

Aline Heloisa Rauh Harbs

USO DE METIL- β -CICLODEXTRINA NO TINGIMENTO TÊXTIL

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao Curso de Engenharia Têxtil da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de bacharel em Engenharia Têxtil.

Orientadora: Profa. Dra. Catia Rosana Lange de Aguiar

Coorientadora: Profa. Dra. Andrea Cristiane Krause Bierhalz

Blumenau

2019

Ficha de identificação da obra

Harbs, Aline Heloisa Rauh Uso de Metil- β -Ciclodextrina no Tingimento Têxtil
/ Aline Heloisa Rauh Harbs ; orientadora, Catia Rosana Lange de Aguiar, coorientadora, Andrea Cristiane Krause Bierhalz, 2019.
64 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Graduação em Engenharia Têxtil, Blumenau, 2019.

Inclui referências.

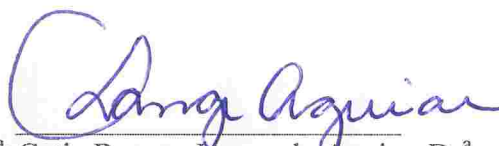
1. Engenharia Têxtil. 2. ciclodextrina. 3. tingimento. 4. algodão. 5. corantes ácidos. I. de Aguiar, Catia Rosana Lange. II. Bierhalz, Andrea Cristiane Krause . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia Têxtil. IV. Título.

Aline Heloísa Rauh Harbs

USO DE β -CICLODEXTRINA NO TINGIMENTO TÊXTIL

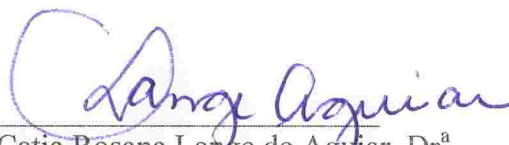
Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do Título de Engenheiro Têxtil, e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia Têxtil.

Blumenau, 11 de julho de 2019.




Prof^a. Catia Rosana Lange de Aguiar, Dr^a.
Coordenador do Curso

Banca Examinadora:



Prof^a. Catia Rosana Lange de Aguiar, Dr^a.
Orientadora
Universidade Federal de Santa Catarina



Prof. Fernando Ribeiro Oliveira, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina



Prof^a. Ana Paula Serafini Immich Boemo, Dr^a.
Universidade Federal de Santa Catarina
(videoconferência)

Este trabalho é dedicado à minha família e amigos.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Catia Rosana Lange de Aguiar e à minha coorientadora Andrea Cristiane Krause Bierhalz, pelo apoio, incentivo, disponibilidade, paciência, seriedade e cuidado durante todo o processo de desenvolvimento do presente trabalho de conclusão de curso.

À minha família – mãe, pai, irmão e namorado – pelo apoio interminável e incentivo durante os anos de graduação.

Aos laboratórios LABENE (Campus Blumenau), LAFITE (Senai Brusque), LCME (Florianópolis) e LTE (Campus Blumenau), pela realização de experimentos e análises necessárias para o desenvolvimento do presente trabalho.

A todos, muito obrigada.

Aqueles que passam por nós, não vão sós, não nos deixam sós.
Deixam um pouco de si, e levam um pouco de nós.
(Antoine de Saint-Exupéry)

RESUMO

A maior parte dos tingimentos de fibras celulósicas, como o algodão, é realizado com corantes diretos e reativos. Contudo, devido às características químicas destes corantes, não é possível tingir algodão com cores vivas e fluorescentes como é possível com fibras sintéticas com corantes ácidos e dispersos. A β -ciclodextrina é uma molécula com capacidade de complexação de diferentes moléculas, que pode realizar a ponte entre o corante e a superfície do substrato, e os estudos desta molécula como auxiliar têxtil tem aumentado. Com o objetivo de viabilizar o tingimento de algodão com um corante ácido fluorescente, foi utilizado como auxiliar de tingimento a metil- β -ciclodextrina. Para estudar tal interação, foram tingidas amostras de malha de algodão com metil- β -ciclodextrina e corante ácido Flavina 8G (C.I. 184), analisando a influência de pH, concentração de ciclodextrina, concentração de corante, diferentes auxiliares e processos. Para a interpretação dos dados, curvas cinéticas e das isotermas de Langmuir e Freundlich foram empregadas. Também foi avaliada a solidez a luz, lavagem, água e fricção dos substratos tingidos, além dos grupos funcionais por FTIR e a superfície do substrato por microscopia de varredura. Verificou-se que o processo em pH ácido e concentrações entre 3 e 7% de ciclodextrina apresentaram resultados com melhor desempenho.

Palavras-chave: ciclodextrina, tingimento, algodão, corantes ácidos.

ABSTRACT

Most of the dyeing of cellulosic fibers, such as cotton, is done with direct and reactive dyes. However, due to chemical characteristics of these dyes, it is not possible to dye cotton with bright, fluorescent colors, as it's done with synthetic fibers with acid and disperse dyes. β -Cyclodextrin is a molecule capable of forming complexes with different components, being able to connect the dye with the surface of the substrate, and studies of the use of this molecule as textile auxiliary are expanding. In order to enable the coloring of cotton with an acid fluorescent dye, methyl- β -Cyclodextrin was used as an auxiliary. To study that interaction, Knitted cotton samples were dyed with methyl- β -cyclodextrin and acid dye Acid Yellow 184, analyzing the influence of pH, Cyclodextrin concentration, dye concentration and different auxiliaries and processes. In order to interpret the data, the Langmuir and Freundlich isotherms and dyeing kinetics were used. Fastness to different factors were analyzed, as well as functional groups through FTIR and the substrate's surface through scanning electron microscopy. It was verified that the process in acid pH and Cyclodextrin concentrations between 3 and 7% presented results with the best performance.

Palavras-chave: Cyclodextrin, dyeing, cotton, acid dyes.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura e dimensões das ciclodextrinas α , β e γ	17
Figura 2: Estrutura química da metil- β -ciclodextrina.....	18
Figura 3: Representação esquemática do fenômeno de inclusão	19
Figura 4: Representação esquemática da relação entre CD e visitante	19
Figura 5: Curva de Tingimento	23
Figura 6: Isoterma de Langmuir	24
Figura 7: Isoterma de Freundlich.....	24
Figura 8: Isotermas de adsorção	25
Figura 9: Espaço CIELab	26
Figura 10: Fluxograma da metodologia aplicada	31
Figura 11: Processo de pré-alvejamento	32
Figura 12: Processo de tingimento	33
Figura 13: Fluxograma de definição do método de complexação.....	34
Figura 14: Tingimentos com ciclodextrina.....	43
Figura 15: Isoterma de Langmuir	46
Figura 16: Isoterma de Freundlich.....	47
Figura 17: q_e experimental e q_e calculado a partir da Isoterma de Freundlich	48
Figura 18: Cinética de Tingimento.....	49
Figura 19: Resultado da Análise em FTIR	53
Figura 20: Resultados de análise em MEV de amostra de algodão tingida com corante reativo (a, d, g, j), amostra de algodão tingida com corante ácido e auxílio de ciclodextrina (b, e, h, k), e amostra de algodão tingida sem auxílio de ciclodextrina (c, f, i, l)	54

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Descrição dos materiais utilizados	29
--	----

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Formulação do alveamento.....	31
Tabela 2: Formulação de tingimento para definição do pH	33
Tabela 3: Formulação da análise dos diferentes métodos de complexação de ciclodextrina com o corante.....	35
Tabela 4: Formulação de tingimento	36
Tabela 5: Formulação do tingimento das amostras analisadas.....	39
Tabela 6: Coordenadas CIELab de acordo com o método de complexação do corante com a ciclodextrina	44
Tabela 7: Coordenadas CIELab das amostras tingidas com diferentes combinações de corante e M- β -CD.....	45
Tabela 8: Valores de concentração inicial, final e q_e do tingimento para formação da isoterma	46
Tabela 9: Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à fricção	50
Tabela 10: Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à água	51
Tabela 11: Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à lavagem doméstica	51
Tabela 12: Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à lavagem doméstica	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CD – Ciclodextrina

CIELab – espaço de cor da CIE (International Commission on Illumination)

FTIR – Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

IR - Infravermelho

MEV – Microscópio eletrônico de varredura

M- β -CD – Metil- β -Ciclodextrina

pH – potencial hidrogeniônico

s. p. m. – sobre o peso do material

UV – Ultravioleta

UV-Vis – Ultravioleta/Visível

β -CD – β -Ciclodextrina

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	15
1.1.	OBJETIVO	15
1.1.1.	Objetivo Geral.....	15
1.1.2.	Objetivos Específicos	16
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1.	CICLODEXTRINAS	17
2.1.1.	Química das Ciclodextrinas.....	17
2.1.2.	Formação de Complexos.....	18
2.1.3.	Aplicação	20
2.1.4.	Aplicação em Têxteis.....	20
2.2.	TINGIMENTO TÊXTIL.....	22
2.2.1.	Tingimento por Esgotamento	22
2.2.2.	Cinética de Tingimento	23
2.2.3.	Isoterma de Tingimento.....	23
2.2.4.	Corantes	27
2.2.4.1.	Corantes Ácidos	27
2.2.5.	Colorimetria.....	27
3.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
3.1.	MATERIAIS	29
3.2.	MÉTODOS.....	30
3.2.1.	Pré-Alvejamento	31
3.2.2.	Definição do pH de tingimento e análise da ligação do corante flavina com o algodão.....	32
3.2.3.	Definição do método de complexação da metil-β-ciclodextrina com o corante ..	34
3.2.3.1.	Métodos de Complexação	34
3.2.3.2.	Tingimento das amostras para comparação dos métodos de complexação.....	35

3.2.4.	Análise da combinação de ciclodextrina e corante em diferentes concentrações	36
3.3.	ANÁLISES	37
3.3.1.	Avaliação da intensidade de cor	37
3.3.2.	Isoterma	37
3.3.3.	Cinética de Tingimento	38
3.3.4.	Testes de Solidez	38
3.3.4.1.	Solidez da cor à fricção	39
3.3.4.2.	Solidez da cor à passagem à quente	36
3.3.4.3.	Solidez da cor à água	40
3.3.4.4.	Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial	40
3.3.4.5.	Solidez da cor à luz	41
3.3.5.	Caracterização do substrato por meio de Análise de Espectrofotômetro de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	41
3.3.6.	Caracterização do substrato por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV)	42
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
4.1.	MÉTODOS	43
4.1.1.	Definição do pH de tingimento e análise da ligação do corante flavina com o algodão	43
4.1.2.	Definição do método de complexação da metil-β-ciclodextrina com o corante	43
4.1.3.	Análise da combinação de ciclodextrina e corante em diferentes concentrações	44
4.2.	ANÁLISES	45
4.2.1.	Isotermas de tingimento	45
4.2.2.	Cinética de Tingimento	48
4.2.3.	Testes de Solidez	49
4.2.3.1.	Solidez da cor à fricção	49
4.2.3.2.	Solidez da cor à passagem à quente	50
4.2.3.3.	Solidez da cor à água	50

4.2.3.4. Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial	51
4.2.3.5. Solidez da cor à luz	52
4.2.4. Caracterização do substrato por meio de Análise de Espectrofotômetro de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	52
4.2.5. Caracterização do substrato por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV)	54
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	57
REFERÊNCIAS.....	58
APÊNDICE A - Curva de Calibração	62
APÊNDICE B - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante ácido	62
APÊNDICE C - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante ácido com auxílio de ciclodextrina	63
APÊNDICE D - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante reativo	63

1 INTRODUÇÃO

As fibras têxteis são produzidas em uma larga gama de cores e podem ser tingidas com diferentes compostos e métodos, dependendo da sua classe, composição química e morfologia (CLARK, 2011). Hoje, o tingimento de algodão é realizado principalmente com corantes diretos ou reativos.

Apesar do tingimento de fibras celulósicas com corantes reativos e diretos ser amplamente aplicado, características de solidez e de durabilidade apresentam resultados inferiores quando comparadas com fibras sintéticas como poliéster, tingidas com corante disperso, e poliamida, tingida com corantes ácidos (CLARK, 2011). Corantes reativos e diretos também dispõem de uma gama de cores limitada, já que estes corantes não são produzidos em cores vivas ou fluorescentes.

Contudo, as fibras celulósicas, principalmente algodão, apresentam características positivas quando se trata de conforto térmico, caimento, absorção de umidade, entre outras, (NEEDLES, 1987) que se tornam atrativas para o consumidor. Com isto, a análise da viabilidade do uso de auxiliares que aumentam a substantividade da fibra de algodão com corantes alternativos, como ácidos ou dispersos, é válida.

Nos últimos anos, têm se estudado a ação das β -ciclodextrinas (CDs) no beneficiamento têxtil, principalmente com objetivo de complexação da ciclodextrina com diferentes compostos e ligação destes à superfície de tecidos. Alguns exemplos são aplicação de ácido benzoico, vanilina e iodo (LO NOSTRO, FRATONI E BAGLIONI, 2002), aromas e óleos (CRINI E LICHTFOUSE, 2018), corantes dispersos (IBRAHIM, E-ZAIRY E EID, 2009), entre outros compostos.

De modo geral, as CDs são utilizadas para melhorar as propriedades dos materiais, como resistência mecânica, elétrica, à chama (DELGADO, 1994), além de fixação de compostos com efeitos de desodorização, fragrância, proteção UV, resistência à água, resistência antibacteriana, retardante de chama e repelente de insetos (FOURMENTIN; CRINI; LICHTFOUSE, 2018). Neste trabalho, o uso da CD teve como objetivo promover a complexação com um corante ácido de forma a viabilizar o tingimento do algodão com cor fluorescente.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Analisar a viabilidade do tingimento de algodão com corantes ácidos com auxílio de metil- β -ciclodextrina.

1.1.2 Objetivos específicos

- Realizar o tingimento de algodão com corantes ácidos com e sem auxílio de metil- β -ciclodextrina, em diferentes concentrações.
- Avaliar as características colorimétricas das amostras.
- Comparar e avaliar os resultados dos tingimentos.
- Efetuar testes de solidez a luz, lavação, água e fricção das amostras tingidas.

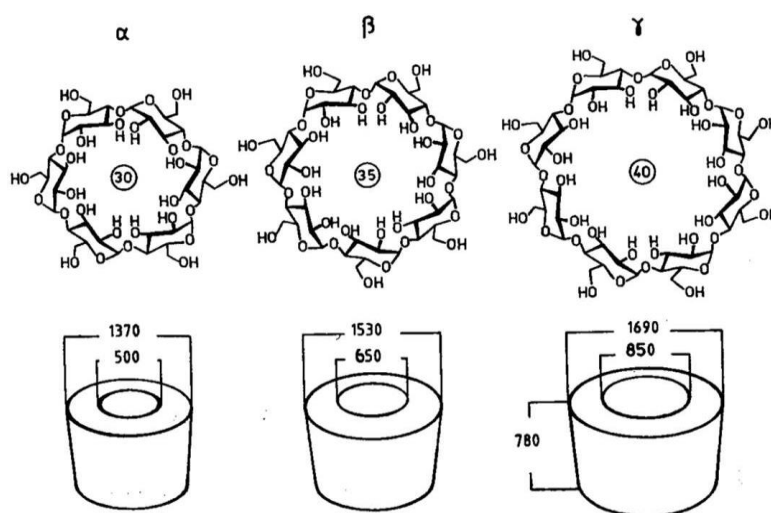
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CICLODEXTRINAS

2.1.1 Química das ciclodextrinas

As ciclodextrinas (CDs), também conhecidas como dextrinas de Schardinger, são uma série de oligossacarídeos produzidos pela ação da amilase de *Bacillus macerans* em amido e compostos relacionados (BENDER; KOMIYAMA, 1978). Ciclodextrinas são compostas por ligações α -(1,4) de unidades de D-glucopiranosose e são caracterizadas pela quantidade de glúcoses presentes na molécula. A classificação das CDs varia entre α -ciclodextrina, com seis unidades de glúcose, β -ciclodextrina, com sete unidades e γ -ciclodextrina, com oito unidades. O diâmetro interno das ciclodextrinas varia entre 500 pm para α -ciclodextrina e 850 pm para a γ -ciclodextrina, como pode ser visto na Figura 1.

Figura 1 - Estrutura e dimensões das ciclodextrinas α , β e γ .



Fonte: Application of Cyclodextrins in Textile Dyeing (VONCINA, 2011).

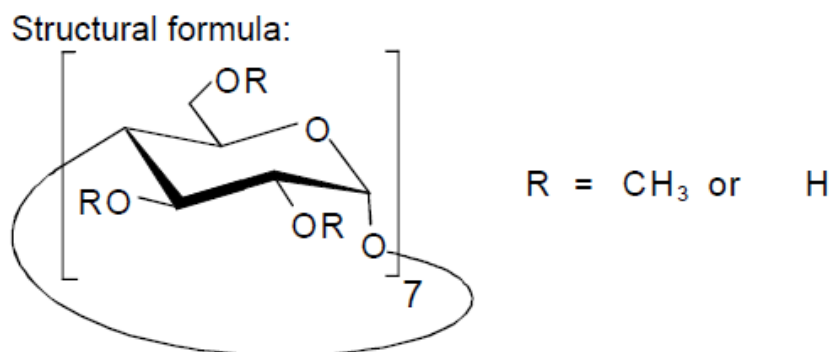
As ciclodextrinas possuem um formato cônico com todas as glúcoses em configuração de cadeira, e, devido ao arranjo dos grupos funcionais, os grupos hidroxila secundários se encontram de um lado do toro e os grupos de hidroxilas primárias do lado oposto. Segundo Bender e Komiyama (1978), por causa deste arranjo, o interior da ciclodextrina é apolar e

possui característica hidrofóbica. Já o lado exterior possui característica hidrofílica e é polar. Sua capacidade de encapsular diferentes compostos pode melhorar características físicas, químicas e biológicas da molécula visitante (SZEJTLI, 1988).

A β -ciclodextrina é a mais estudada para diferentes aplicações devido ao seu baixo preço, disponibilidade e capacidade de formação de complexos com variados compostos, em comparação com outras ciclodextrinas (FOURMENTIN; CRINI; LICHTFOUSE, 2018).

A metil- β -ciclodextrina, cuja estrutura química pode ser vista na Figura 2, que é um derivado altamente solúvel da β -ciclodextrina, possui temperatura de fusão entre 165 °C e 172 °C, solubilidade de 800 g/L em água, a 25 °C (WACKER, 2018). Tem boa solubilidade também em metanol, etanol, acetona, piridina, dimetil sulfóxido e dimetil formamida.

Figura 2 - Estrutura química da metil- β -ciclodextrina

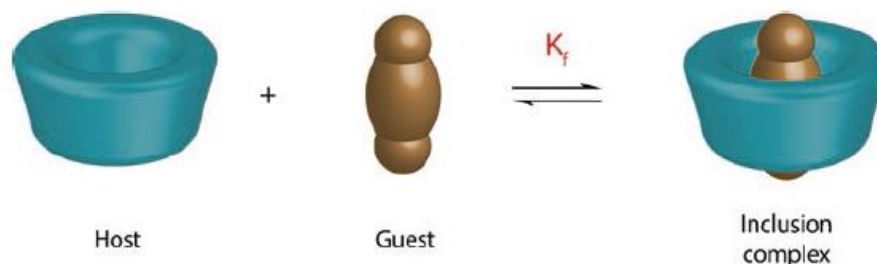


Fonte: Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos – CAVASOL W7 M (WACKER, 2018).

2.1.2 Formação de complexos

Uma das características mais importantes da ciclodextrina é a capacidade de formação de complexos com vários compostos, chamados de visitantes, sendo incluídos na cavidade das CDs, como visto na Figura 3. Segundo Bender e Komiyama (1978), compostos visitantes variam entre reagentes polares como ácidos, aminas, pequenos íons, ânions halogênios até hidrocarbonetos alifáticos e aromáticos altamente polares. A inclusão pode ser realizada em solução, utilizando água como solvente, ou em estado cristalino.

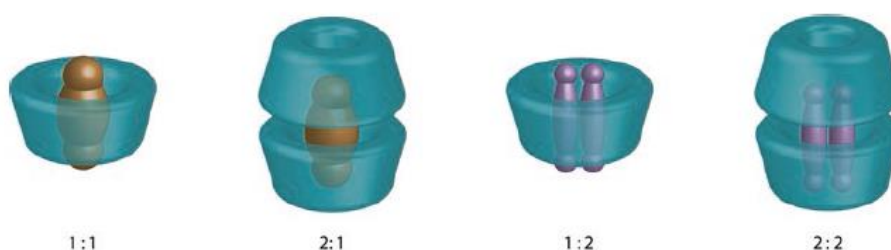
Figura 3 - Representação esquemática do fenômeno de inclusão



Fonte: Cyclodextrin Fundamentals, Reactivity and Analysis (FOURMENTIN; CRINI; LICHTFOUSE, 2018).

De modo geral, um complexo é forte quando há complementaridade entre visitante e a cavidade da ciclodextrina. A ligação entre a ciclodextrina e a molécula visitante não é fixa. Trata-se de uma relação de equilíbrio dinâmico entre ambos. Segundo Fourmentin, Crini e Lichtfouse (2018), dependendo do tamanho da molécula visitante, esta pode interagir com uma, duas ou mais ciclodextrinas, ou duas moléculas visitantes podem interagir com uma ciclodextrina apenas (Figura 4). Características geométricas são mais importantes do que características químicas para a formação de um complexo com a ciclodextrina (SZEJTLI, 1988).

Figura 4 - Representação esquemática da relação entre CD e visitante



Fonte: Cyclodextrin Fundamentals, Reactivity and Analysis (FOURMENTIN; CRINI; LICHTFOUSE, 2018).

A formação de complexos pode ser evidenciada por diferentes métodos de espectroscopia, como ressonância nuclear magnética, absorção, fluorescência, rotação ótica, entre outros, já que a complexação frequentemente causa alterações no espectro de absorção das substâncias.

Segundo Szejtli (1988), em princípio, não é necessária a presença de um solvente para a formação de um complexo entre a ciclodextrina e a molécula visitante. Misturando ciclodextrina cristalina com a molécula visitante, também em pó, em alguns meses é possível notar a formação de complexos. Porém, como o processo é muito lento, este pode ser realizado na presença de água. A fim de auxiliar o processo de complexação, a molécula visitante pode ser dissolvida em solvente orgânico como metanol, 2-metoxi-etanol, etileno glicol, dietileno glicol, glicerina, etc., dependendo da afinidade de molécula com a ciclodextrina.

A preparação de complexos de inclusão é simples, sendo o procedimento mais comum misturar, com auxílio de agitação, uma solução aquosa de ciclodextrina em água quente ou fria, neutra, alcalina ou ácida, dependendo da natureza do visitante, para evitar sua ionização, com solução do visitante. Podem ser utilizados solventes ou não.

2.1.3 Aplicação

As ciclodextrinas são utilizadas em diferentes setores da indústria e, na maioria dos casos, sua capacidade de complexação tem sido responsável pela versatilidade das aplicações. Dentre os setores que fazem uso das CDs estão o farmacêutico, alimentício, cosmético e químico, tanto na produção de pesticidas quanto em análises químicas (SZEJTLI, 1988). Começaram a ser utilizadas como agentes solubilizantes de drogas lipofílicas, excipientes para desenvolvimento de fórmulas e sistemas de entrega de fármacos. Segundo Fourmentin, Crini e Lichtfouse (2018), CDs são utilizadas para microencapsulação de aromas e óleos, síntese de compostos orgânicos, membranas, enzimas, além de descontaminação e extração de diferentes compostos.

2.1.3.1 Aplicação em têxteis

Dentro da indústria têxtil, as ciclodextrinas cumprem funções em diferentes partes do processo e possuem diferentes finalidades. Segundo Bhaskara-Amrit, Agrawal e Warmoeskersen (2011), o crescimento da procura por materiais com baixo impacto ambiental vem impulsionando o desenvolvimento de tecnologias baseadas em substâncias sustentáveis como polissacarídeos, ciclodextrinas, entre outros. As CDs podem ser utilizadas como acabamento têxtil, já que possui a capacidade de encapsular diferentes compostos, podendo

dar ao tecido diferentes características como desodorização, fragrância, proteção UV, resistência à água, resistência antibacteriana, retardante de chama e repelente de insetos (FOURMENTIN; CRINI; LICHTFOUSE, 2018).

Lo Nostro, Fraton e Baglioni (2002), por exemplo, adicionaram moléculas de ciclodextrina à superfície de Tencel® para adição de diferentes compostos no acabamento, como ácido benzoico, vanilina, iodo, entre outros. Os resultados indicaram que os compostos incluídos foram complexados com sucesso no interior das CDs, viabilizando a aplicação destas sobre o substrato. Além disto, a aplicação das ciclodextrinas não ocasionou diferença de toque do substrato, mantendo a maciez do tecido.

Uma das aplicações mais estudadas para as ciclodextrinas em têxteis é no processo de tingimento. Segundo Bhaskara-Amrit, Agrawal e Warmoeskerken (2011), as β -CDs tem a capacidade de absorver corantes, sendo utilizadas para reduzir a perda de corantes no efluente, além de melhorar a uniformidade e evitar migração de corante na lavagem. Em trabalho realizado por Ibrahim, E-Zairy e Eid(2009), monoclorotriazina- β -ciclodextrina foi utilizado para aumentar a substantividade de corantes dispersos em tecidos com celulose. Como resultado, os tingimentos obtidos mostraram melhora significativa na intensidade das cores.

A aplicação de ciclodextrinas como agente retardante tem sido investigada no tingimento de celulose com corantes diretos em método por esgotamento (CIRELI e YARDAKUL, 2006), onde a β -ciclodextrina foi testada como agente complexante de corante. Também foi estudado o uso de ciclodextrinas como retardante no tingimento de fibras de Acrílico com corantes catiônicos, e foi reportado que o efeito retardante das ciclodextrinas é comparável ao de um produto comercial a base de sal quaternário de amônio - Tinegal MR New da Ciba (VONCINA; VIVOD; JAUŁOVEC, 2007). O complexo entre CD e o corante catiônico não se difunde para dentro da fibra e tem baixa substantividade para o substrato têxtil. Pelo fato do complexo ser um equilíbrio dinâmico, o corante é facilmente solto e absorvido pelo tecido, retardando o tingimento.

Martins de Sá (2008) estudou o uso de corantes ácidos com auxílio de ciclodextrinas para tingimento de algodão com corantes fluorescentes. Este estudo utilizou o método de impregnação com relação de banho de 1:20, concentração do corante de 1 a 2 % e concentração de ciclodextrina de 0 a 20 % sobre o peso da amostra. Os melhores resultados

foram obtidos com a aplicação do corante por impregnação com CD, a pH alcalino e fixado a 180 °C durante 1 minuto.

2.2 TINGIMENTO TÊXTIL

A raça humana têm se interessado pela coloração de materiais desde tempos pré-históricos, demonstrado pela aplicação de corantes naturais em peles e têxteis. Estes corantes primitivos tinham maioria origem vegetal, com alguns de origem animal. O desenvolvimento estendido por muitos milhares de anos levou à produção de um processo de tingimento relativamente complicado (CLARK, 2011).

O desenvolvimento de estudos e novas tecnologias neste setor garantem o cumprimento do objetivo principal do tingimento: produzir uma cor uniforme sobre um substrato têxtil. A cor do substrato deve ser uniforme por todo o tecido, sem nenhum tipo de desnível ou alteração de tom. Existem muitos fatores que podem influenciar a aparência final da cor escolhida: textura do substrato, construção física e química do substrato além de pré e pós-tratamentos. A aplicação do corante pode ser realizada em três métodos principais: por esgotamento, impregnação e estamperia.

2.2.1 Tingimento por esgotamento

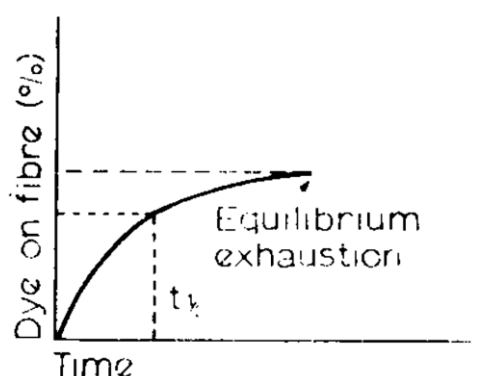
No tingimento por esgotamento, o corante é levado para a superfície da fibra pelo movimento do líquido e do tecido. O corante, absorvido pela fibra, é então difundido para o seu interior. A interação entre fibra e corante depende da natureza de ambos, e pode tanto ser física quanto química. São utilizadas soluções de corantes, usualmente aquecidas durante o processo e com uma razão substrato/líquido variando entre 1:8 até 1:30 (CLARK, 2011). De maneira geral, a taxa de tingimento por esgotamento depende de diferentes fatores, sendo estes: concentração de corante, razão de banho, temperatura de banho e auxiliares.

Um dos objetivos do processo de tingimento é um bom esgotamento do banho de tingimento – significando mais corante na fibra e menos corante no efluente. O tingimento chega a um equilíbrio depois de um tempo, ou seja, a quantidade de corante no substrato e no banho de tingimento não sofrem mais alteração.

2.2.2 Cinética de Tingimento

Segundo Trotman (1970), para estabelecer a cinética de tingimento, são construídos gráficos de taxa de tingimento, onde são plotadas a quantidade de corante absorvido em um eixo e o tempo em outro, conforme a Figura 5. Se for observado completo esgotamento do banho, a curva é assintótica e o ponto final é alcançado tão gradualmente, que é difícil determiná-lo.

Figura 5 - Curva de Tingimento



Fonte: Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres (TROTMAN, 1970)

É necessário fazer uma distinção entre a adsorção do corante pela fibra, e a difusão deste para o interior da fibra. Este segundo é o fator que determina as propriedades de tingimento (TROTMAN, 1970).

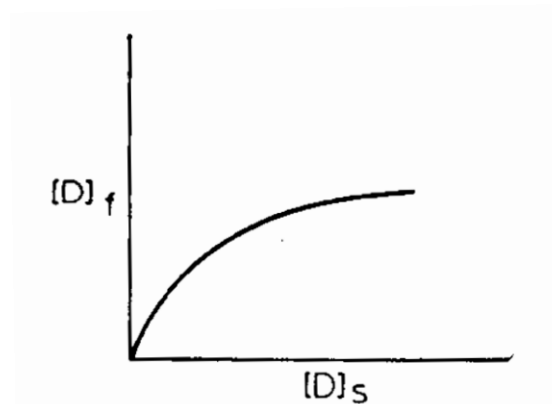
2.2.3 Isoterma de Tingimento

Isotermas de tingimento são obtidas plotando o corante absorvido pela fibra, em relação à concentração de corante no banho à temperatura constante. As curvas podem ser classificadas em três categorias, cada uma descrevendo um tipo diferente de fenômeno de tingimento (TROTMAN, 1970). Para classificação de tingimento de fibras e corantes com característica iônica, são utilizadas as isotermas de Langmuir e Freundlich.

Segundo Trotman (1970), o equilíbrio chamado de Langmuir é um tipo de isoterma que é encontrado onde há um número de locais definidos na fibra que podem entrar em

combinação com o corante, que é comumente encontrado em fibras proteicas, porém, também pode ser encontrado em tingimento de fibras celulósicas e sintéticas. Neste caso, quando $[D]_f$ é plotado contra $[D]_s$, sendo $[D]_f$ e $[D]_s$ coeficientes de difusão, a curva fica paralela com o eixo de $[D]_s$, conforme Figura 6 a seguir, quando todos os locais disponíveis na fibra são preenchidos. Na isoterma de Langmuir, corantes e fibras interagem fortemente, têm polaridade opostas e o corante tem uma afinidade específica, já que a fibra tem sítios limitados (SALEM, 2010).

Figura 6 - Isoterma de Langmuir



Fonte: Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres (TROTMAN, 1970)

Segundo Crini (2008), o modelo de Langmuir é descrito pela Equação 1, onde q_e (mg/g) representa a quantidade de soluto na fase sólida no equilíbrio, C_e (mg/L) é a concentração da fase líquida no equilíbrio, e K_L é a constante de Langmuir, que está relacionada com a capacidade de adsorção.

$$q_e = \frac{q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad (1)$$

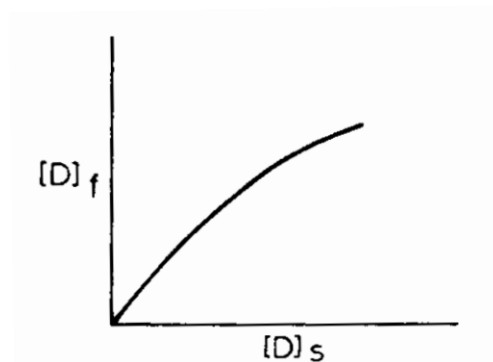
Onde sua forma linear é descrita na Equação 2:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L} + q_m C_e \quad (2)$$

O terceiro equilíbrio é o de Freundlich, que é aplicável para corantes diretos e cuba para fibras celulósicas (TROTMAN, 1970). Neste caso, a ligação não é realizada em locais específicos, portanto, não há fator de limitação estequiométrico. Neste caso, a adsorção é

rápida no começo porque os locais são facilmente acessíveis, mas se torna mais lenta conforme os locais ficam preenchidos. Por conseguinte, a curva $[D]_f/[D]_s$ não é uma linha reta e nem se torna paralela com o eixo horizontal, conforme a Figura 7 a seguir. A isoterma de Freundlich é característica de tingimentos onde fibra e corante têm a mesma polaridade, a interação entre corante e fibra é fraca – ligações de pontes de H e forças de Van der Waals (SALEM, 2010).

Figura 7 - Isoterma de Freundlich



Fonte: Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres (TROTMAN, 1970)

Segundo McGabe, Smith e Harriot (1993), a isoterma de Freundlich é representada pela Equação 3, onde K_F e n são as constantes de Freundlich, e q_e (mg/g) é a concentração na fase sólida do substrato no equilíbrio e C_e (mg/L) é a concentração na fase líquida. As constantes de Freundlich, K_F e n , estão relacionadas com a capacidade de adsorção, e com a intensidade de adsorção, respectivamente. Valores de n entre 1 e 10 indicam adsorção favorável.

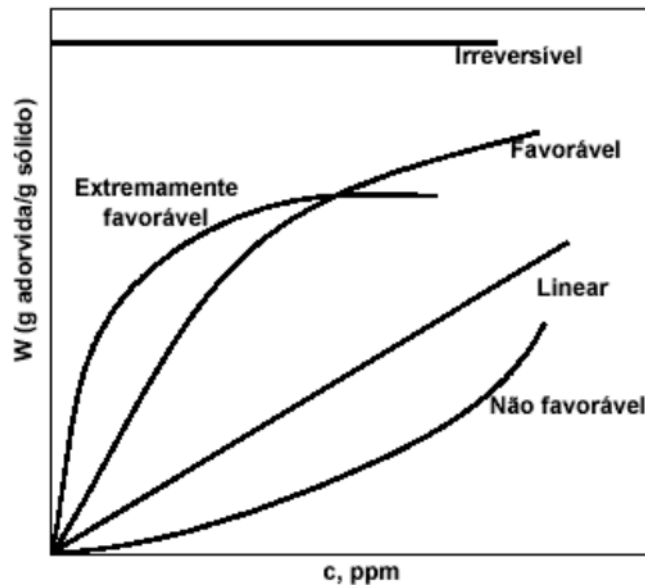
$$q_e = K_F C_e^{1/n} \quad (3)$$

Onde sua forma linear é descrita na Equação 4:

$$\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n_F} \ln C_e \quad (4)$$

Segundo McCabe, Smith e Harriot (1993), as isotermas de tingimento possuem alguns formatos comuns, que refletem o comportamento do mecanismo de adsorção do corante pela fibra. Alguns destes formatos podem ser vistos na Figura 8.

Figura 8 - Isotermas de adsorção



Fonte: Units operations of chemical engineering (MCCABE, SMITH E HARRIOT, 1993)

2.2.4 Corantes

Corantes podem ser classificados de diversas maneiras, e, segundo Clark (2011), algumas delas são: estrutura química, cor, aplicação, solidez, produtor, rota de síntese, data de invenção, entre outros. A classificação mais utilizada para o tipo de corante são as relativas ao grupo químico principal. São estes: corantes diretos, vat, sulfurosos, azoicos, reativos, ácidos, dispersos e básicos.

Para a aplicação sobre fibras celulósicas, são usualmente utilizados corantes diretos, sulfurosos, azoicos, a tina e reativos (SALEM, 2010), porém, estes corantes não possuem característica fluorescente, e não produzem cores *neon*, como rosa, verde e amarelo intensos. Conseqüentemente, substratos celulósicos não são produzidos em cores intensas e fluorescentes, limitando o leque de cores disponíveis nesta composição.

2.2.4.1 Corantes ácidos

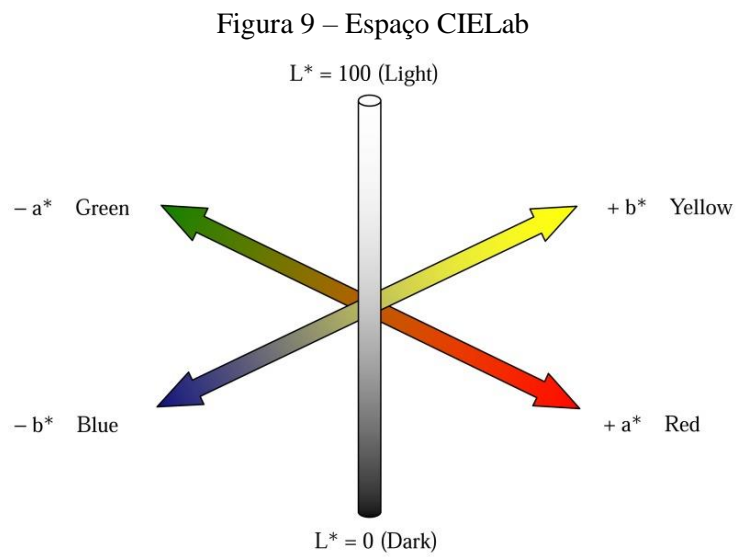
Corantes ácidos, por sua vez, contam com a capacidade de tingimento em cores fluorescentes, ou neon, com corantes como a Rodamina B ou Flavina. Corantes ácidos são utilizados principalmente no tingimento de poliamida, lã e seda e são aplicados comercialmente em sua maioria em fibras proteicas (lã e seda). Estes corantes são chamados de ácidos pelo fato de serem aplicados em banho ácido, e geralmente não possuem afinidade com fibras celulósicas. A maioria dos corantes ácidos são sais de sódio de ácidos aromáticos sulfônicos, apesar de alguns conterem grupos carboxílicos (MAHAPADRA, 2016).

2.2.5 Colorimetria

Após o tingimento do substrato, a amostra pode ser analisada quanto a cor, analisando características de uniformidade, cor, tonalidade, entre outras. O estudo das cores é denominado colorimetria, que tem como objetivo metrificar a cor em diferentes coordenadas. A análise da cor é usualmente realizada em coordenadas denominadas CIELab, criadas pela Comissão Internacional de Iluminação (CIE).

Segundo Schanda (2007), a cor é uma percepção individual de cada ser humano, e é importante clarificar que não é possível medir uma percepção. O que é medido pela colorimetria é o estímulo causado em consequência a essa percepção. Portanto, o sistema CIE de colorimetria é uma métrica psicofísica de estímulo de cor. A sensação de luz é produzida por radiação visível, dentro dos limites de 380 nm e 780 nm.

As coordenadas do espaço CIELab são definidas por uma série de equações, que levam em consideração estímulos gerados pela cor, que descrevem as coordenadas L^* (luminosidade), a^* (verde - vermelho) e b^* (azul – amarelo), como pode ser visto na Figura XX.



Fonte: Signature Optical Cues (LIEW, Oi et al., 2008).

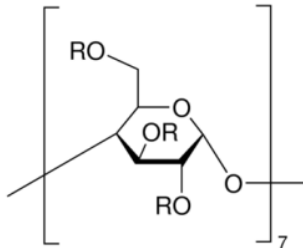
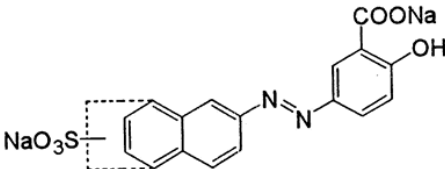
Assim, a cor analisada em equipamento adequado é classificada em três coordenadas. Cada cor possui sua classificação individual. Para comparação entre amostras, é utilizado o ΔE , que compara numericamente as coordenadas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Para a realização dos experimentos relatados no presente trabalho, foram utilizados os materiais detalhados no Quadro 1:

Quadro 1 - Descrição dos materiais utilizados

Material	Descrição	Fornecedor
Metil- β -Ciclodextrina	Peso Molecular: 1.310 g/mol Estrutura Molecular:  Fonte: Sigma Aldrich (2019) R = H ou -CH ₃	Sigma Aldrich Chemie GmbH (Estados Unidos)
Corante Flavina Trimacid 8G	Color Index: Acid Yellow 184 Estrutura molecular:  Fonte: World Dye Variety (2019)	TMX (Brasil)
Malha de Algodão	Gramatura: 180 g/m ² Estrutura: meia malha	PEMGIR Malhas (Brasil)
Peróxido de Hidrogênio	Fórmula Química: H ₂ O ₂ 50% PA	Peróxidos do Brasil - Solvay
Hidróxido de Sódio	Fórmula Química: NaOH	Buschle e Lepper

Continuação do Quadro 1 - Descrição dos materiais utilizados

TISSOCYL ON BR	Detergente umectante biodegradável de baixa espuma. Caráter Iônico: Aniônico.	Zschimmer & Schwarz (Alemanha)
WK COMPLEX FE-2	Agente de extração e dispersão de ferro com ação estabilizadora. Caráter iônico: Aniônico	Werken (Brasil)
Ácido Metanóico/Fórmico	Fórmula Química: CH ₂ O ₂ Utilizado para alteração do pH do banho.	Dinâmica Química Contemporânea Ltda. (Brasil)
Glicerina	Fórmula Química: HOCH ₂ CH(OH)CH ₂ OH PA Utilizada como agente complexante.	NEON (Brasil)
MK T-DI	Dispersante e igualizante com proteção coloidal para uso em processos em alta temperatura.	MK Química (Brasil)
GA 113	Agente doador de ácido orgânico para tingimento de poliamida e lã. Caráter Iônico: Não iônico	Prodaux (Brasil)

Fonte: A autora (2019)

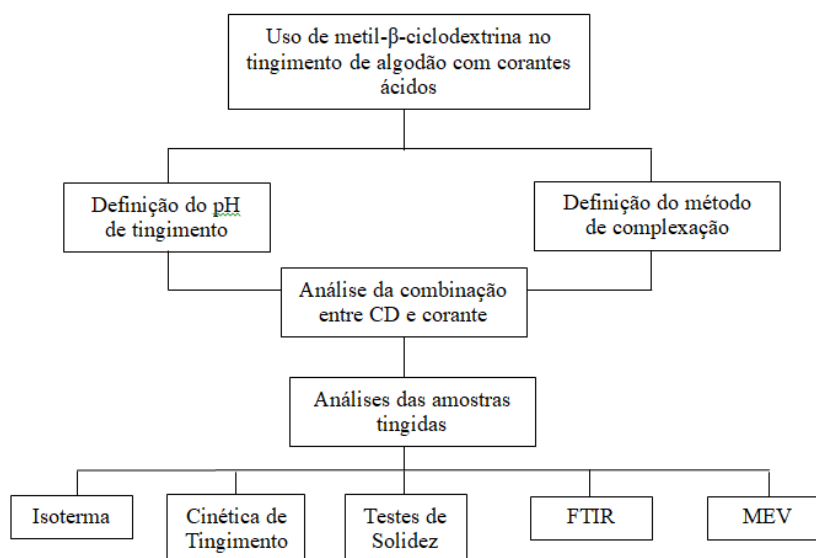
3.2 MÉTODOS

Com o objetivo de analisar a viabilidade do uso de metil- β -ciclodextrina como auxiliar no tingimento de algodão com corantes ácidos, foram desenvolvidos uma série de experimentos, descritos a seguir.

Para a realização dos processos de tingimento, foi utilizada a máquina de tingimento por canecos da empresa TexControl, modelo TC 2200, com aquecimento por infravermelho (IR). Todos os processos foram realizados com relação de banho 1:20, ou seja, para 1 grama de substrato, são necessários 20 mL de banho no caneco. As amostras de malha de 100 % algodão utilizadas foram cortadas em retângulos de 2,5 g cada.

A metodologia aplicada na análise do uso de metil- β -ciclodextrina pode ser vista na Figura 10.

Figura 10 - Fluxograma da metodologia aplicada



Fonte: A autora (2019)

3.2.1 Pré-Alveamento

As amostras de malha de algodão foram pré-alveadas conforme formulação descrita na Tabela 1.

Tabela 1 - Formulação do alveamento

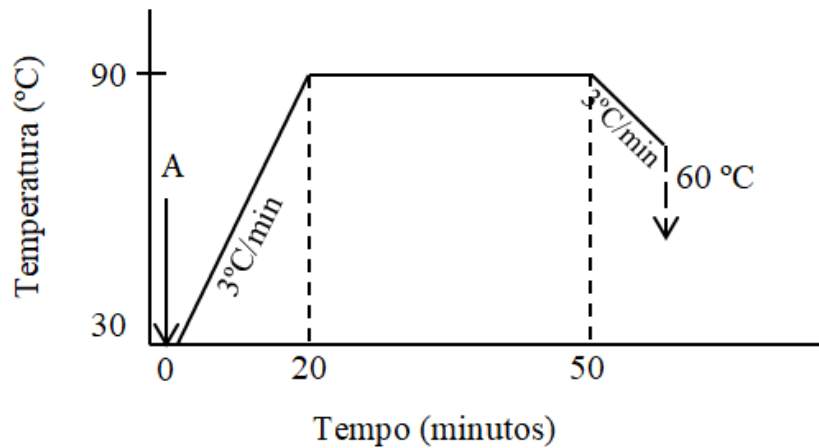
	Descrição	Concentração
A	Peróxido de Hidrogênio	4,0 g/L
	Soda Cáustica	4,0 g/L
	Detergente	1,0 g/L
	Sequestrante de Ferro	1,0 g/L

Fonte: A autora (2019)

O alveamento foi realizado por esgotamento em máquina de canecos. O processo realizado iniciou-se a temperatura ambiente (aprox. 30 °C), e com aquecimento de 3 °C por minuto, o banho foi aquecido até temperatura uniforme de 90 °C e circulou por 30 minutos até a finalização do processo. Em seguida as amostras foram lavadas em água corrente, dispostas

em bandejas plásticas secas em estufa a 60 °C até peso constante. O banho de alvejamento foi neutralizado com ácido fórmico e descartado. O processo empregado pode ser visto na Figura 11.

Figura 11 - Processo de pré-alvejamento



Fonte: A autora (2019)

3.2.2 Definição do pH de tingimento e análise da ligação do corante flavina com o algodão

Após o pré-alvejamento das amostras, foi realizado tingimento de seis amostras, conforme formulação descrita na Tabela 2, com o objetivo de escolher o pH cujo rendimento de tingimento apresentou melhor resultado. Os pHs analisados foram 5, 7 e 9, e os tingimentos foram realizados com 2 % de corante Trimacid Flavina (sobre o peso do material [s. p. m.]) e 0 e 10 % de ciclodextrina (s. p. m.), ambas adicionadas em A, no início do processo. Para ajuste do pH foram utilizados ácido fórmico e hidróxido de sódio.

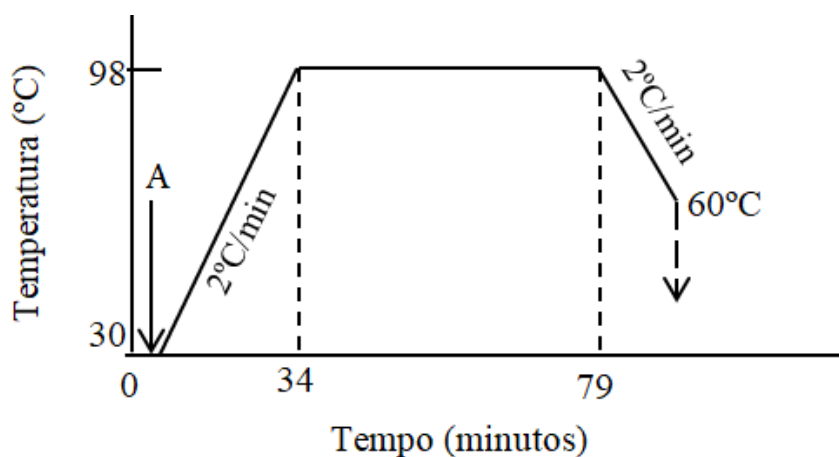
Tabela 2 - Formulação de tingimento para definição do pH

Corante (s. p. m.)	Metil- β -CD (s. p. m.)	pH
2%	10%	5
2%	10%	7
2%	10%	9
2%	0%	5
2%	0%	7
2%	0%	9

Fonte: A autora (2019)

O tingimento foi realizado em máquina de canecos. O corante e a metil- β -ciclodextrina foram adicionados conjuntamente no ponto A da Figura 12. O processo foi iniciado à temperatura ambiente (aprox. 30 °C), e o banho foi aquecido a uma taxa de 2 °C por minuto até temperatura uniforme de 98 °C. Após estabilização da temperatura, o banho circulou por 45 minutos e foi resfriado a uma taxa de 2 °C por minuto até atingir 60 °C, conforme processo apresentado na Figura 12.

Figura 12 - Processo de tingimento



Fonte: A autora (2019)

Após o tingimento, as amostras foram lavadas em água corrente e secas em estufa a 40 °C até peso constante.

Com estes tingimentos concluídos, foi escolhida a amostra tingida com pH de melhor resultado – ou seja, com coloração mais intensa visualmente.

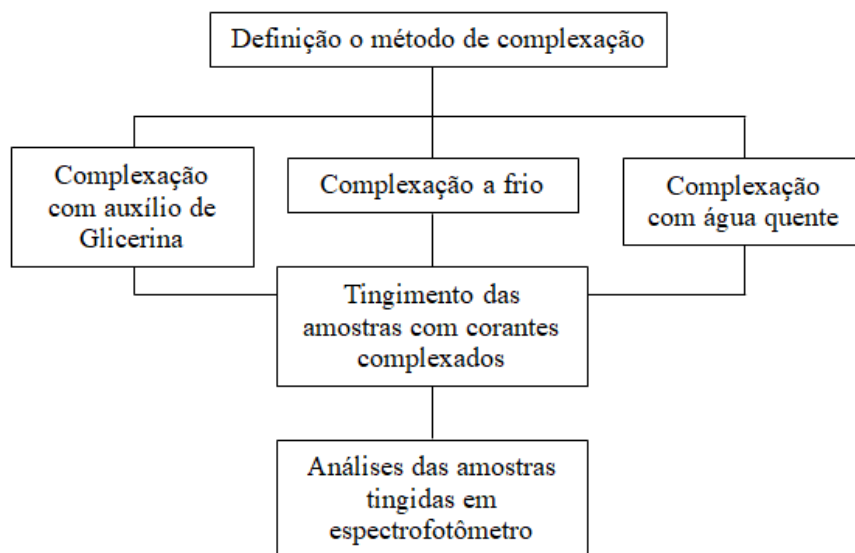
3.2.3 Definição do método de complexação da metil- β -ciclodextrina com o corante

3.2.3.1 Métodos de Complexação

Esta fase da metodologia tem como objetivo analisar diferentes formas de complexação do corante com a ciclodextrina, e escolher aquela que apresenta melhores resultados em termos de rendimento de tingimento. Segundo Szejtli (1988), a fim de auxiliar o processo de complexação, a molécula visitante pode ser dissolvida em solvente orgânico antes de ser misturada com a ciclodextrina. Além disto, a molécula visitante pode ser dissolvida em água quente e, sob agitação até resfriamento, complexada com a ciclodextrina. Tendo em vista que a água também pode ser utilizada como solvente de corante e ciclodextrina, um terceiro método é realizar a complexação do corante com a ciclodextrina a frio, sem necessidade de agitação prévia.

A Figura 13 apresenta a sequência adotada para a definição do método de complexação a ser utilizado.

Figura 13 - Fluxograma de definição do método de complexação



Fonte: A autora (2019)

Com isto, foram escolhidos estes entre diferentes métodos de complexação para teste:

- Complexação com auxílio de Glicerina: Este processo foi realizado a partir da mistura entre partes iguais de corante em pó e glicerina líquida 100 %, e a quantidade de ciclodextrina referente ao processo. A mistura foi, então, coberta com água e deixada sob

agitação até uniformização do líquido. Após este processo, o líquido foi transferido para um caneco de tingimento e foi realizado o tingimento.

- Complexação com água quente: Para este processo, água destilada foi aquecida até 90 °C e, sob agitação, a quantidade específica de corante e ciclodextrina foi adicionada ao béquer. O líquido foi mantido sob agitação até alcançar temperatura ambiente, e transferido para o caneco para tingimento.

- Complexação a frio: Para este processo, as quantidades específicas de ciclodextrina e corante foram adicionadas ao caneco de tingimento na presença de água, e, sem processo de complexação anterior, foi realizado o tingimento.

Os processos de complexação foram realizados conforme a Tabela 3.

Tabela 3 - Formulação da análise dos diferentes métodos de complexação de ciclodextrina com o corante

Corante (s. p. m.)	Metil-β-CD (s. p. m.)	Método de Complexação
3%	0%	-
3%	5%	Glicerina + Corante + Ciclodextrina
3%	10%	
3%	20%	
3%	5%	Ciclodextrina + Água quente + corante sob agitação
3%	10%	
3%	20%	
3%	5%	Ciclodextrina diretamente no caneco
3%	10%	
3%	20%	

Fonte: A autora (2019)

3.2.3.2 Tingimento das amostras para comparação dos métodos de complexação

O tingimento das amostras com o corante Flavina complexado com a ciclodextrina em diferentes métodos foi realizado conforme processo da Figura 12. Todos os componentes da formulação foram adicionados no ponto A. O tingimento iniciou-se com temperatura ambiente, e foi aquecido com taxa de aquecimento de 2 °C por minuto até 98 °C. O

tingimento circulou por 45 minutos e foi resfriado até 60 °C. Com estes tingimentos concluídos, as amostras foram lavadas em água corrente e secas em estufa a 45 °C. Estas foram analisadas quanto à intensidade de cor e foi escolhida a amostra tingida com método de complexação que apresentou melhor rendimento de tingimento, classificada por espectrofotômetro e visualmente.

3.2.4 Análise da combinação de ciclodextrina e corante em diferentes concentrações

Com objetivo de analisar a interação entre corante, fibra e ciclodextrina, foram tingidas amostras com diferentes concentrações de corante Flavina e de ciclodextrina, em pH 5, escolhido anteriormente. A quantidade de ciclodextrina foi variada entre 0 % e 7 % (s.p.m.), tendo em vista os resultados obtidos em etapas anteriores. Também foram analisadas diferentes concentrações de corante, variando entre 3 % e 5 % (s.p.m.).

Como auxiliares foram utilizados igualizante e doador ácido conforme a Tabela 4.

O processo de tingimento foi realizado em triplicatas de amostras de 2,5 g de malha de algodão pré-alvejado. O banho de tingimento com relação de banho 1:20 foi aquecido de temperatura ambiente (30 °C) até 98 °C com taxa de aquecimento de 2 °C por minuto. Após estabilização da temperatura, o banho circulou por 45 minutos e em seguida resfriado até 60 °C com taxa de 2 °C por minuto, conforme diagrama da Figura 12. O corante, metil- β -ciclodextrina, igualizante e doador ácido foram adicionados conjuntamente no ponto A.

Tabela 4 - Formulação de Tingimento

Metil- β -Ciclodextrina (s. p. m.)	Corante (s. p. m.)	Igualizante	Doador Ácido
3%	3%	2 g/L	1 g/L
3%	4%		
3%	5%		
5%	3%		
5%	4%		
5%	5%		
7%	3%		
7%	4%		
7%	5%		
0%	3%		

0%	4%		
0%	5%		

Fonte: A autora (2019)

As amostras foram lavadas em água corrente e secas em estufa a 45 °C em bandeja plástica até peso constante. As amostras foram analisadas em espectrofotômetro, e as que apresentaram coloração mais intensa foram escolhidas para análises seguintes.

3.3 ANÁLISES

3.3.1 Avaliação de intensidade de cor

As amostras foram analisadas em espectrofotômetro da marca Datacolor, modelo 500, quanto à intensidade de cor. Todas as amostras foram analisadas quanto às suas coordenadas CIELab, a fim de ter base para as análises seguintes. A análise foi realizada com iluminante D65, abertura de 9 mm e observador 10°. A principal análise realizada em espectrofotômetro foi para comparação entre amostras com e sem adição de ciclodextrina no processo.

3.3.2 Isotermas de tingimento

A isoterma de tingimento é a análise da taxa de absorção de corante pelo substrato sendo tingido (TROTMAN, 1970). Para construir a isoterma, o banho de tingimento, foi analisado antes e depois do processo, por espectrofotômetro UV-Vis da marca BEL Photonics, modelo UV-M51. A curva é construída a partir análise da concentração inicial e final de corante no banho em relação ao tempo do tingimento. São utilizadas diferentes concentrações para análise do comportamento do corante. As concentrações utilizadas foram: 2000 mg/L, 1500 mg/L, 750 mg/L e 300 mg/L.

O processo foi realizado conforme a Figura 12, e o corante, metil- β -ciclodextrina, igualizante e doador ácido foram adicionados conjuntamente no ponto A.

As amostras tingidas foram lavadas em água corrente e secas à 45 °C em estufa.

Com os dados de concentração inicial e final de corante nos tingimentos, foram calculados valores de C_e , concentração final de corante no banho, e q_e , quantidade de corante adsorvida no equilíbrio, por unidade de massa de substrato (mg/g), que é calculado segundo a Equação 5.

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)}{W} \cdot V \quad (5)$$

Sendo C_o a concentração inicial de corante (mg/L), W a massa da amostra (g) e V , o volume do banho (mL).

3.3.1 Cinética de Tingimento

A cinética de tingimento classifica o modo com que o corante é absorvido pela fibra. Para isto, são retiradas quantidades específicas do banho de tingimento em tempos pré-determinados, com objetivo criar uma curva relacionando o tempo de tingimento e a concentração do banho. O experimento foi realizado em duplicata.

O processo de tingimento seguiu o mesmo padrão do processo utilizado para formação da isoterma, que pode ser visto na Figura 12. Alíquotas do banho de tingimento foram coletadas nos tempos 0, 5, 15, 25 e 35 minutos, e ao final do tingimento para análise em espectrofotômetro. O tingimento foi realizado com formulação de 5 % ciclodextrina, 3 % corante, 2 g/L de igualizante e 1 g/L de doador ácido, adicionados em conjunto no início do tingimento.

3.3.2 Testes de Solidez

Todos os testes de solidez, com exceção do teste de solidez à luz que foi realizado com três amostras devido a limitações do laboratório LAFITE, foram realizados com amostras tingidas com a formulação descrita na Tabela 5:

Tabela 5 - Formulação do tingimento das amostras analisadas

Metil-β-Ciclodextrina (s. p. m.)	Corante (s. p. m.)	Igualizante	Doador ácido
5%	3%	2 g/L	1 g/L
5%	5%		
7%	4%		
7%	5%		

Fonte: A autora (2019)

As amostras foram tingidas seguindo processo de tingimento visto na Figura 12, e o corante, a metil- β -ciclodextrina, o igualizante e o doador ácido foram adicionados conjuntamente no ponto A.

As amostras foram escolhidas a partir da análise de intensidade de cor, descrita na etapa 3.4.1.

3.3.2.1 Solidez da cor à fricção

Para realização do teste de solidez à fricção, a metodologia utilizada foi baseada na ABNT NBR ISO 105: Ensaios de solidez à cor – Parte X12:2019: Solidez da cor à fricção.

Quatro amostras de cada formulação foram cortadas em corpos de prova de 140 mm por 50 mm, e testadas em equipamento Crockmeter de marca Kimak e modelo CA-11, com tecido testemunha de algodão desengomado e alvejado. Os testes foram realizados com tecidos testemunha secos (duas amostras) e úmidos (duas amostras), utilizando 20 ciclos, e velocidade de um ciclo por segundo.

Após a realização do teste, os tecidos testemunha foram analisados em espectrofotômetro Datacolor e em escala de cinza quanto a manchamento e alteração de cor, e classificados com notas variando entre 5 (nenhuma alteração/manchamento) e 1 (alta alteração/manchamento).

3.3.2.2 Solidez à passagem a quente

O teste de solidez à passagem a quente foi realizado de acordo com a norma ABNT NBR ISO 105: Ensaio de Solidez à cor – Parte X11:2018: Solidez à passagem a quente.

As amostras foram cortadas em corpos de prova de 40 mm por 100 mm, e colocadas sobre um tecido de algodão alvejado dentro do dispositivo de aquecimento de placas paralelas. Os tecidos foram, então, prensados sob pressão de 4 kPa e temperatura de 200 °C por 15 segundos, em prensa térmica de marca Maquinatec.

A avaliação de alteração de cor da amostra foi realizada visualmente e por espectrofotômetro de marca Datacolor imediatamente e após 4 horas. Também foi avaliada a transferência de cor do tecido testemunha por espectrofotômetro e por escala de branco quanto a manchamento e escala de cinza quanto a alteração, e classificados com notas variando entre 5 (nenhuma alteração/manchamento) e 1 (alta alteração/manchamento).

3.3.2.3 Solidez da cor à água

A solidez à água da amostra foi testada de acordo com a norma ABNT NBR ISO 105: Ensaio de Solidez à cor – Parte E01:2014: Solidez da cor à água.

As amostras foram preparadas em tamanho 40 mm por 100 mm e costuradas nas arestas menores com dois tecidos testemunha formando um sanduíche. O primeiro tecido era de algodão alvejado (mesmo material da amostra) e o segundo viscose. As amostras foram imersas em água grau 3 a uma relação de 1:50 por 30 minutos e disposta dentro de equipamento perspirômetro de marca TexControl, modelo TC 270. As amostras foram mantidas sob pressão 12,5 kPa por 4 horas em estufa a 37,0 °C.

Após o teste, as amostras e os tecidos testemunha foram analisados quanto a alteração de cor e migração em espectrofotômetro de marca Datacolor e por escala de cinza quanto a manchamento e alteração, e classificados com notas variando entre 5 (nenhuma alteração/manchamento) e 1 (alta alteração/manchamento).

3.3.2.4 Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial

A análise de solidez da cor à lavagem doméstica foi realizada com base na norma ABNT NBR ISO 105: Ensaio de Solidez à cor – Parte C06:2010: Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial.

As amostras foram cortadas e costuradas em formato sanduiche com tecidos testemunha de algodão e viscose. Em máquina para tingimento de canecos Texcontrol, as amostras foram lavadas com sabão doméstico em concentração de 4 g/L, a 40 °C por 30 minutos.

Após o teste, as amostras e os tecidos testemunha foram analisados quanto a alteração de cor e migração em espectrofotômetro e escala de branco quanto a manchamento e escala de cinza quanto a alteração, com classificação em notas variando entre 5 (nenhuma alteração/manchamento) a 1 (alta alteração/manchamento).

3.3.2.5 Solidez à luz

O teste de solidez à luz foi realizado conforme a norma ABNT NBR ISO 105: Ensaio de Solidez à cor – Parte B02:2019: Solidez da cor à luz artificial: Ensaio da lâmpada de desbotamento de arco de xenônio.

Foram analisadas três amostras de diferentes formulações de tingimento, sendo estas 7 % de ciclodextrina e 4 % de corante Flavina; 5 % de ciclodextrina e 5 % de corante Flavina; e a terceira sem adição de ciclodextrina e 4 % de corante Flavina.

As amostras foram submetidas à lâmpada de arco de xenônio por 25 horas, e analisadas quanto ao desbotamento em escala de cinza. As análises foram gentilmente realizadas pelo laboratório LAFITE do SENAI de Brusque. As amostras foram analisadas por escala de cinza por quanto a alteração, com classificação em notas variando entre 5 (nenhuma alteração/manchamento) a 1 (alta alteração/manchamento).

3.3.3 Caracterização do substrato por meio de Análise de Espectrofotômetro de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A análise de FTIR foi gentilmente realizada pelo Laboratório LTE da UFSC Campus Blumenau. As amostras foram analisadas em relação à transmitância, e analisadas em comparação com padrões de grupos funcionais.

Foram analisadas três amostras de diferentes formulações de tingimento, sendo 7 % de ciclodextrina e 4 % de corante Flavina; sem adição de ciclodextrina com 4 % de corante Flavina; e algodão tingido com corante 2 % de reativo amarelo, para comparação.

3.3.4 Caracterização do substrato por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi gentilmente realizada pelo laboratório LCME da UFSC Florianópolis.

Foram analisadas três amostras de diferentes formulações de tingimento, sendo 7% de ciclodextrina e 4% de corante Flavina; sem adição de ciclodextrina com 4% de corante Flavina; e algodão tingido com corante 2% de reativo amarelo.

As amostras de tecido foram cortadas em círculos de 1 cm de diâmetro, e colados sobre base metálica. Depois disto, a amostra foi coberta por ouro para realização da análise. As amostras foram analisadas com ampliação de 50x, 500x, 2500x e 5000x.

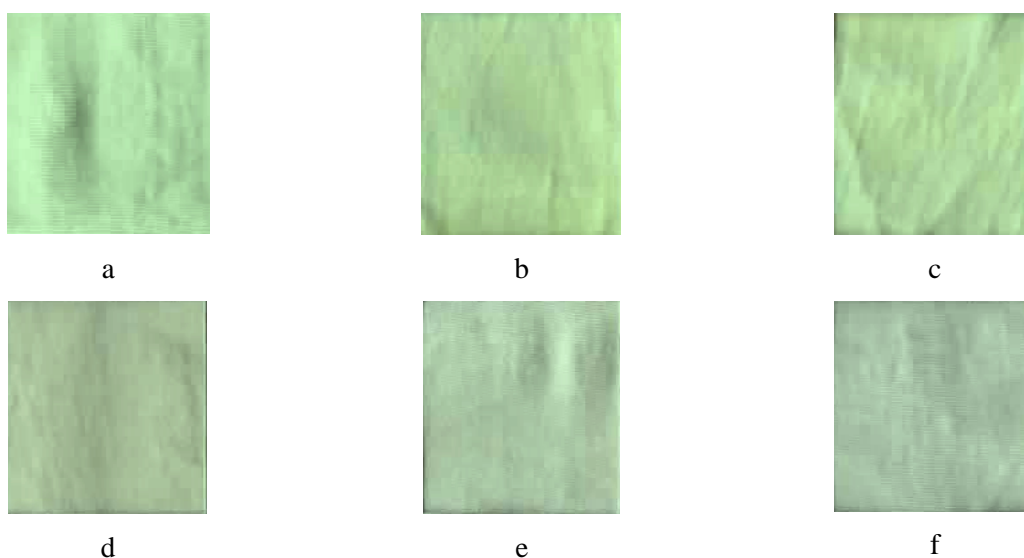
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MÉTODOS

4.1.1 Definição do pH de tingimento e análise da ligação do corante flavina com o algodão

As amostras tingidas para escolha do pH foram analisadas visualmente, e as que apresentaram rendimento de tingimento mais satisfatório foram as amostras tingidas com pH 5. O resultado dos tingimentos pode ser observado na Figura 14. O pH 5 foi definido para os tingimentos posteriores. Este resultado corrobora com as informações disponíveis na literatura, que citam que tingimento com corantes ácidos requer a utilização de pH ácido, pois aumenta a carga catiônica da fibra, auxiliando a ligação do corante com a fibra (SALEM, 2010).

Figura 14 - Tingimentos com auxílio de ciclodextrina obtidos com pH 5 com M- β -CD (a), pH 7 com M- β -CD (b), pH 9 com M- β -CD (c), pH 5 sem M- β -CD (d), pH 7 sem M- β -CD (e), pH 9 sem M- β -CD (f).



Fonte: A autora (2019)

4.1.2 Definição do método de complexação da metil- β -ciclodextrina com o corante

Dentre as amostras tingidas com diferentes métodos de complexação, foram escolhidas as que apresentaram coloração mais intensa visualmente, e as coordenadas colorimétricas (CIELab) destas são apresentadas na Tabela 6. Todas as amostras com resultados de melhor desempenho colorimétrico foram tingidas com 3% de corante (s.p.m.) e 5% de ciclodextrina (s.p.m.), independente do método de complexação.

Tabela 6 - Coordenadas CIELab de acordo com o método de complexação do corante com a ciclodextrina.

Método de Complexação	Coordenadas CIELab
Glicerina + Corante + Ciclodextrina	L* = 90,24 a* = -18,78 b* = 50,29
Corante + Água Quente + Agitação	L* = 92,53 a* = -19,56 b* = 55,71
Diretamente no banho	L* = 96,83 a* = -22,07 b* = 59,39

Fonte: A autora (2019)

O método de complexação escolhido foi a adição da ciclodextrina diretamente no banho de tingimento, sem método de complexação anterior. Comparando as coordenadas CIELab, o método de complexação que conta com adição de ciclodextrina e corante diretamente no banho, apresentou resultados de maior intensidade de luminosidade (L*), de verde (-a*) e de amarelo (b*). A intensidade de verde e amarelo foram as características principais para a escolha do método, já que o corante apresenta cor amarela esverdeada.

4.1.3 Análise da combinação de ciclodextrina e corante em diferentes concentrações

Dentre as amostras tingidas nesta etapa, foram escolhidas quatro amostras que apresentaram rendimento de tingimento com melhor desempenho, e estas foram utilizadas nas

análises posteriores. As amostras foram analisadas em espectrofotômetro conforme etapa 3.4.1.

As amostras apresentaram coordenadas CIELab descritas na Tabela 7.

Tabela 7 - Coordenadas CieLab das amostras tingidas com diferentes combinações de corante e M- β -CD

Corante (%)	M- β -CD (%)	L*	a*	b*
3%	0%	95,78	-13,25	38,43
3%	5%	98,63	-22,07	59,39
3%	7%	97,4	-21,31	43,53
3%	10%	96,64	-20,53	48,27
4%	0%	95,63	-18,36	42,31
4%	5%	96,58	-19,28	47,48
4%	7%	98,57	-21,3	48,73
4%	10%	99,41	-19,87	46,58
5%	0%	91,26	-7,04	41,01
5%	5%	98,39	-22,78	53,46
5%	7%	97,12	-21,93	62,13
5%	10%	97,83	-22,94	63,72

Em negrito, as amostras escolhidas para as análises realizadas a seguir.

Fonte: A autora (2019)

Para escolha das amostras a serem utilizadas nas etapas descritas no ponto 3.4., foram analisadas as coordenadas L*, a* e b*. As amostras que apresentaram coordenadas indicando maior intensidade de amarelo e verde dentre todas as amostras foram escolhidas. O aumento da intensidade destas cores está relacionado com a adição de ciclodextrina, e o aumento do parâmetro L* também ocorre em função da adição de CD. A análise no espectrofotômetro corrobora com a análise visual realizada, onde se notou diferença significativa entre as amostras tingidas com e sem adição de ciclodextrina.

4.2 ANÁLISES

4.2.1 Isotermas de tingimento

A curva de calibração do corante com ciclodextrina, desenvolvida para análise da isoterma e da cinética de tingimento, pode ser vista no Apêndice A.

Com auxílio da curva de calibração, foram analisados os banhos de tingimento de diferentes concentrações. Na Tabela 8, estão os valores de C_o , C_e e q_e .

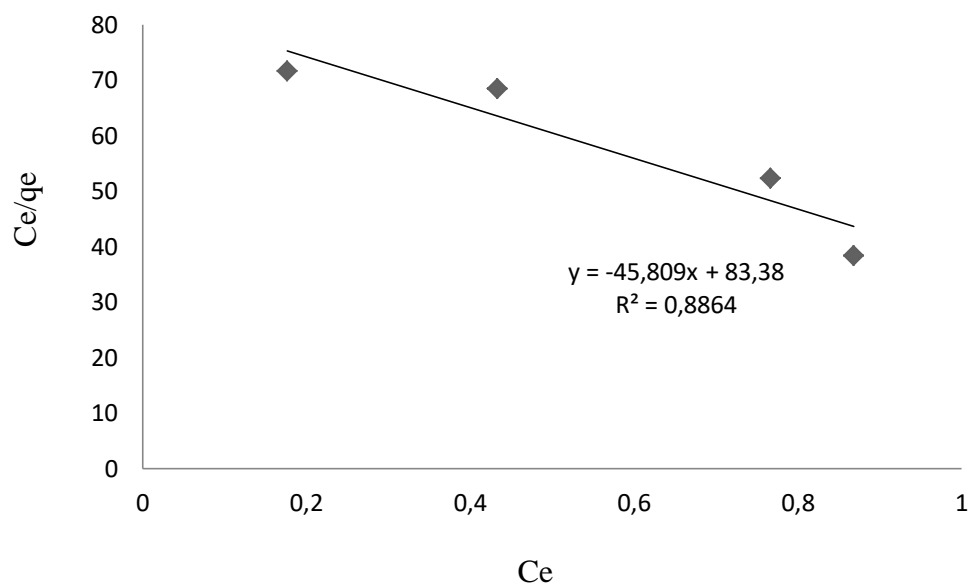
Tabela 8 - Valores de concentração inicial, final e q_e do tingimento para formação da isoterma

C_o (g/L)	C_e (g/L)	q_e (g/g)
2	0,868	0,023
1,5	0,767	0,015
0,75	0,433	0,0063
0,3	0,177	0,0025

Fonte: A autora (2019)

A partir destes dados, foram plotadas as isotermas linearizadas de Langmuir, (Figura 15) e Freundlich (Figura 16), e foi analisado o ajuste da equação aos dados coletados.

Figura 15 - Isoterma linearizada de Langmuir

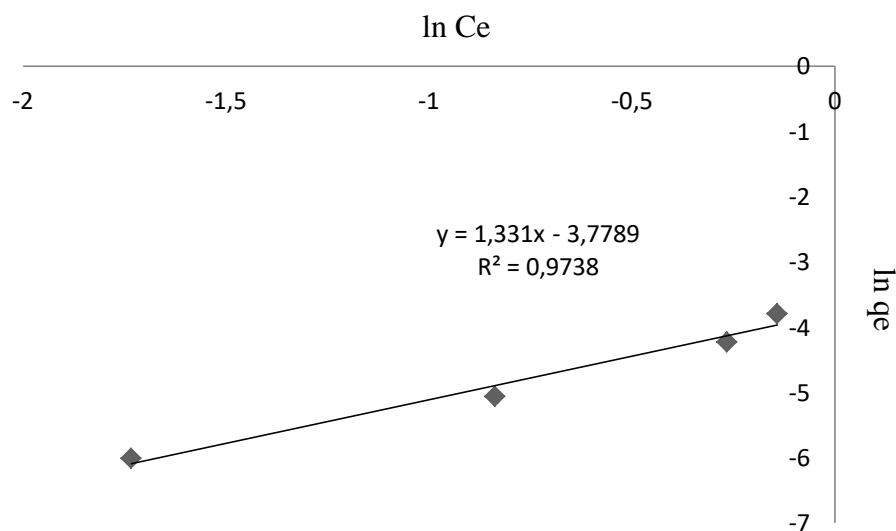


Fonte: A autora (2019)

Segundo Salem (2010), a isoterma de Langmuir descreve a afinidade entre o corante e a fibra no caso de tingimentos onde as fibras interagem fortemente, e corante e fibra possuem

polaridades opostas. O tingimento de algodão com corantes ácidos não conta com estas características, já que a característica iônica destes é igual, e a interação entre fibra e corante é fraca.

Figura 16 - Isoterma linearizada de Freundlich

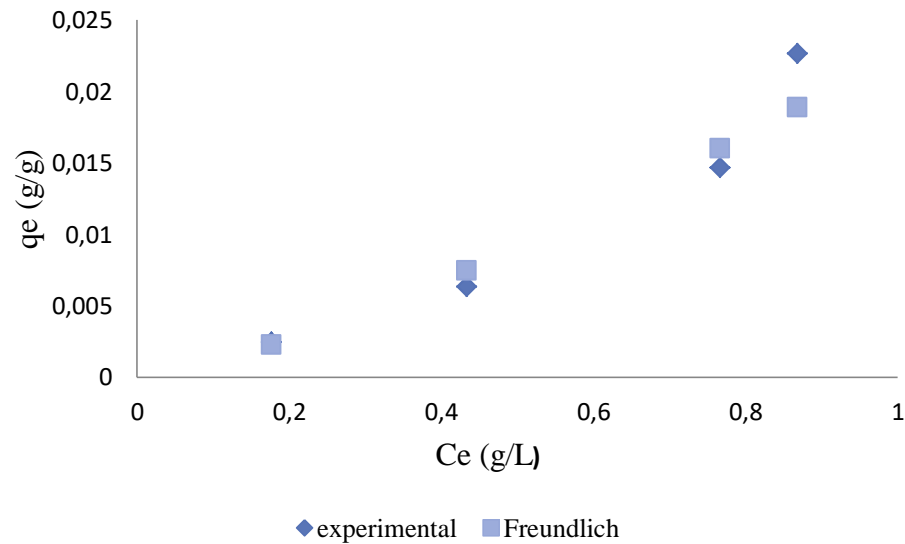


Fonte: A autora (2019)

A isoterma de Freundlich, por sua vez, caracteriza tingimentos de fibras e corantes de mesma polaridade, e onde as ligações entre corante e fibra são fracas, como pontes de hidrogênio ou forças de Van der Waals. A equação da isoterma de Freundlich apresentou melhor ajuste aos dados, corroborando com as características do tingimento apresentadas pela literatura.

A equação da reta de Freundlich linearizada, obtida a partir dos dados experimentais é $\ln(q_e) = 1,331x - 3,7789$, e a Constante de Freundlich $K_F = 0,0228$, que se relaciona com a capacidade de adsorção, e a constante $n = 0,75$, que se relaciona com a intensidade de adsorção. Neste caso, pode-se afirmar que tanto a capacidade, quanto a intensidade de adsorção, são fracas. Utilizando-se as constantes de Freundlich, foi possível calcular o q_e para o modelo de Freundlich, e os dados foram novamente plotados, conforme pode ser visto na Figura 17.

Figura 17 - q_e experimental e q_e calculado a partir da Isoterma de Freundlich



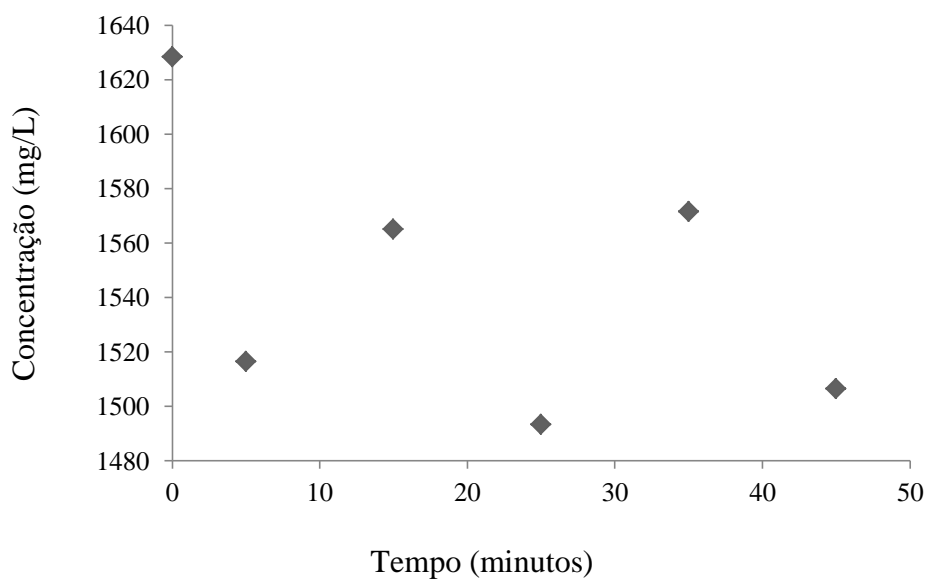
Fonte: A autora (2019)

Analisando o gráfico da isoterma de Freundlich, onde são apresentados os dados experimentais e os dados calculados, pode-se verificar que as curvas são compatíveis. Também por meio do formato das curvas, pode-se afirmar que a adsorção não é favorável (MCCABE *et. al.*, 1993). As isotermas de tingimento descrevem o modo de ligação do corante com a fibra, e dá informações sobre a substantividade do tingimento.

4.2.2 Cinética de Tingimento

A cinética de tingimento, construída a partir da análise da concentração do banho de tingimento em pontos pré-definidos, pode ser vista na Figura 18.

Figura 18 - Cinética de Tingimento



Fonte: A autora (2019)

A partir da análise da variação da concentração de corante em função do tempo, percebeu-se que a concentração apresenta comportamento não uniforme, já que aumenta e diminui durante o processo. Este comportamento mostra que o corante presente no banho é adsorvido pela fibra, porém, como a ligação corante-fibra é fraca, o corante é rapidamente reabsorvido pela água presente no banho de tingimento.

A análise da isoterma de tingimento, apresentada no ponto anterior, corrobora com o fato de que a interação entre corante e fibra é fraca, já que apresenta, em sua maioria, ligações de pontes de hidrogênio e Van der Waals. Como a substantividade do corante ácido é baixa com o algodão, o corante apresenta maior afinidade com a água do que com a fibra.

4.2.3 Testes de Solidez

4.2.3.1 Solidez da cor à fricção

As amostras apresentaram baixa solidez à fricção, principalmente à fricção a úmido. Contudo, as amostras sem adição de ciclodextrina apresentaram resultados de desempenho inferior quando comparadas com as amostras com adição de CD. Na Tabela 9, podem ser

vistas as notas atribuídas às amostras testadas quanto à solidez à fricção, por meio do auxílio de escala de branco.

Tabela 9 - Resultado da análise de solidez a transferência e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à fricção

Composição		Solidez a transferência		Solidez a alteração	
M-β-CD	Corante	Úmido	Seco	Úmido	Seco
5%	3%	3/4	5	4/5	5
5%	5%	3/4	5	4/5	5
7%	4%	3	5	4/5	5
7%	5%	3	5	4/5	5
0%	4%	2	5	4	5

Fonte: A autora (2019)

A baixa solidez à fricção à úmido, é consequência da baixa substantividade do corante ácido com a fibra, fazendo com que este seja retirado do substrato quando friccionado com tecido testemunha úmido. O tecido quando friccionado a seco não transfere corante, já que a presença da água é a responsável por retirar o corante da superfície do tecido tingido.

4.2.3.2 Solidez à passagem a quente

As amostras não sofreram alteração ou transferência de cor na passagem a quente, sendo que a nota atribuída a todas as amostras, de acordo com a escala branco, é 5.

4.2.3.3 Solidez da cor à água

As amostras de análise de solidez à água foram analisadas por escala de branco visual e de espectrofotômetro. Os resultados de ambas as análises foram idênticos. As notas de solidez a transferência e alteração podem ser vistas na Tabela 10.

Tabela 10 - Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à água

Composição		Solidez a transferência	Solidez a alteração
M- β -CD	Corante		
5%	3%	3	2
5%	5%	3	2
7%	4%	3	2
7%	5%	3	2
0%	4%	2/3	2

Fonte: A autora (2019)

Devido à baixa substantividade do corante com a fibra de algodão, o corante tende a migrar do substrato para a água, manchando o tecido testemunha e perdendo cor. A solidez das amostras à água é muito baixa. Deve-se notar que a amostra sem adição de ciclodextrina demonstrou desempenho inferior.

4.2.3.4 Solidez da cor à lavagem doméstica

As amostras testadas quanto à solidez à lavagem doméstica foram analisadas em escala de cinza e por espectrofotômetro. Os resultados de ambas as técnicas de análise foram idênticos para todas as amostras. A Tabela 11 a seguir, mostra as notas de solidez a transferência e alteração das amostras lavadas.

Tabela 11 - Resultado da análise de manchamento e alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à lavagem doméstica

Composição		Solidez à transferência	Solidez à alteração
M- β -CD	Corante		
5%	3%	4	1
5%	5%	4/5	1
7%	4%	4/5	1
7%	5%	4	1
0%	4%	4	1

Fonte: A autora (2019)

Apesar de o tingimento apresentar baixa solidez à alteração em lavagem doméstica, os tecidos testemunha não apresentaram grande manchamento, recebendo boas notas de solidez à transferência. Este comportamento pode estar ligado à baixa substantividade do corante com a fibra, que evita que este seja absorvido pelo substrato. Assim, o corante migra do tecido tingido para a água, mas já que não possui afinidade com o tecido testemunha, não o mancha.

4.2.3.5 Solidez à luz

As amostras testadas quanto à solidez à luz apresentaram resultados de baixa solidez de alteração, de acordo com a escala de cinza e podem ser vistas na Tabela 12.

Tabela 12 - Resultado da análise solidez a alteração de cor por escala de cinza do teste de solidez à luz.

Composição		Solidez a Alteração
M- β -CD	Corante	
5%	5%	1
7%	4%	1
0%	4%	1

Fonte: A autora (2019)

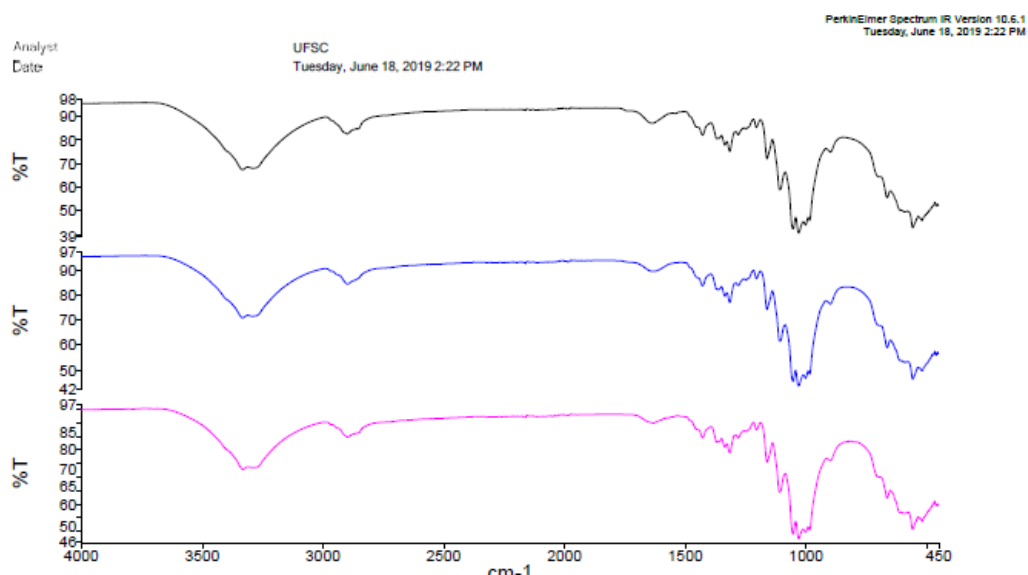
A nota de alteração do corante com luz de xenônio foi 1 para todas as amostras, porém, é válido notar que o corante Flavina apresenta baixa solidez à luz (nota 3), conforme explicitado pelo fabricante do corante em seu catálogo técnico, mesmo quando aplicado sobre substrato de poliamida. O cromóforo presente em corantes fluorescentes é facilmente degradado por

luz, o que diminui a solidez do corante. Ou seja, dois fatores são responsáveis pela baixa resistência à luz: a ligação do corante com a fibra de algodão, e a baixa solidez do corante à luz, característica química do próprio corante.

4.2.4 Caracterização do substrato por meio de Análise de Espectrofotômetro de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A análise realizada por meio de FTIR com diferentes tingimentos, não apresentou diferença entre estes. Tendo em vista que a análise FTIR detecta diferentes grupos funcionais sobre o substrato, sem analisar a quantidade destes grupos, não é possível notar a presença de ciclodextrina ou corante reativo nas amostras analisadas. O resultado obtido, que pode ser visto na Figura 20, apresenta picos condizentes com amostras de algodão. Os Apêndices B, C e D apresentam as bandas individualmente, com identificação dos pontos de pico de transmitância.

Figura 19 - Resultado da Análise em FTIR



Legenda: linha preta – 7% M- β -CD + 4% Corante; linha azul - 4% Corante; e linha rosa – 2% corante reativo.

Fonte: A autora (2019)

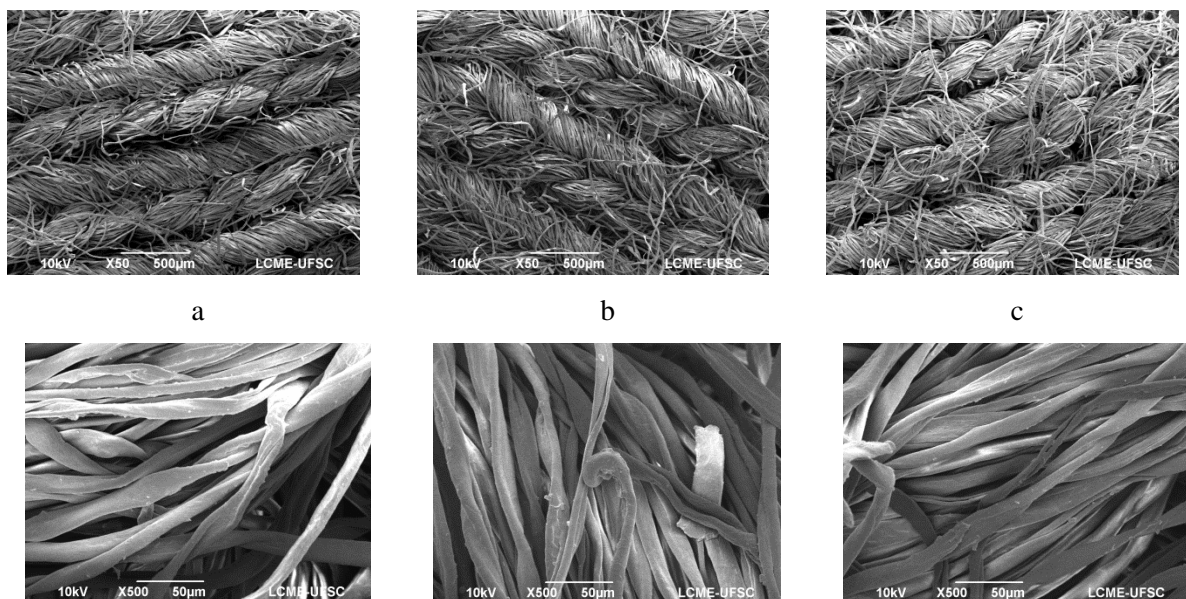
De acordo com Portella (2016), a banda de absorção em aproximadamente 3330 cm^{-1} , é característica dos grupos hidroxila (OH) da celulose. O pico em 2900 cm^{-1} é característico da vibração da ligação C-H da celulose e hemicelulose. O pico em 1600 cm^{-1} está relacionado à presença de água nas fibras, e o em 1400 cm^{-1} a grupos CH_2 . Entre 1360 e 1310 cm^{-1} , os grupos presentes são C-H e C-O, e o pico intenso entre 1100 a 1000 cm^{-1} está relacionado com vibrações dos grupos C-O e OH, do polissacarídeo na celulose. O pico em 900 cm^{-1} indica a presença de ligações β -glicosídicas entre os monossacarídeos. Os picos abaixo de 500 cm^{-1} são relativos às vibrações angulares de ligações C-C (SILVERSTEIN; WEBSTER; KIEMLE, 2013).

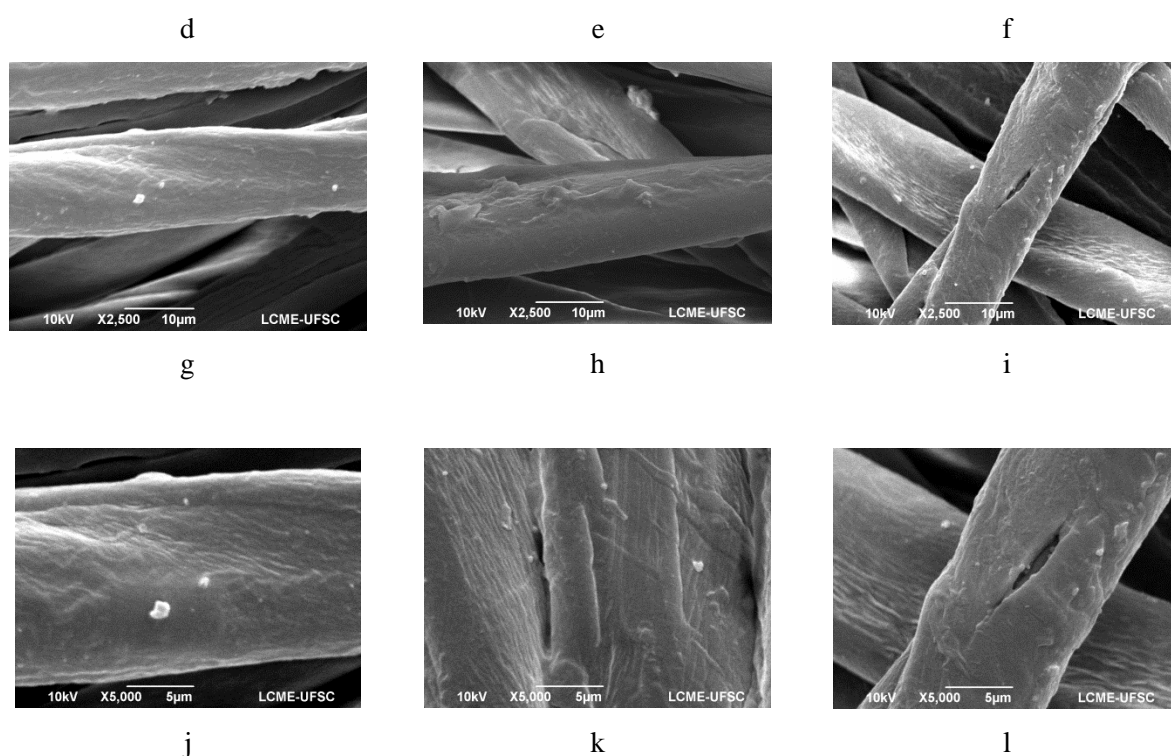
Não foi possível detectar a presença e/ou ausência de ciclodextrina sobre o substrato a partir da análise em FTIR.

4.2.5 Caracterização do substrato por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras de tecido analisadas em microscopia eletrônica de varredura apresentaram os seguintes resultados, na Figura 21.

Figura 20 – Resultados de análise de MEV de amostra de algodão tingida com corante reativo amarelo (a, d, g, j), amostra de algodão tingida com corante ácido e auxílio de ciclodextrina (b, e, h, k), e amostra de algodão tingida sem auxílio de ciclodextrina (c, f, i, l). Ampliação de 50x (a – c), ampliação de 500x (d – f), ampliação de 2500x (g – i), ampliação de 5000x (j – l).





Fonte: A autora (2019)

A análise em microscopia eletrônica mostrou detalhadamente a superfície das malhas de algodão. Contudo, as imagens geradas não mostram a presença de ciclodextrina ou corante na superfície das fibras, devido principalmente ao tamanho destes compostos. Quando comparadas entre si, as amostras apresentam as mesmas características morfológicas. As fibras contam com alguns pontos brancos sobre a superfície, o que pode ser indicativo da presença de corante. Apesar disto, como as imagens das três amostras apresentam estes pontos, não é possível relacioná-los com a presença de ciclodextrina.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho, que teve como objetivo realizar o tingimento de algodão com corantes ácidos com auxílio de metil- β -ciclodextrina, demonstrou que este processo possibilita a obtenção de amostras com característica de fluorescência, característica esta que não é alcançada com corantes reativos. A adição de ciclodextrina foi responsável pela obtenção de amostras com coloração ligeiramente mais intensa, principalmente quando combinada com condições de pH ácido e temperatura de 98° C no processo de tingimento, além da melhor concentração de corante, que variou entre 3 e 5%, bem como de M- β -ciclodextrina, que variou entre 5 e 7%.

Apesar da aplicação da M- β -ciclodextrina contribuir positivamente no rendimento de tingimento, este não apresentou boa solidez à água, lavagem doméstica, luz e fricção, recebendo baixas notas de solidez a transferência e alteração. A análise de FTIR não detectou a presença de corante nas amostras, e a análise em MEV também não mostrou a presença de corante ou ciclodextrina sobre a fibra.

Devido à baixa solidez do tingimento, o processo ainda não pode ser indicado para utilização em nível industrial, e é válido o estudo de auxiliares fixadores para garantir um tingimento duradouro. Desenvolvimentos futuros podem ser realizados, e entre eles estão a cationização do algodão para recebimento do corante ácido, o estudo da complexação de outros corantes com a ciclodextrina, o modo de complexação da ciclodextrina com o corante, e a impregnação desta no substrato. Além disto, é válido o estudo do tingimento de outras fibras, como viscose e poliéster, tendo em vista que fibras de poliéster são não-iônicas.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 105-B02:2019**: Solidez da cor à luz artificial: Ensaio da lâmpada de desbotamento de arco de xenônio. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2019. 44 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 105-C06:2010**: Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2010. 14 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 105-E01:2014**: Solidez da cor à água. 3 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2014. 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 105-X11:2018**: Solidez da cor à passagem a quente. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2018. 8 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 105-X12:2019**: Solidez da cor à fricção. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2019. 5 p.

BENDER, Myron L.; KOMIYAMA, Makoto. **Cyclodextrin Chemistry**. Berlin: Springer Verlag, 1978.

BHASKARA-AMRIT, Usha Rashmi; AGRAWAL, Pramod B.; WARMOESKERKEN, Marijn M.c.g.. Applications of b-cyclodextrins in textiles. **Autex Research Journal**. Enschede, p. 94-101. dez. 2011.

CIRELI, Aysun; YURDAKUL, Birkan. Application of Cyclodextrin to the Textile Dyeing and Washing processes. **Journal of Applied Polymer Science**, Vol.100, 208-218, ISSN: 0021-8995. 2006.

CLARK, Matthew. **Handbook of Textile and Industrial Dyeing**: Principles, processes and types of dyes. Cambridge: Woodhead Publishing, 2011.

CRINI, G. Kinetic and equilibrium studies on the removal of cationic dyes from aqueous solution by adsorption onto a cyclodextrin polymer. **Dyes and Pigments**. V. 77, p. 415-426, 2008.

DELGADO, Ezequiel. **The potential of zwitterionic bonding in paper**. 1994. 152 f. Tese (Doutorado) - Curso de Phd, University Of Washington, Washington, 1994.

FOURMENTIN, Sophie; CRINI, Gregório; LICHTFOUSE, Eric. **Cyclodextrin Fundamentals, Reactivity and Analysis**. Cham: Springer International Publishing, 2018.

LIEW, Oi et al. Signature Optical Cues: Emerging Technologies for Monitoring Plant Health. **Sensors**, [s.l.], v. 8, n. 5, p.3205-3239, 16 maio 2008. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/s8053205>.

LO NOSTRO, Pierandrea; FRATONI, Laura; BAGLIONI, Piero. Modification of a Cellulosic Fabric with β -Cyclodextrin for Textile Finishing Applications. **Journal Of Inclusion Phenomena And Macrocyclic Chemistry**, Amsterdam, v. 1, n. 44, p.423-427, out. 2002.

MCCABE, W.L., SMITH, J.C., HARRIOT, P. **Units operations of chemical engineering**. McGraw Hill, 5. Ed., 1993.

NEEDLES, Howard L.. **Textile fibers, dyes, finishes, and processes**. New Jersey: Noyes Publications, 1987.

PORTELLA, Emanuel Henrique et al. Influence of Stacking Sequence on the Mechanical and Dynamic Mechanical Properties of Cotton/Glass Fiber Reinforced Polyester Composites. **Materials Research**, [s.l.], v. 19, n. 3, p.542-547, 5 abr. 2016. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2016-0058>.

SÁ, Maria Madalena Alves Martins de. **Aplicação de β -Ciclodextrinas no Tingimento de Materiais Têxteis**. 2008. 129 f. Tese (Doutorado) - Curso de Química Têxtil, Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Braga, 2008.

SALEM, Vidal. **Tingimento Têxtil: Fibras, Conceitos e Tecnologias**. São Paulo: Blucher: Golden Tecnologia, 2010.

SCHANDA, Janós. **Colorimetry: Understanding the CIE System**. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2007.

SIGMA ALDRICH CHEMIE GmbH, **Folha de Segurança: Metil- β -Ciclodextrina (332615)**, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Eschenstrasse 5 D-82024, TAUFKIRCHEN, Germany, 2019.

SILVERSTEIN, Robert M.; WEBSTER, Francis X.; KIEMLE, David J. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

SZEJTLI, Jozséf. Utilization of cyclodextrins in industrial products and processes. **Journal Of Materials Chemistry**, Budapest, v. 4, n. 7, p.575-587, jan. 1997.

SZEJTLI, Jozséf. **Cyclodextrin Technology**. Budapest: Springer, 1988.

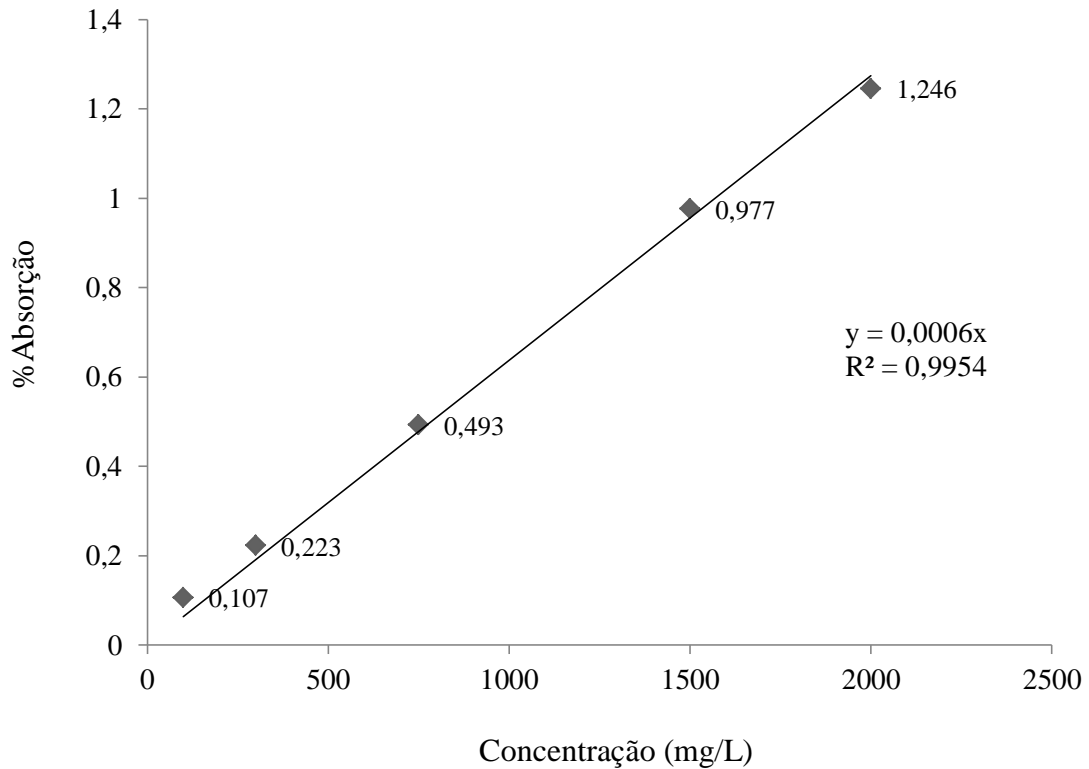
TROTMAN, Edward Russell. **Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres**. 4. ed. Londres: Charles Griffin & Company, 1970.

VONCINA, Bojana. Application of Cyclodextrins in Textile Dyeing. In: HAUSER, Peter J.. **Textile Dyeing**. Rijeka, Croatia: Intech, 2011. p. 373-392.

VONCINA, Bojana; VIVOD, Vera; JAUŁOVEC, Darja. [Beta]-cyclodextrin as a retarding reagent in polyacrylonitrile dyeing. **Dyes And Pigments**, New York, v. 74, n. 3, p.642-646, jan. 2007.

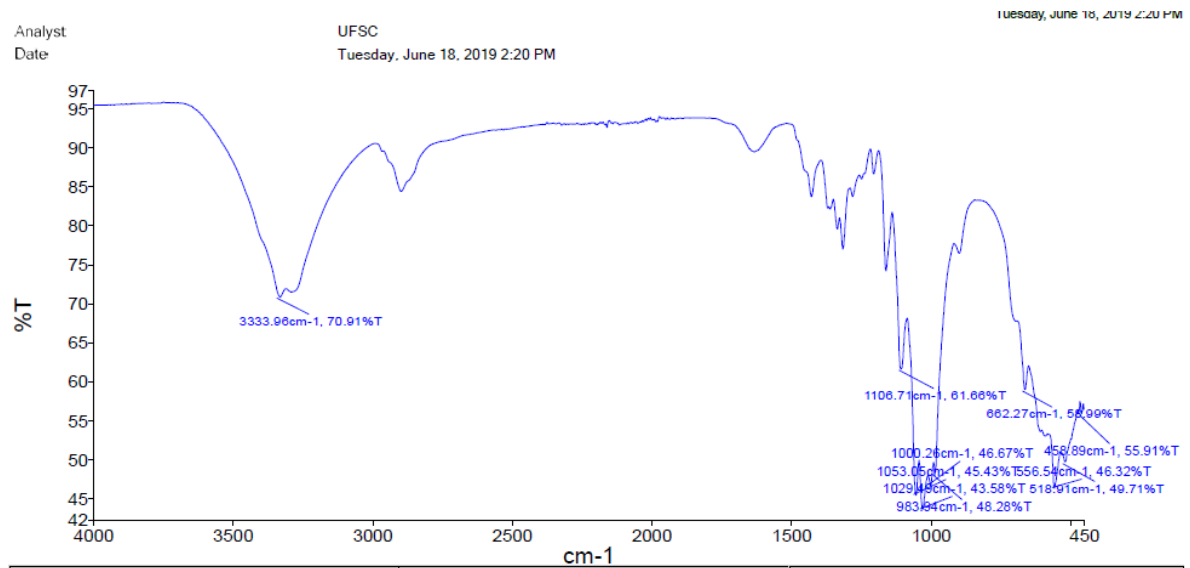
**WACKER CHEMIE GmbH, Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos –
CAVASOL W7 M, Werk Burghausen Postfach 1260, D-84480 Burghausen/Obb.,
Germany, 2018**

APÊNDICE A - Curva de Calibração



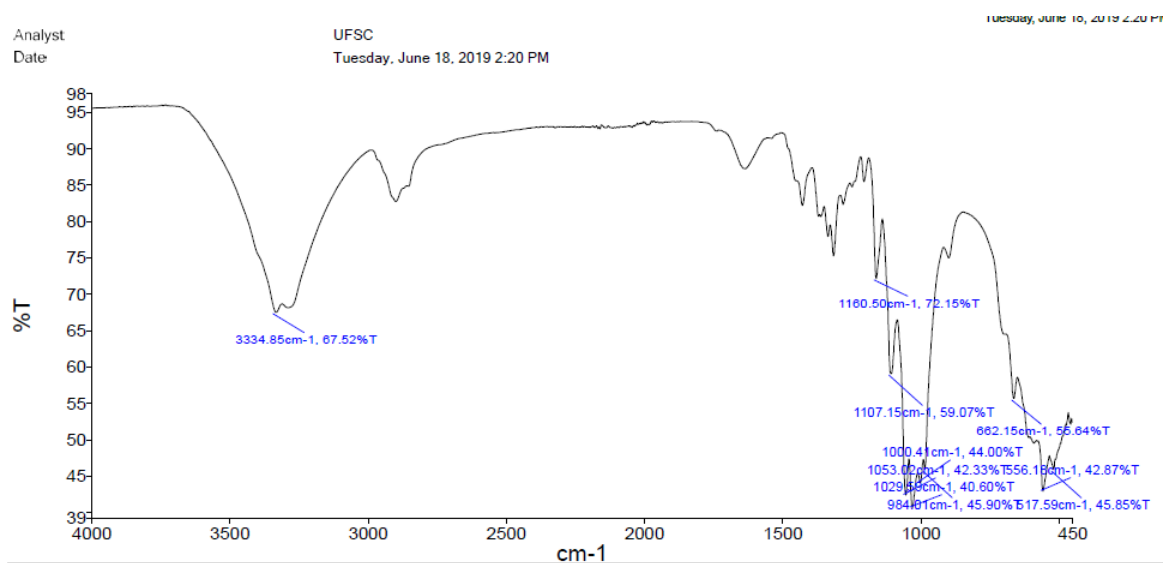
Fonte: A autora (2019)

APÊNDICE B - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante ácido



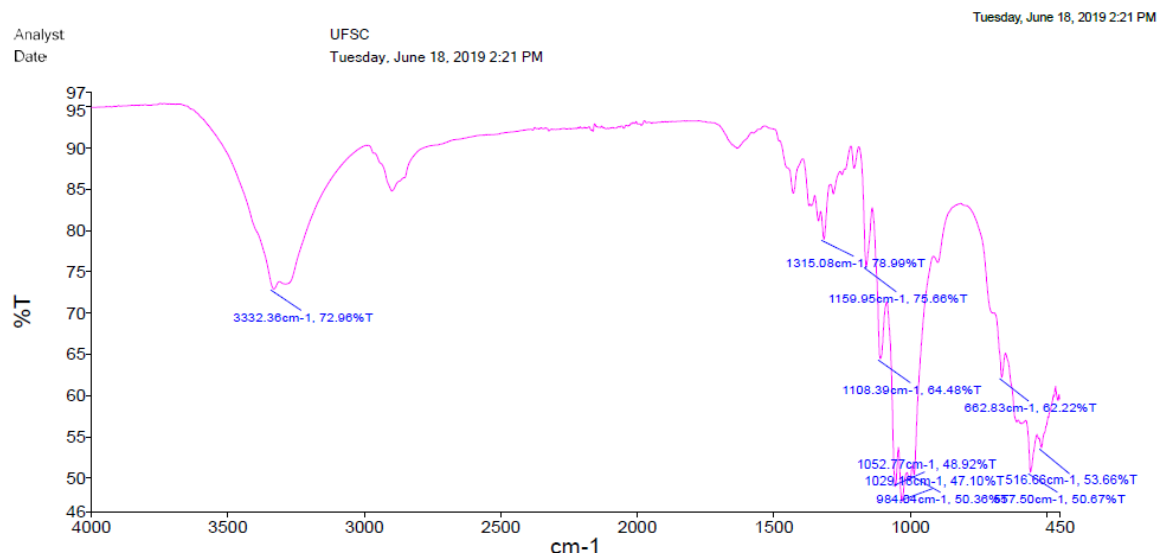
Fonte: A autora (2019)

APÊNDICE C - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante ácido com auxílio de ciclodextrina



Fonte: A autora (2019)

APÊNDICE D - Resultado da Análise por FTIR de malha de algodão tingida com corante reativo



Fonte: A autora (2019)