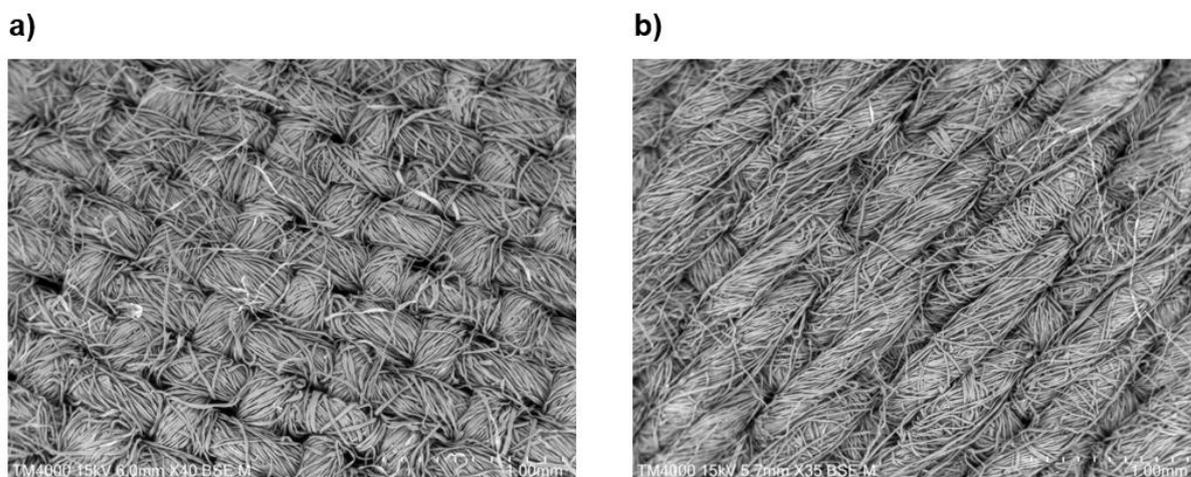


Fonte: Aatoria própria, 2019.

A morfologia das amostras de tecido sem tratamento foi analisada. As diferenças nas tramas dos dois diferentes tecidos (tafetá e sarja) ficaram bem caracterizadas (FIGURA 28). Na FIGURA 28a observa-se o padrão do tipo tabuleiro

de xadrez que é característico da armação tafetá. Na FIGURA 28b observa-se o padrão diagonal que é característico da armação sarja.

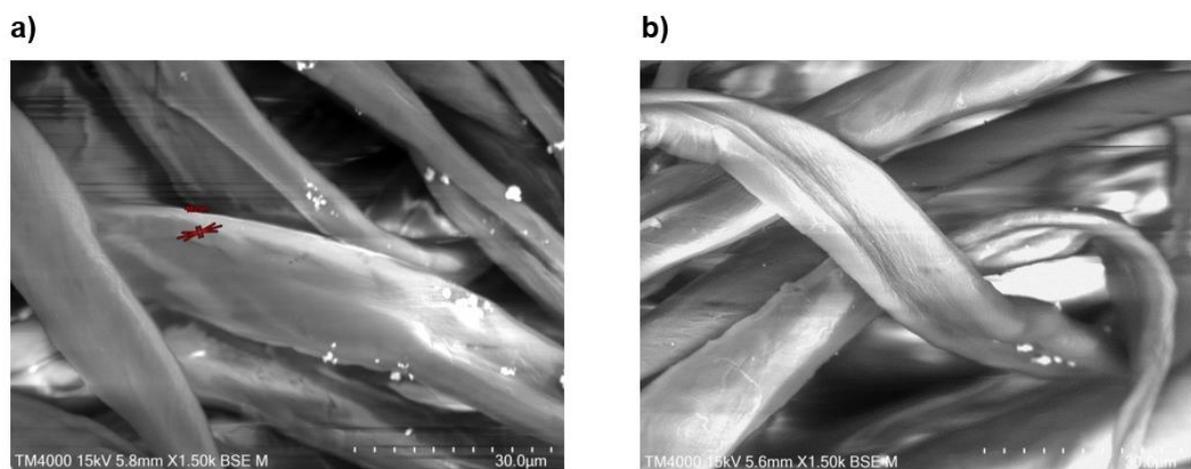
Figura 28 –Micrografia de varredura eletrônica obtida por elétrons retroespalhados, sob tensão de 15 kv dos tecidos: a) tafetá sem nanopartículas com magnificação de 40 vezes; b) sarja sem nanopartículas com magnificação de 35 vezes.



Fonte: Autoria própria, 2019.

Nas imagens dos tecidos que receberam tratamento (FIGURA 29), foi observada a presença dos mesmos aglomerados observados na FIGURA 25.

Figura 29 – Tecidos: a) tafetá com nanopartículas; b) sarja com nanopartículas.

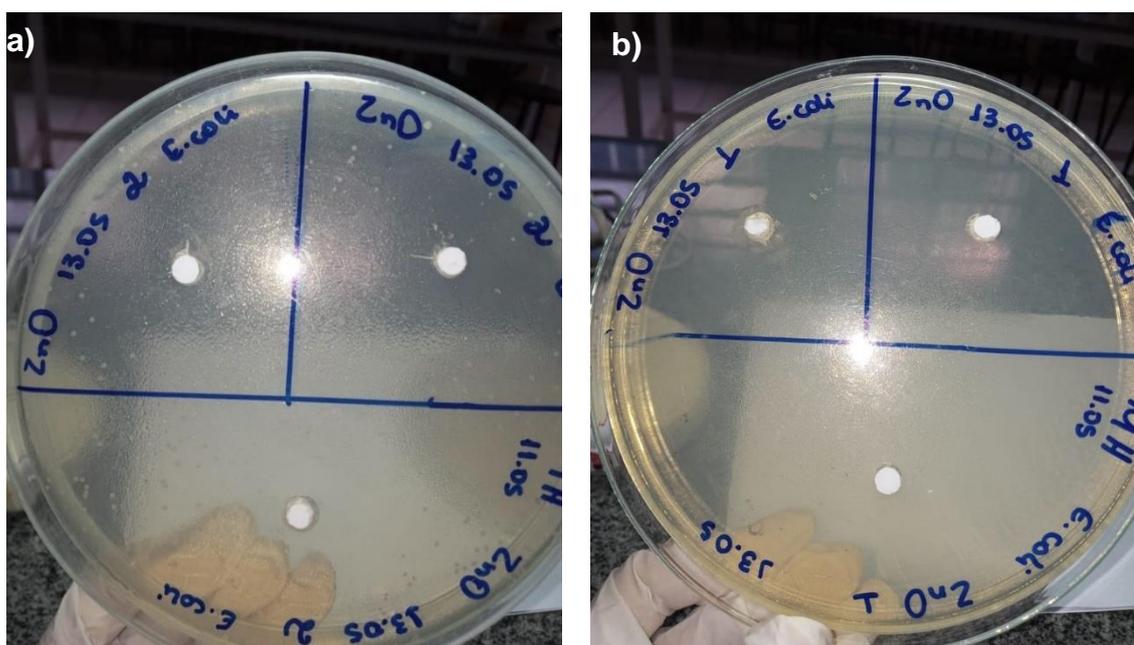


Fonte: Autoria própria, 2019.

4.3 TESTES DE AÇÃO ANTIMICROBIANA NAS NANOPARTÍCULAS DE ZnO

Os testes com a bactéria *Escherichia coli* (ATCC 35218) foram realizados em triplicatas em uma mesma placa, sendo utilizadas duas placas, ou seja, foram realizados dois testes em triplicatas. Após as 24 horas finais do teste, as placas de Petri foram retiradas da estufa para a medição do halo de inibição. Contudo, essa medida não foi possível de ser realizada, pois em ambas as amostras ocorreu a inibição quase que completa das colônias de bactérias presentes nas placas. Em uma das placas, foram observadas poucas colônias espalhadas (semelhantes a bolhas), mas bem distantes do agente antimicrobiano (FIGURA 30a). Na outra placa, foram observadas poucas colônias, mas na extremidade da placa (FIGURA 30b). Esse resultado indica alta sensibilidade da *Escherichia coli* ao óxido de zinco sintetizado, o que era esperado, uma vez que, o ZnO está na fase wurtizita (hexagonal). Contudo, como a inibição das bactérias ocorreu de maneira tão significativa, foi algo além do esperado, e é provável que isso seja resultado da concentração utilizada em conjunto com o tamanho da partícula. No trabalho de Arab (2018), não foram relatadas zonas de inibição nas análises com as nanopartículas de ZnO (tamanho ~15 nm) frente a *E. coli*, o que foi justificado pela maior resistência a agentes antibacterianos, geralmente, apresentada pelas bactérias gram-negativas. Já no trabalho de Mohr *et al.* (2017), foram observadas zonas de inibição de $(7,0 \pm 1,5)$ mm, que foram menores em comparação com a zonas de inibição geradas frente a *S. Aureus*.

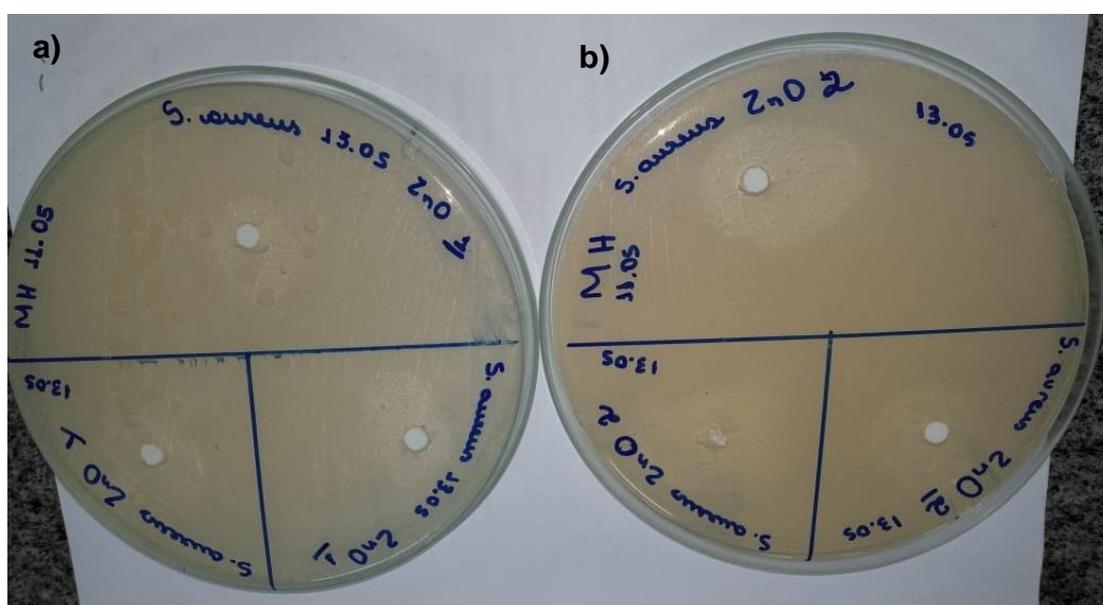
Figura 30 – Resultado dos testes realizados com *Escherichia coli*: a) colônias isoladas espalhadas pela placa; b) colônias isoladas na borda.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Assim como os testes com *E. coli*, os testes com a bactéria *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923) foram realizados em triplicatas em uma mesma placa. Foram utilizadas duas placas de Petri (FIGURA 31).

Figura 31 – Resultado dos testes realizados com *Staphylococcus aureus*: a) halo com (27 ± 6) mm; b) halo com (33 ± 6) mm.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Como resultado, obteve-se grandes halos em volta das amostras de ZnO sintetizado, indicando, assim, a sensibilidade do *S. aureus* a esse agente antimicrobiano. O tamanho médio do halo em uma das placas foi de (27 ± 6) mm (FIGURA 31a), enquanto na outra foi de (33 ± 6) mm (FIGURA 31b). O tamanho dos halos encontrados foi maior do que o descrito por Arab (2018), cujas zonas de inibição para as nanopartículas de ZnO foram de $(14 \pm 0,05)$ mm para as sintetizadas pelo método de precipitação (tamanho de 25 a 30 nm) e de $(12 \pm 0,05)$ mm para aquelas que foram sintetizadas por ultrassom (~ 15 nm), ambos frente à bactéria *S. aureus*. No trabalho de Mohr *et al.* (2017), foram observadas zonas de inibição de $(11,0 \pm 0,6)$ mm frente a *S. aureus*, o que reforça a influência da concentração nos resultados.

4.4 TESTES DE AÇÃO ANTIMICROBIANA NOS TECIDOS COM NANOPARTÍCULAS DE ZnO

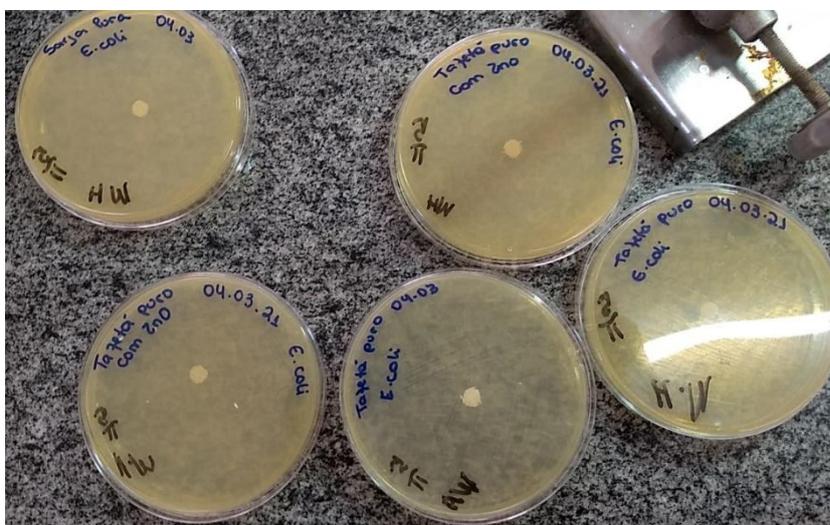
Para os testes realizados com a bactéria *Escherichia coli* (ATCC 35218), foi colocada uma amostra de tecido por placa de Petri, com a finalidade de minimizar possíveis contaminações e facilitar a medição dos halos de inibição. Contudo, mesmo com esses cuidados, os testes realizados nos tecidos com ZnO não apresentaram inibição ao crescimento das bactérias. O resultado observado foi igual para os tecidos com e sem o agente antimicrobiano, ou seja, nos dois casos as colônias cresceram por todas as placas de maneira uniforme, inclusive sobre as amostras dos tecidos (FIGURA 32, FIGURA 33 e FIGURA 34).

Figura 32 – Vista dos resultados 5 das 12 placas em que foram realizados os testes nos tecidos com e sem nanopartículas de ZnO.



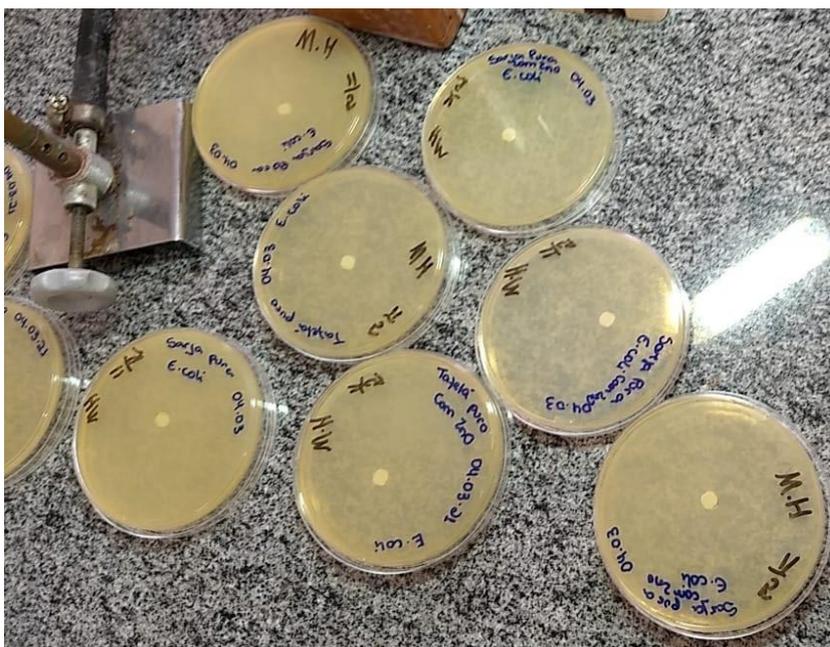
Fonte: Autoria própria, 2021.

Figura 33 – Vista dos resultados 4 das 12 placas em que foram realizados os testes nos tecidos com e sem nanopartículas de ZnO.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Figura 34 – Vista dos resultados 7 das 12 placas em que foram realizados os testes nos tecidos com e sem nanopartículas de ZnO.

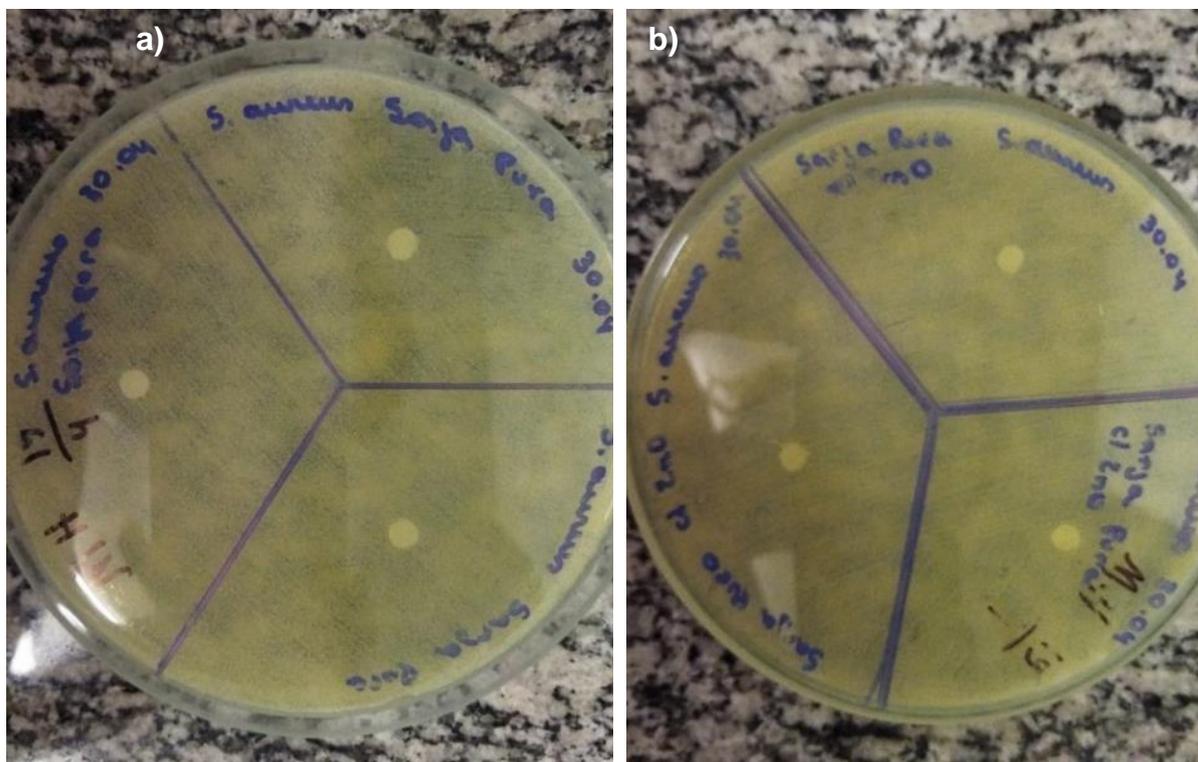


Fonte: Autoria própria, 2021.

Os testes com a bactéria *Staphylococcus aureus* (CCCD 25923) foram realizados com as triplicatas em uma mesma placa. Para os tecidos de armação sarja,

assim como no caso da *E. coli*, as bactérias foram resistentes à ação do ZnO sintetizado. Elas cresceram por toda a extensão da placa (FIGURA 35).

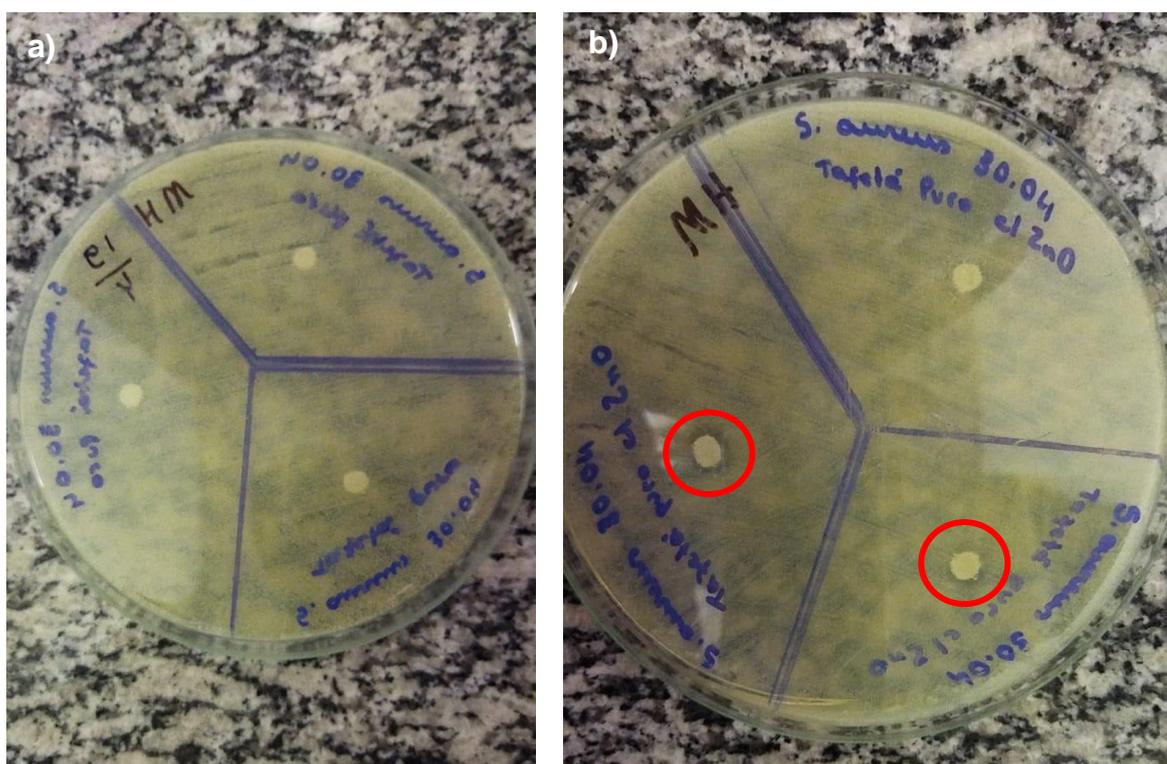
Figure 35 – Resultado dos testes realizados com *S. aureus*: a) sarja pura; b) sarja com nanopartículas de ZnO.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Entretanto, no caso dos tecidos de tafetá (FIGURA 36), foi observado um pequeno halo bem próximo às amostras, em dois dos três tecidos com ZnO (FIGURA 35b). Porém, mesmo apresentando um halo, nesses casos, sua medição não foi considerada, pois quando ocorre o crescimento de bactérias tão próximo das amostras, o resultado também é considerado como sendo resistente.

Figure 36 – Resultado dos testes realizados com *S. aureus*: a) tafetá puro; b) tafetá com nanopartículas de ZnO.



Fonte: Autoria própria, 2021.

Mesmo os testes do *S. aureus* com halo não sendo considerados como sensível, a presença do halo pode ser um indicativo da melhor aderência do ZnO no tecido de tafetá. Isso deve ter acontecido, provavelmente, pelo fato de o tafetá ser uma armação que apresenta uma distribuição igualitária de fios do urdume e da trama (SENAI, 2015d). Isso deve gerar uma maior proximidade dos fios. É provável que os espaços entre as fibras sejam menores, o que deve contribuir para o aumento na adesão do óxido de zinco no tecido de tafetá em relação ao tecido de sarja. Porém, como os resultados apresentados foram sutis, requer-se investigação futura para uma avaliação mais segura.

Nos testes com os têxteis, justifica-se a utilização de uma única concentração de ZnO pela indisponibilidade de material devido à pandemia da COVID-19, que impossibilitou a produção de mais óxido de zinco. Vale ressaltar que a concentração do material impregnado nos tecidos foi a maior possível, dentro da quantidade de material disponível, e que estava de acordo com a literatura encontrada. Porém, os trabalhos que apresentaram uma concentração próxima, ou menor que a que foi

utilizada na deposição, o processo de impregnação ocorreu por meio da utilização do método *pad-dry-cure* (AHMAD *et al.*, 2020), ou por meio de processos sonoquímicos (SALAT *et al.*, 2018; PETKOVA *et al.*, 2014), enquanto neste trabalho a deposição se aproximou mais do processo de esgotamento, uma vez que não tínhamos acesso a reatores necessários para a realização dos outros processos. Segundo Martins *et al.* (2015), a técnica de esgotamento consiste em fazer a imersão do tecido em uma solução com o agente a ser impregnado por tempo predeterminado.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho, teve como base a interdisciplinaridade do *design*, unindo conhecimentos da tecnologia têxtil e da química. Como objetivo geral, visou-se a confecção de um tecido com propriedades antimicrobianas, por meio da utilização de tecidos de algodão comerciais com armações diferentes (tafetá e sarja), onde foram aplicadas nanopartículas de óxido de zinco (ZnO).

A primeira parte da metodologia consistiu na síntese das nanopartículas, que foi realizada por meio de três rotas diferentes. Foram selecionadas três rotas, uma vez que, podem ocorrer lacunas nas sínteses publicadas e esperava-se que em pelo menos uma das reações o nanomaterial pretendido, nano ZnO na fase wurtzita (hexagonal), fosse sintetizado. Em seguida, as nanopartículas produzidas tiveram sua estrutura caracterizada por meio de difração de raios X (DRX) e concluiu-se que em todas as rotas foi obtido o material desejado.

Dentre as rotas produzidas, a escolhida para aplicação nos tecidos foi a rota 3, que foi preferida por apresentar o menor tamanho de cristalito (9 ± 1) nm e a maior facilidade de reprodução.

Além da caracterização por DRX, o material foi caracterizado morfológicamente por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Nas micrografias, do ZnO sintetizado, foram observadas estruturas isoladas em formato oval com dimensões de 0,79 μm e 1,06 μm . Contudo, será interessante, no futuro, uma maior investigação dessa natureza para averiguar o tamanho das partículas produzidas, uma vez que no MEV utilizado não foi possível realizar aumentos com maiores magnitudes, e só com o tamanho do cristalito não é possível afirmar que o material sintetizado encontra-se em escala nano.

O óxido de zinco produzido foi, então, aplicado nos tecidos comerciais com armação sarja e tafetá por meio de uma solução alcoólica contendo 0,2 g de ZnO. A concentração escolhida esteve de encontro com parte da literatura, porém, não há uma convergência quanto aos valores de ZnO que devem ser aplicados, sendo assim, foi escolhida a maior concentração possível com a massa de ZnO produzida, para a realização dos testes.

Após a impregnação, os tecidos foram submetidos a análise morfológica em MEV, onde foi possível visualizar as duas armações, bem como as partículas aplicadas sobre os têxteis.

Por fim, os testes mais importantes desta investigação foram os ensaios microbiológicos. O óxido de zinco sintetizado e os tecidos produzidos foram submetidos, em triplicata, a testes microbiológicos seguindo a metodologia de difusão em ágar, com duas bactérias distintas: *E. coli* (ATCC 35218) e *S. aureus* (CCCD 25923). No caso do óxido de zinco sintetizado, os testes mostraram que as bactérias apresentam sensibilidade a esse material. Isso foi observado por meio da inibição quase que total das colônias de *E. coli* e da formação de halos de inibição com diâmetros de (27 ± 6) mm e (33 ± 6) mm no caso da *S. aureus*. Diante dos resultados apresentados, pode-se concluir que nos experimentos com a bactéria *E. coli* observou-se de fato um comportamento atípico, pois, segundo Bonilla e García (2012), as bactérias gram-negativas, por possuírem uma membrana adicional com bicamada fosfolipídica, têm maior proteção na membrana citoplasmática. Isso justifica a maior resistência dessa classe de bactérias, quando comparadas às gram-positivas, que possuem apenas uma camada exterior, o que facilita a entrada de moléculas externas.

Em contrapartida, nos testes com tecidos, nenhuma das duas cepas apresentou sensibilidade frente ao ZnO impregnado. Contudo, foi observado no ensaio com *S. aureus* no tecido de tafetá com ZnO, a formação de halo de inibição bem próximo das amostras, o que pode ser um indicativo de que a armação tafetá apresenta melhor atividade antibacteriana comparada à armação sarja. Acredita-se, assim, que esse resultado para os tecidos deu-se pela baixa concentração de ZnO aplicado, uma vez que ele foi testado, isoladamente, e apresentou ação antimicrobiana. Além disso, durante a impregnação, parte do óxido de zinco não aderiu ao tecido, o que também pode ter influenciado nos resultados obtidos. Concluiu-se, assim, que é provável que dois ou mais fatores tenham influenciado nos resultados obtidos e que serão importantes pesquisas futuras que avaliem fatores como concentração e diferentes tipos de deposição.

Devido às dificuldades na execução prática deste trabalho, não foi possível a realização de mais sínteses, o que geraria mais ZnO e poderia-se, assim, investigar outras concentrações com o fim de se obter testes conclusivos quanto à atividade antimicrobiana em tecidos de mesma fibra, mas com armações diferentes. Faz-se, no futuro, necessária uma investigação que vise a análise de fatores como a variação na concentração e/ou técnicas de funcionalização têxtil para uma comparação mais robusta diante da variação nas armações.

Com este estudo surgiram novos questionamentos que abrem possibilidades para trabalhos futuros, como: o estudo da solidez à lavagem dos tecidos impregnados, investigação de novas metodologias de impregnação e comparação da ação bactericida do ZnO nas escalas micro e nano.

REFERÊNCIAS

AHMAD, N. et al. Multi-response optimization in the development of a superhydrophobic cotton fabric using ZnO nanoparticles mediated resin finish under taguchi based grey relational analysis and fuzzy logics approaches. **Fibers and Polymers**, Switzerland, v. 21, p. 1039-1051, may. 2020.

ALBERS, A. P. F. et al. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios x. **Cerâmica**, São Paulo, v. 48, n. 305, p. 34-37, jan. 2002.

ALCÂNTARA, M. R.; DALTIM, D. A química do processamento têxtil. **Química Nova**, São Paulo, v. 19, n. 3, p. 320-330, maio 1996.

ALVES, G. J. da S.; RAPHAELLI, N.; FANGUEIRO, R. Desenvolvimento sustentável na indústria têxtil: estudo de propriedades e características de malhas produzidas com fibras biodegradáveis. **Química Têxtil**, Barueri, n. 91, p. 13-23, jun. 2008.

AMORIM, W. G.; DIAS, M. R. Á. C. Design de superfície têxtil: técnica de ensino de estruturas têxteis planas. **Educação Gráfica**, Bauru, v. 21, n. 1, p. 146-158, abr. 2017.

ANDRADE, G. M. Um novo sensor têxtil de toque para aplicação em vestuário. **2º CONTEXMOD**, v. 1, n. 2, p. 15, 2014.

ARAB, F. E. **Avaliação da atividade antimicrobiana de nanopartículas de óxido de zinco, óxido de cobre e prata em bactérias Gram-positivas e Gram-negativas**. 2018. 95 f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) – Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2018.

BONILLA; A.M.; GARCÍA, M.F. Polymeric materials with antimicrobial activity. **Prog. Polym. Sci.**, v. 37, p. 281-339, feb. 2012.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 845 p.

CARNEIRO, P. A.; ZANONI, M. V. B. Corantes têxteis. In: ZANONI, A. V. B.; YAMANAKA, H. **Corantes**: caracterização química, toxicológica, métodos de detecção e tratamento. 1. ed. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2016. cap. 1, p. 13-36.

CARVALHO, M. de J. da S. **Tramas que o design tece**: têxteis do novo milênio - têxteis técnicos e inteligentes. 2004. 178 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, Porto, 2004.

CHATAIGNIER, G. **Fio a fio**: tecidos, moda e linguagem. São Paulo: Estação das Letras e Cores, 2012. 168 p.

CHOUDHURY, A. K. R. **Principles of textile finishing**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2017. 556 p.

COSTA, F. R. T. da. **Microscopia eletrônica de varredura**: potencialidades e aplicações. 2016. 51 f. Monografia (Bacharelado em Química Industrial) – Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal do Maranhão, São Luiz, 2016.

ÇAKIR, B. A. et al. Synthesis of ZnO nanoparticles using PS-b-PAA reverse micelle cores for UV protective, self-cleaning and antibacterial textile applications. **Colloids and surfaces A**: physicochemical and engineering aspects, v. 414, p. 132-139, nov. 2012

D'ÁGUA, R. M. de O. B. **Desenvolvimento de técnicas de impregnação de nanopartículas de óxido de zinco de baixo custo com propriedades antimicrobianas em tecidos**. 2015. 113 f. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) – Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2015.

DAS, M. P.; REBECCA, L. J. Evaluation of antibacterial efficacy of biogenic zinc oxide nanoparticles on cotton fabrics. **Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, India, v. 9, n. 12, p. 2553-2557, dez. 2017.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura**: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60 p.

DURÁN, N. et al. Antibacterial effect of silver nanoparticles produced by fungal process on textile fabrics and their effluent treatment. **Journal of Biomedical Nanotechnology**, v. 3, n. 2, p. 203–208, 2007.

EMÍDIO, L. de F. B. **Modelo modthink: o pensamento de design aplicado ao ensino-aprendizagem e desenvolvimento de competências cognitivas em modelagem do vestuário**. 2018. 229 f. Tese (Doutorado em Design) – Faculdade de Arquitetura, Artes e Comunicação, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Bauru, 2018.

FECZKÓ, T. et al. Textiles screen-printed with photochromic ethyl cellulose–spirooxazine composite nanoparticles. **Coloration Technology**, v. 129, n. 1, p. 18–23, 2013.

FERREIRA, A. J. S.; FERREIRA, F. B. N.; OLIVEIRA, F. R. Têxteis inteligentes: uma breve revisão da literatura. **Redige**, Rio de Janeiro, v. 5, n. 1, p. 1-22, abr. 2014.

GASI, F.; BITTENCOURT, E. Estudos das propriedades de conforto em tecidos de malha das fibras sintéticas de poliéster e poliamida 6.6. **Redige**, Rio de Janeiro, v. 1, n. 1, p. 11-126, 2010.

GOMES, A. V. S.; COSTA, N. R. V.; MOHALLEM, N. D. S. Os tecidos e a nanotecnologia. **Química Nova na Escola**, São Paulo, v. 34, n. 4, p. 288-296, nov. 2016.

GOMES, C. E. **Tendências tecnológicas no segmento brasileiro de têxteis técnicos: um exercício de prospecção**. 2016. 155 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Instituto Alberto Luiz Coimbra, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

GONÇALVES, M. do C. Microscopia eletrônica de varredura. In: CANEVAROLO JR., S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2004. p. 165-176.

GROSICKI, Zygmunt (Ed.). **Watson’s Textile Design and Colour: Elementary Weaves and Figured Fabrics**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2014. 391p.

GUARATINI, C. C. I.; ZANONI, M. V. B. Corantes têxteis. **Química Nova**, São Paulo, v. 23, n. 1, p. 71-78, jan. 2000.

GUTAROWSKA, B.; MICHALSKI, A. Microbial degradation of woven fabrics and protection against biodegradation. In: JEON, H. **Woven Fabrics**. Rijeka: InTech, 2012. cap. 10, p. 267-296.

HARDIN, I.; KIM, Y. Nanotechnology for antimicrobial textiles. In: SUN, G. **Antimicrobial Textiles**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2016. cap. 6, p. 87-97.

HILGENBERG, B.; PRANGE, A.; VOSSEBEIN, L. Testing and regulation of antimicrobial textiles. In: SUN, G. **Antimicrobial Textiles**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2016. cap. 2, p. 7-18.

ISENMANN, A. F. **Corantes**. Timóteo: [s.n.], 2013. 345 p.

JONES, S. J. **Fashion design**: manual do estilista. São Paulo: Cosac Naify, 2005. 240 p.

KRUCKEN, L. Competências para o design na sociedade contemporânea. In: MORAES, D. de; KRUCKEN, L. **Design e transversalidade**. 1. ed. Belo Horizonte: Santa Clara, 2008. v. 1, n. 2, cap. 2, p. 23-32.

KUMAR, R. et al. Antimicrobial properties of ZnO nanomaterials: a review. **Ceramics International**, Netherlands, v. 43, n. 5, p. 3940-3961, abr. 2017.

LAVIER, J. **A roupa e a moda**: uma história concisa. São Paulo: Companhia das letras, 2010. 288 p.

LI, D.; SUN, G. Coloration of textiles with self-dispersible carbon black nanoparticles. **Dyes and Pigments**, v. 72, n. 2, p. 144 -149, 2007.

LIMA, M. M. de S. et al. Máscaras de tecido para a prevenção da COVID-19 e outras infecções respiratórias. **Revista Latino-Americana de Enfermagem**, v. 28, p. 1-8, ago. 2020.

LIMA, P. G. Moda, necessidade e consumo. **Actas de Diseño**, Buenos Aires, v. 9, p. 128-131, jul. 2010.

LIPOVSKY, A. et al. Antifungal activity of ZnO nanoparticles – the role of ROS mediated cell injury. **Nanotechnology**, Bristol, v. 22, n. 10, p.1-5, mar. 2011.

LOBO, R. N.; LIMEIRA, E. T. N. P.; MARQUES, R. do N. **Fundamentos da tecnologia têxtil**: da concepção da fibra ao processo de estamparia. 1. ed. São Paulo: Érica, 2014. 120 p. (Série Eixos).

MAGALHÃES, A. P. S. A. de. **Atividade antimicrobiana em têxteis**. 2015. 105 f. Dissertação (Mestrado em Controlo de qualidade na Especialização de Água e Alimentos) – Faculdade de Farmácia, Universidade do Porto, Porto, 2015.

MAIA, G. A. R. et al. Aperfeiçoamento da produção de nanopartículas de óxido de zinco para aplicação em células solares zinco para aplicação em células solares. **Cerâmica**, São Paulo, v. 62, n. 361, p. 91-97, 2016.

MANNHEIMER, W. A. **Microscopia dos materiais**. Rio de Janeiro: E-papers, 2002. 222 p.

MARQUES, C. da S.; ARAÚJO, C. C. de; BRANCO, E. de S. A importância da lavanderia no controle de infecção em um hospital de pequeno porte. **Revista de Administração Hospitalar e Inovação em Saúde**, Belo Horizonte, n. 7, p. 80-86, dez. 2011.

MARTINS, T. G. et al. Comparação da eficiência de diferentes técnicas (esgotamento e foulardagem) de fixação de permetrina em tecidos têxteis. **Revista Virtual de Química**, Niterói, v. 7, n. 4, p. 1119-1129, jul. 2015.

MCCARTHY, B. J. An overview of the technical textiles sector. In: HORROCK, A. R.; ANAND S. C. **Handbook of Technical Textiles**: technical textile processes. 2. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2016. v. 1, cap. 1, p. 1-20.

MENDOZA, L. E. R. **Funcionalização de tecidos têxteis com nanopartículas para proteção UV**. 2018. 101 f. Dissertação (Mestrado em Ciências no Programa de Pós-Graduação em Têxteis e Moda) – Escola de Artes, Ciências e Humanidades, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

MILLER, D. Por que a indumentária não é algo supercial. In: MILLER, D. **Trecos, troços e coisas**: estudos antropológicos sobre a cultura material. Rio de Janeiro: Zahar, 2013. v. 1, n. 2, cap. 1, p. 2165.

MOHR, L. C. et al. Efeito antimicrobiano de nanopartículas de ZnO E TiO₂ frente as bactérias S. aureus e E. coli. **Revista CSBEA**, v. 3, n. 1, set. 2017.

MORELLI, Graziela; DE SOUZA, Francieli da Rocha. O projeto de criação da Teciteca: um arquivo de tecidos para a pesquisa de acadêmicos do curso de Design de Moda. **Revista da UNIFEBE**, v. 1, n. 8, p. 172-189, jan. 2010.

NADI, A. et al. Evolution in the surface modification of textiles: a review. **Textile Progress**, Manchester, v. 50, n. 2, p. 67-108, 2018.

NEVES, J. O estado da arte dos têxteis técnicos aplicações práticas de micro e nano camadas. In: **Anais eletrônicos Encontro de Design e Tecnologia Têxtil**. Porto Alegre: UFRGS, 2007. Disponível em: <http://bit.ly/2HqFfdg>. Acesso em: 20 ago. 2019.

NOROUZI, M.; ZARE, Y.; KIANY, P. Nanoparticles as effective flame retardants for natural and synthetic textile polymers: Application, mechanism, and optimization. **Polymer Reviews**, v. 55, n. 3, p.531–560, may. 2015.

OLIVEIRA, G. I. A trama e a urdidura: o vocabulário têxtil e a história da língua portuguesa. **Filol. linguíst. port.**, São Paulo, v. 2, n. 13, p. 441-457, ago. 2011.

ORTELAN, N. et al. Máscaras de tecido em locais públicos: intervenção essencial na prevenção da COVID-19 no Brasil. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 26, p. 669-692, fev.2021.

PADMAVATHY, N.; VIJAYARAGHAVAN, R. Enhanced bioactivity of ZnO nanoparticles_an antimicrobial study. **Science and Technology of Advanced Materials**, London, v. 9, n. 3, p. 1-7, set. 2008.

PEREIRA, C. et al. Designing novel hybrid materials by one-pot co-condensation: From hydrophobic mesoporous silica nanoparticles to superamphiphobic cotton textiles. **ACS Appl Mater Interfaces**, v. 3, n. 7,p. 2289–2299, may. 2011.

PERELSHTEIN, I. et al. A one-step process for the antimicrobial finishing of textiles with crystalline TiO₂ nanoparticles. *Chemistry – A European Journal*, v. 18, n. 15, p. 4575–4582, mar. 2012.

PERELSHTEIN, I. et al. Sonochemical coating of silver nanoparticles on textile fabrics (nylon, polyester and cotton) and their antibacterial activity. **Nanotechnology**, v. 19, n. 24, p. 245705, may. 2008.

PETKOVA, Petya et al. Sonochemical coating of textiles with hybrid ZnO/chitosan antimicrobial nanoparticles. **ACS applied materials & interfaces**, Washington, v. 6, n. 2, p. 1164-1172, jan. 2014.

PEZZOLO, D. B. **Tecidos**: histórias, tramas, tipos e usos. 4. ed. São Paulo: Editora Senac, 2013. 328 p.

PINHEIRO, J. I. D. et al. **Probabilidade e Estatística**: quantificando a Incerteza. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012. 544p.

PINHO, E. et al. Antimicrobial activity assessment of textiles: standard methods comparison. **Annals of Microbiology**, v. 61, n. 3, p. 493-498, set. 2011.

PORTO, R. C. T. et al. Nanopartículas de óxido de zinco sintetizadas pelo método poliol: caracterização e avaliação da atividade antibacteriana. **Matéria** (Rio J.), Rio de Janeiro, v. 22, 2017. Suplemento 1.

PRIMC, G. et al. Biodegradability of oxygen-plasma treated cellulose textile functionalized with ZnO nanoparticles as antibacterial treatment. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 49, n. 32, p. 324002, jul. 2016.

RAN, J. et al. Growing ZnO nanoparticles on polydopamine-templated cotton fabrics for durable antimicrobial activity and UV protection. **Polymers**, Basel, v. 10, n. 5, p. 495, maio 2018.

REZENDE, C. P. **Preparação, caracterização e aplicação do ZnO para produção de radioisótopos de gálio**. 2011. 149 f. Tese (Doutorado em Química) – Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

SALEM, V. **Tingimento têxtil** : fibras, conceitos e tecnologias. São Paulo: Blucher: Golden Tecnologia, 2010. 298 p.

SÁNCHEZ, J. C. Têxteis inteligentes. **Química Têxtil**, Barueri, n. 82, p. 58-77, mar. 2006.

SANTOS, H. N. dos; REZENDE, E. J. C. ; ARAÚJO, D. I. S. . A Influência do Design no Desenvolvimento de Vestuário Hospitalar para Pacientes. **Estudos em Design**, v. 22, p. 63-79, 2014.

SALAT, M. et al. Durable antimicrobial cotton textiles coated sonochemically with ZnO nanoparticles embedded in an in-situ enzymatically generated bioadhesive. **Carbohydrate polymers**, v. 189, p. 198-203, jun. 2018.

SCHERRER, P. Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. **Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse**, p. 98-100, 1918. Disponível em: <http://eudml.org/doc/59018> *apud* HOLZWARTH, U.; GIBSON, N. The scherrer equation versus the 'debye-scherrer equation'. **Nature Nanotechnology**, s.l., v. 6, p. 534, ago. 2011.

SCHIOZER, A. L.; BARATA, L. E. S. Estabilidade de corantes e pigmentos de origem vegetal. **Revista Fitos**, Rio de Janeiro, v. 3, n. 2, p. 6-24, jun. 2007.

SELVAM, S.; SUNDRARAJAN, M. Functionalization of cotton fabric with PVP/ZnO nanoparticles for improved reactive dyeability and antibacterial activity. **Carbohydrate polymers**, v. 87, n. 2, p. 1419-1424, jan. 2012.

SENAI. **Beneficiamento têxtil**. São Paulo: SENAI-SP Editora, 2015a. 186 p. (Têxtil).

SENAI. **Malharia**. São Paulo: SENAI-SP Editora, 2015b. 176 p. (Têxtil).

SENAI. **Tecelagem**. São Paulo: SENAI-SP Editora, 2015c. 188 p. (Têxtil).

SENAI. **Tecnologia dos processos têxteis**. São Paulo: SENAI-SP Editora, 2015d. 116 p. (Têxtil).

SHAHIDI, S.; WIENER, J. Antibacterial agents in textile industry. In: BOBBARALA, V. **Antimicrobial agents**. Rijeka: InTech, 2012. cap. 19, p. 387-406.

SILVEIRA, I. Usabilidade do vestuário: fatores técnicos/funcionais. **ModaPalavra e-periódico**, Florianópolis, v. 1, n. 1, p. 21-39, jan. 2008.

SIRELKHATIM, A. et al. Review on zinc oxide nanoparticles: Antibacterial activity and toxicity mechanism. **Nano-Micro Letters**, Shanghai, v. 7, n. 3, p. 219-242, abr. 2015.

SINGH, G. et al. Evaluation of antibacterial activity of ZnO nanoparticles coated sonochemically onto textile fabrics. **Journal of microbiology, biotechnology and food sciences**, v. 2021, p. 106-120, aug. 2021.

SOUZA, F. A. de; PACHECO, N. M. R. de A. C. Funcionalização de materiais têxteis. **Revista Icônica**, Apucarana, v. 2, n. 1, p. 107-122, 2016.

SUBASH, A. A. et al. Preparation, characterization, and functional analysis of zinc oxide nanoparticle-coated cotton fabric for antibacterial efficacy. **Journal of the Textile Institute**, London, v. 103, n. 3, p. 298-303, apr. 2012.

SUN, G. Introduction: development of antimicrobial textiles. In: SUN, G. **Antimicrobial Textiles**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2016. cap. 1, p. 1-3.

SUNTAKO, R. Effect of zinc oxide nanoparticles synthesized by a precipitation method on mechanical and morphological properties of the CR foam. **Bulletin of Materials Science**, Cham, v. 38, n. 4, p. 1033-1038, ago. 2015.

SURESH, D. et al. Green synthesis of multifunctional zinc oxide (ZnO) nanoparticles using Cassia fistula plant extract and their photodegradative, antioxidant and antibacterial activities. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 31, p. 446-454, mar. 2015.

TIMOTHY, R.; PRAGASAM, A. J. A. Effect of weave structures and zinc oxide nanoparticles on the ultraviolet protection of cotton fabrics. **FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe**, Lodz, v. 127, n. 1, p. 113-119, jan. 2018.

UDALE, J. **Fundamentos do design de moda**: tecidos e moda. Porto Alegre: Bookman, 2009. 176 p.

UFPR. Tipo de pesquisa. Disponível em:
<http://www.ergonomia.ufpr.br/Tipos%20de%20Pesquisa.pdf> . Acesso
em: 30 mai. 2021.

VASANTHARAJ, S. et al. Synthesis of ecofriendly copper oxide nanoparticles for fabrication over tex-tile fabrics: Characterization of antibacterial activity and dye degradation potential. **Journal of Pho-tochemistry and Photobiology B: Biology**, v. 191, p. 143 – 149, 2019.

YADAV, A. et al. Functional finishing in cotton fabrics using zinc oxide nanoparticles. **Bulletin of Materials Science**, Bangalore, v. 29, n. 6, p. 641-645, nov. 2006.

ZHANG, L. et al. Investigation into the antibacterial behaviour of suspensions of ZnO nanoparticles (ZnO nanofiuds). **Journal of Nanoparticle Research**, s.l., v. 9, n. 3, p. 479-489, jun. 2007.

ZHANG, M. et al. Fabrication of superhydrophobic cotton textiles for water-oil separation based on drop-coating route. **Carbohydrate Polymers**, s.l., v. 97, n. 1, p. 59-64, ago. 2013.