



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CAMPUS BLUMENAU  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA TÊXTIL

Silvia de Lima Defalco

**Substituição dos Processos Tradicionais de Purga, Alvejamento e Tingimento por  
Processos Enzimáticos na Indústria Têxtil**

Blumenau

2023

Silvia de Lima Defalco

Substituição dos Processos Tradicionais de Purga, Alveamento e Tingimento por Processos Enzimáticos na Indústria Têxtil

Dissertação submetida ao Programa de Mestrado da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Têxtil

Orientador: Prof. Dr. Antônio Augusto Ulson de Souza  
Coorientadores: Profa. Dra. Rita de Cássia Siqueira Curto Valle e Profa. Dra. Selene M. A. Guelli Ulson de Souza

Blumenau

2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Defalco, Silvia de Lima

Substituição dos processos tradicionais de purga, alvejamento e tingimento por processos enzimáticos na indústria têxtil / Silvia de Lima Defalco ; orientador, Antônio Augusto Ulson de Souza, coorientadora, Rita de Cássia Siqueira Curto Valle, coorientadora, Selene Maria de Arruda Guelli Ulson de Souza, 2023.

124 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil, Blumenau, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia Têxtil. 2. Beneficiamento bioquímico. 3. Reaproveitamento de solução enzimática. 4. Tingimento. 5. Algodão. I. Souza, Antônio Augusto Ulson de . II. Valle, Rita de Cássia Siqueira Curto. III. Souza, Selene Maria de Arruda Guelli Ulson de IV. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil. V. Título.

Silvia de Lima Defalco

**Título:** Substituição dos Processos Tradicionais de Purga, Alvejaramento e Tingimento por Processos Enzimáticos na Indústria Têxtil

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Profa. Dra. Cintia Marangoni

Instituição: Universidade Federal de Santa Catarina

Profa. Dra. Cátia Rosana Lange de Aguiar

Instituição: Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Adriano Alves Passos

Instituição: Senai-Cetiq

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Engenharia Têxtil.

---

Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil

---

Prof. Dr. Antônio Augusto Ulson de Souza

Orientador

Blumenau, 2023.

Dedico este trabalho a Deus, pelo dom da vida  
e aos meus queridos familiares e amigos por  
todo apoio recebido.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Têxtil da Universidade Federal de Santa Catarina pela oportunidade de concretizar o mestrado.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao corpo docente do Programa de Pós-graduação em Engenharia Têxtil pela infraestrutura e suporte técnico.

Aos meus orientadores Prof. Dr. Antônio Augusto Ulson de Souza, Profa. Dra. Rita de Cássia Siqueira Curto Valle e Profa. Dra. Selene M. A. Gelli de Souza pela paciência, habilidade na orientação e engajamento neste trabalho.

À Profa. Dra. Rita de Cássia Siqueira Curto Valle pela disponibilidade, ensinamentos constantes e contribuições ao projeto.

Aos membros da banca por aceitarem avaliar este trabalho e contribuir com suas sugestões.

Ao programa de bolsas universitárias do Capes pelo apoio financeiro através da bolsa de estudo.

Às empresas Akmey, Macler e Colorquímica pelo fornecimento de material para a pesquisa.

Aos discentes do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil e amigos do grupo LABCT/LABENE/LABMAM/LINTEX/LABTEC que compartilharam comigo das mesmas expectativas e ajuda mútua.

E a todos aqueles que, embora não citados, direta ou indiretamente, contribuíram para a conclusão deste trabalho.

A persistência é o menor caminho do êxito.

(Charles Chaplin)

## RESUMO

A fibra de algodão cru apresenta impurezas que dificultam os processos de beneficiamento têxtil à úmido. A retirada destes componentes indesejados, que conferem característica hidrofóbica e cor pardacenta ao substrato, é realizada usualmente através de técnicas que utilizam condições severas de processo, com elevado pH, altas temperaturas e grande consumo de água. É necessário desenvolver métodos de produção mais "verdes" e econômicos. Reduzir o consumo de água nos processos de transformação atuais, assim como a geração de efluentes é uma necessidade imediata. A utilização das enzimas vem ganhando espaço pela sua especificidade, condições amenas de trabalho, menor degradação das fibras e com efluente reduzido e biodegradável. Neste trabalho foi investigado o uso de enzimas combinadas, em solução única, no beneficiamento primário e secundário de tecido de malha de algodão. As concentrações ótimas das enzimas pectinase e celulase empregadas para a biopurga foram estabelecidas utilizando-se um planejamento fatorial. Adicionou-se a esta solução a enzima glicose oxidase para proceder o bioalvejamento e depois a enzima catalase para a neutralização de resíduos de peróxido de hidrogênio. Para o tingimento, o corante foi adicionado à mesma solução do bioalvejamento. A solução da biopurga foi reutilizada por seis vezes e foi constatada remoção constante das impurezas. As amostras apresentaram índices de qualidade adequados, não havendo prejuízo da cor das amostras tingidas. Consumiu-se ao final do 6º ciclo apenas 29,2 % de solução de tratamento em comparação à biopurga convencional. Na etapa do bioalvejamento obteve-se um processo com baixo consumo de água, resultando em tecidos de malha com grau de branco de  $54,00 \pm 0,10$  °Berger, valor inferior a 26 unidades em relação ao índice de alvura obtido no tratamento convencional de  $80,48 \pm 0,49$  °Berger. Na etapa de tingimento, a diferença total de cor  $\Delta E$  entre as amostras tingidas na solução de bioalvejamento e pelo processo tradicional foi de  $14,33 \pm 0,69$ . Os valores de intensidade de cor K/S obtidos nas amostras tingidas em solução única ( $3,00 \pm 0,02$ ) foram menores do que os apresentados no método tradicional ( $8,10 \pm 0,02$ ). A quantidade de solução consumida no processo único foi de apenas 60 % daquela utilizada no processo tradicional. A solução de tingimento no efluente de bioalvejamento foi reaproveitada por quatro vezes. A diferença e a intensidade de cor entre as amostras dos quatro ciclos mantiveram-se dentro do padrão exigido pela indústria, sendo imperceptível a olho nu identificar em qual ciclo de reaproveitamento foram tingidas. Os tecidos de malha tingidos pela nova rota proposta de beneficiamento enzimático apresentaram ótima solidez à lavagem, tingidos de maneira uniforme, homogênea e desprovidos de defeitos. Verificou-se que através dos processos enzimáticos, a economia e o reuso da água e por consequência, a redução de energia, insumos e tempo, podem ser efetuados em diferentes partes dos processos dos beneficiamentos primário e secundário de têxteis de algodão além da obtenção de produtos com melhores propriedades visuais.

**Palavras-chave:** Biopurga. Bioalvejamento. *Pool* Enzimático. Reutilização de solução enzimática. Processo sustentável. Economia de água.

## ABSTRACT

Raw cotton fiber has impurities that make wet textile processing processes difficult. The removal of these unwanted components, which give the substrate a hydrophobic characteristic and brownish color, is usually conducted through techniques that use severe process conditions, such as high pH and temperatures and extensive water consumption. It is necessary to develop more "green" and economical production methods. Reducing water consumption in current transformation processes, as well as the generation of effluents, is an immediate need. The use of enzymes has been gaining ground due to their specificity, mild working conditions, less fiber degradation and reduced and biodegradable effluent. In this work, the use of combined enzymes, in a single bath, in the primary and secondary processing of cotton knitted fabric was investigated. The optimal concentrations of pectinase and cellulase enzymes used for scouring were established using a factorial design. The enzyme glucose oxidase was added to this solution to carry out the biobleaching and then the enzyme catalase for the neutralization of hydrogen peroxide residues. In next step, for dyeing, the dye was added to the same biobleaching solution. The enzymatic scouring solution was reused six times and it was found constant removal of impurities. The samples showed adequate quality indices, with no damage to the color of the dyed samples. At the end of the 6th cycle, only 29.2 % of the treatment solution was consumed compared to the single bath enzymatic scouring, without reuse of the liquor. In the biobleaching stage, a process with low water consumption and knitted fabrics with a whiteness level of  $54.00 \pm 0.10$  °Berger was obtained, a value lower than 26 units in relation to the whiteness index obtained in the conventional treatment of  $80.48 \pm 0.49$  °Berger. In the dyeing step, the total difference in color  $\Delta E$  between the samples dyed in the biobleaching bath and by the traditional process was  $14.33 \pm 0.69$ . The K/S color intensity values obtained in the samples dyed in a single solution ( $3.00 \pm 0.02$ ) were lower than those presented in the traditional method ( $8.10 \pm 0.02$ ). The amount of solution consumed in the single process was only 60 % of that used in the traditional process. The dyeing solution in the biobleaching effluent was reused four times. The difference and color intensity between the samples from the four cycles remained within the standard required by the industry, making it being imperceptible to the naked eye to detect in which recycling cycle they were dyed. The knitted fabrics dyed using the new proposed route of enzymatic processing showed excellent fastness washing, dyed uniformly, homogeneously, and free of defects. It was verified that through the enzymatic processes, the economy and the reuse of water and, consequently, the reduction of energy, inputs and time, can be carried out in different parts of the primary and secondary processing processes of cotton textiles, in addition to obtaining products with better visual properties.

**Keywords:** Enzymatic scouring. Biobleaching. Enzyme pool. Reuse of enzymatic solution. Sustainable process. Water economy.

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1- Resumo gráfico .....  | 25 |
| Figura 2 - Estrutura da cadeia produtiva e de distribuição têxtil.....  | 27 |
| Figura 3 - Classificação das fibras têxteis de acordo com sua origem .....  | 28 |
| Figura 4 - Produção global de algodão em milhares de toneladas - safra 2021/2022 .....  | 30 |
| Figura 5 - Imagens de diferentes elementos da planta de algodão .....   | 31 |
| Figura 6 - Esquema representativo da fibra de algodão e sua composição .....  | 32 |
| Figura 7 - Seções transversal e longitudinal da fibra de algodão .....  | 32 |
| Figura 8 - Estrutura molecular e configuração da celulose .....   | 33 |
| Figura 9 - Regiões cristalinas e amorfas em microfibrilas de celulose .....   | 34 |
| Figura 10 - Estrutura química do corante reativo Red 195.....   | 40 |
| Figura 11 - Espaço de cor CIELab .....  | 41 |
| Figura 12 - Ilustração do mecanismo de reação de hidrólise enzimática .....   | 42 |
| Figura 13 - Interconexões entre a celulose e outros componentes não celulósicos nas paredes primárias da fibra de algodão .....                       | 45 |
| Figura 14 - Ação das celulasas sobre a molécula de celulose .....   | 46 |
| Figura 15 - Reação de oxidação da glicose pela enzima glicose oxidase.....  | 48 |
| Figura 16 - Reação do biobranqueamento e a decomposição do peróxido de hidrogênio com a enzima catalase .....   | 49 |
| Figura 17 - Publicações acadêmicas sobre algodão, enzimas e indústria têxtil no banco de dados Scopus (situação: 21 de maio de 2023) .....            | 52 |
| Figura 18 - Escalonamento dos procedimentos metodológicos previstos para o estudo de beneficiamento de malhas 100 % algodão em uma única solução..... | 57 |
| Figura 19 - Sequência do emprego do <i>pool</i> de enzimas utilizadas no estudo e suas condições ideais individuais de operação .....                 | 61 |
| Figura 20 - Transição do DNS na presença de glicose para sua forma reduzida .....   | 62 |
| Figura 21 - Processo de purga enzimática .....  | 67 |
| Figura 22 - Processo de purga alcalina tradicional.....   | 68 |
| Figura 23 - Processo de biopurga e bioalvejamento simultâneo .....  | 69 |
| Figura 24 - Processo de alvejamento convencional empregando peróxido de hidrogênio .....  | 70 |
| Figura 25 - Processo de biopurga, bioalvejamento e tingimento simultâneos .....   | 71 |
| Figura 26 - Processo simultâneo de biopurga, bioalvejamento e tingimento em solução nova .....  | 71 |
| Figura 27 - Esquema da interação da gota d'água com uma superfície sólida.....  | 73 |

|   |     |
|---|-----|
| Figura 28 - Amostras submetidas ao teste de hidrofili­dade a partir da norma NBR 13000.....   | 73  |
| Figura 29 - Amostras submetidas ao teste de capilaridade com base no padrão JIS L 1907 ...  | 74  |
| Figura 30 - Determinação do teor de pectina .....   | 75  |
| Figura 31 - Apresentação de (a) diferentes graus de branco, (b) espectrofotômetro utilizado e (c) apresentação das respostas lidas no software do espectrofotômetro.....              | 76  |
| Figura 32 - Apresentação de (a) corpo de prova submetido ao teste de formação de pilling, (b) equipamento utilizado e (c) o padrão fotográfico empregado nos ensaios.....             | 77  |
| Figura 33 - Processo de tingimento com o corante reativo. ....  | 77  |
| Figura 34 - Etapa de otimização do processo de tingimento onde A. Preparação dos tingimentos; B. Processo de tingimento no aparelho HT-IR Dyer e C. Amostras de tecidos tingidos..... | 78  |
| Figura 35 - Avaliação da cor após processo de tingimento.....   | 79  |
| Figura 36 - Curva de calibração de concentração do corante reativo Red 195 .....  | 80  |
| Figura 37 - Pontos A, B, C, D, E e F que representam os momentos em que as soluções foram coletadas para medição.....   | 81  |
| Figura 38 - Escalas cinza para: (a) alteração de cor, cor, (b) transferência de cor e (c) amostras submetidas ao teste de solidez à lavagem.....                                      | 82  |
| Figura 39 - Sequência de alguns experimentos realizados no estudo das preparações enzimáticas .....   | 85  |
| Figura 40 - Pulosidade na superfície do corpo de prova .....  | 88  |
| Figura 41 - Teste de formação de <i>pilling</i> nas amostras beneficiadas, comparadas com as malhas sem o tratamento.....   | 89  |
| Figura 42 - Gráficos das interações das variáveis: perda de massa, pectina residual, alvura, capilaridade, alteração de cor e manchamento. ....                                       | 95  |
| Figura 43 - Superfície de resposta da capilaridade (mm) relacionada às concentrações utilizadas de surfactante e celulase. ....   | 96  |
| Figura 44 - Superfície de resposta da perda de massa (%) relacionada às concentrações utilizadas de surfactante e celulase. ....  | 98  |
| Figura 45 - Coloração das soluções de reciclagem das biopurgas nos intervalos dos ciclos .  | 102 |
| Figura 46 - Soluções residuais dos tingimentos das amostras biopurgadas com o reaproveitamento do 1º ao 6º ciclo do pool enzimático.....  | 103 |
| Figura 47 - Amostras do reaproveitamento da solução de biopurga após o tingimento .....   | 105 |
| Figura 48- Amostras do tecido de malha cru (a), bioalvejado (b) e alvejado tradicional (c) .  | 107 |
| Figura 49 - Amostras para a análise de absorvância dos tingimentos comparativos. ....   | 108 |
| Figura 50 - Valores de K/S dos tingimentos comparativos.....  | 109 |

Figura 51 - Testes de solidez à lavagem das amostras do reaproveitamento da solução de tingimento na solução de bioalvejamento. .... 113

## LISTA DE EQUAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| Equação 1 - Equação para o cálculo da atividade enzimática da celulase .....   | 63 |
| Equação 2 - Equação para o cálculo da atividade enzimática da pectinase .....  | 64 |
| Equação 3 - Equação da reação entre o peróxido de hidrogênio e permanganato de potássio em solução acidificada ..... | 66 |
| Equação 4 - Equação para determinação da concentração de peróxido hidrogênio.....                                    | 66 |
| Equação 5 - Equação para o cálculo da perda de massa das amostras .....  | 72 |
| Equação 6 - Equação para o cálculo da intensidade de cor K/S.....  | 78 |
| Equação 7 - Equação para o cálculo da diferença de cor $\Delta E$ .....  | 78 |
| Equação 8 - Equação para o cálculo da concentração de corante nas soluções dos tingimentos.<br>.....                 | 80 |
| Equação 9 - Equação para o cálculo da porcentagem do grau de exaustão.....   | 80 |
| Equação 10 - Equação do modelo linear dos resultados da capilaridade .....   | 93 |
| Equação 11 - Equação ajustada de regressão do modelo linear dos resultados da capilaridade<br>.....                  | 96 |
| Equação 12 - Equação ajustada de regressão do modelo linear dos resultados da perda de massa<br>.....                | 99 |

## LISTA DE TABELAS

|  |     |
|--|-----|
| Tabela 1- Enzimas utilizadas em tratamentos de biopurga e bioalveamento .....  | 23  |
| Tabela 2 - Composição da fibra de algodão .....  | 33  |
| Tabela 3 - Propriedades físicas e mecânicas das fibras de algodão.....   | 34  |
| Tabela 4 - Classificação dos corantes conforme suas características, aplicações e interações corante-fibra.....  | 38  |
| Tabela 5 - Enzimas utilizadas no processamento têxtil.....   | 43  |
| Tabela 6 - Classificação das enzimas pépticas .....  | 44  |
| Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022) .....   | 52  |
| Tabela 8- Caracterização do substrato têxtil utilizado nos corpos de prova .....   | 58  |
| Tabela 9 - Principais reagentes utilizados e onde foram empregados na pesquisa .....   | 58  |
| Tabela 10 - Equipamentos empregados na pesquisa .....  | 60  |
| Tabela 11 - Produtos químicos utilizados no tingimento .....   | 78  |
| Tabela 12 - Valores das atividades máximas, mínimas e médias das variáveis independentes do planejamento estatístico.....  | 82  |
| Tabela 13 - Influência do agente quelante na purga convencional utilizando-se água deionizada .....  | 84  |
| Tabela 14 - Ação da pectinase e celulase em diferentes composições de banho em pH 8,5....  | 87  |
| Tabela 15 - Ensaio comparativo das propriedades físico-químicas dos tecidos biopurgados em solução tampão em pH diferentes.....  | 91  |
| Tabela 16 – Resumo dos valores médios dos resultados obtidos no processo de biopurga em pH 7,5 a 55 °C e 45 min de processo .....  | 94  |
| Tabela 17 - Características das amostras biopurgadas com reaproveitamento da solução ....  | 100 |
| Tabela 18 - Variações de diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ), intensidade colorística (K/S), manchamento e alteração de cor entre as amostras tintas biopurgadas nos diferentes ciclos de reuso da solução enzimática..... | 104 |
| Tabela 19 - Ensaio comparativo do grau de alvura dos ensaios de bioalveamento e alveamento tradicional .....   | 106 |
| Tabela 20 - Diferenças totais de cores entre as amostras tingidas em solução única e em solução nova após o descarte da solução de bioalveamento sem o enxágue.....  | 108 |
| Tabela 21 – Variações de diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ) e intensidade colorística (K/S) entre as amostras tingidas nos vários ciclos em solução de reuso do bioalveamento e tingimento. ...                           | 111 |

|   |     |
|---|-----|
| Tabela 22 - Índices de alteração e transferência de cor das amostras tingidas com o reaproveitamento da solução de tingimento. .... | 112 |
|---|-----|

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABIT – Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confecção

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

ABRAPA – Associação Brasileira dos Produtores de Algodão

ART – Açúcares redutores totais

CA – Acetato

CT - Triacetato

CNI – Confederação Nacional da Indústria

DBO – Demanda bioquímica de oxigênio

DNS – Ácido 3,5 – dinitrossalicílico

DQO – Demanda química de oxigênio

EDTA - Ácido etilenodiaminotetracético

GOx – Enzima glicose oxidase

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

LabCT – Laboratório de Cuidados Têxteis

LABENE – Laboratório de Beneficiamento

LABMAM – Laboratório de Meio Ambiente

LABTEC – Laboratório de Tecidos e Malhas

LINTEX – Laboratório Integrado Têxtil

PA – Poliamida

PAC – Poliacrilonitrila

PES - Poliéster

S – Seda

WO - Lã

## LISTA DE SÍMBOLOS

A - Atividade da enzima [U/mL]

Ne - Título inglês (sistema inglês de titulação de fios) [jardas/libras]

U - Unidade de atividade enzimática [ $\mu\text{mol}/\text{min}$ ]

## SUMÁRIO

|          |   |    |
|----------|---|----|
| <b>1</b> | <b>INTRODUÇÃO</b> .....   | 21 |
| 1.1      | OBJETIVOS .....   | 24 |
| 1.1.1    | <b>Objetivo Geral</b> .....   | 24 |
| 1.1.2    | <b>Estrutura da dissertação</b> .....   | 24 |
| <b>2</b> | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....  | 26 |
| 2.1      | A INDÚSTRIA TÊXTIL .....  | 26 |
| 2.1.1    | <b>O processo têxtil</b> .....  | 27 |
| 2.1.2    | <b>A fibra de algodão</b> .....   | 29 |
| 2.1.3    | <b>Beneficiamento primário do algodão na indústria têxtil</b> .....                         | 35 |
| 2.1.4    | <b>Beneficiamento secundário na indústria têxtil</b> .....                                  | 38 |
| 2.1.5    | <b>Tingimento de fibras celulósicas com corantes reativos</b> .....                         | 39 |
| 2.2      | ENZIMAS .....   | 41 |
| 2.2.1    | <b>Pectinase</b> .....  | 43 |
| 2.2.2    | <b>Celulase</b> .....   | 45 |
| 2.2.3    | <b>Glicose Oxidase</b> .....  | 47 |
| 2.2.4    | <b>Catalase</b> .....   | 48 |
| 2.3      | BIOPREPARAÇÃO DO ALGODÃO .....  | 50 |
| 2.4      | O ESTADO DA ARTE DA UTILIZAÇÃO E REUSO DE ENZIMAS NO BENEFICIAMENTO TÊXTIL DE ALGODÃO ..... | 51 |
| <b>3</b> | <b>MATERIAL E MÉTODOS</b> .....   | 57 |
| 3.1      | MATERIAL .....  | 57 |
| 3.1.1    | <b>Substrato têxtil</b> .....   | 57 |
| 3.1.2.   | <b>Reagentes</b> .....  | 58 |
| 3.1.3.   | <b>Equipamentos</b> .....   | 59 |
| 3.2      | PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....   | 60 |
| 3.2.1.   | <b>Estudo das Preparações Enzimáticas</b> .....   | 61 |
| 3.2.1.1  | Determinação de açúcares redutores totais.....  | 61 |
| 3.2.1.2  | Determinação da atividade da celulase.....  | 62 |
| 3.2.1.3  | Determinação da atividade da pectinase.....   | 63 |
| 3.2.1.4  | Determinação da atividade da glicose oxidase.....   | 64 |
| 3.2.2    | <b>Biopurga</b> .....   | 66 |
| 3.2.3    | <b>Purga Convencional</b> .....   | 67 |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 3.2.4    | <b>Bioalvejamento</b> .....   | 68         |
| 3.2.5    | <b>Alvejamento Convencional</b> .....   | 69         |
| 3.2.6    | <b>Biopurga, bioalvejamento e tingimento simultâneos</b> .....  | 70         |
| 3.2.7    | <b>Avaliação das características físico-químicas das amostras</b> .....   | 72         |
| 3.2.7.1  | Determinação da perda de massa.....   | 72         |
| 3.2.7.2  | Hidrofilidade.....  | 72         |
| 3.2.7.3  | Capilaridade.....   | 74         |
| 3.2.7.4  | Teor de pectina removida.....   | 74         |
| 3.2.7.5  | Grau de alvura.....   | 75         |
| 3.2.7.6  | Formação de <i>pilling</i> .....  | 76         |
| 3.2.7.7  | Avaliação da cor após processo de tingimento.....   | 77         |
| 3.2.7.8  | Grau de exaustão das soluções de tingimento.....  | 79         |
| 3.2.7.9  | Solidez à lavagem.....  | 81         |
| 3.2.8    | <b>Planejamento Fatorial</b> .....  | 82         |
| <b>4</b> | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....   | <b>83</b>  |
| 4.1      | <b>CARACTERIZAÇÃO DAS ENZIMAS</b> .....   | <b>83</b>  |
| 4.1.1    | <b>Atividade da pectinase</b> .....   | <b>83</b>  |
| 4.1.2    | <b>Atividade da celulase</b> .....  | <b>83</b>  |
| 4.1.3    | <b>Atividade da glicose oxidase</b> .....   | <b>83</b>  |
| 4.2      | <b>TRATAMENTOS NO SUBSTRATO TÊXTIL</b> .....  | <b>83</b>  |
| 4.2.1    | <b>Efeito da utilização de biopurgas de quantidades variadas de reagentes nas propriedades físico-químicas do substrato têxtil em comparação aos processos tradicionais</b> ..... | <b>84</b>  |
| 4.2.1.1  | Processo de purga tradicional.....  | 84         |
| 4.2.1.2  | Avaliação das melhores condições operacionais para a biopurga.....  | 85         |
| 4.2.1.3  | Ensaio comparativo da biopurga em pH 7,0, 7,5 e 8,5 em temperatura de 55 °C.....  | 90         |
| 4.2.1.4  | Planejamento experimental e análises estatísticas.....  | 92         |
| 4.2.2    | <b>Avaliação do reuso da solução enzimática no processo de biopurga</b> .....   | <b>100</b> |
| 4.2.3    | <b>Comparação do bioalvejamento em relação aos processos tradicionais de branqueamento</b> .....  | <b>105</b> |
| 4.2.4    | <b>Avaliação da utilização de <i>pool</i> enzimático para beneficiamento primário e secundário em solução única</b> .....   | <b>107</b> |

|          |  |     |
|----------|--|-----|
| 4.2.4.1  | Utilização de <i>pool</i> enzimático para beneficiamento primário e secundário em solução única e em solução nova depois da ação da enzima catalase sem enxágue..... | 108 |
| 4.2.5    | <b>Reaproveitamento da solução de tingimento</b> .....   | 110 |
| <b>5</b> | <b>CONCLUSÕES</b> .....  | 114 |
| <b>6</b> | <b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....  | 116 |
|          | <b>REFERÊNCIAS</b> .....   | 117 |

## 1 INTRODUÇÃO

O setor têxtil constitui uma parte importante na economia nacional e global. No Brasil, em 2021 seu faturamento foi de R\$ 190 bilhões e o volume da produção chegou a 2,16 milhões de toneladas (ABIT, 2023). A indústria têxtil gera grande quantidade de poluentes e necessita de grandes volumes de água e energia, principalmente nos processos de beneficiamento. Nos processamentos têxteis convencionais à úmido, o artigo cru precisa passar por vários tratamentos físico-químicos antes de se converter em artigo acabado para o uso (Mojsov, 2019). A necessidade de resguardar os recursos ambientais do planeta e preservar a qualidade de vida de seus habitantes faz com que este setor busque constantemente processos fabris mais eficientes, econômicos e ecologicamente corretos (Andreaus *et al.*, 2019; Andreaus *et al.*, 2010; Melo *et al.*, 2022).

Dentre as matérias primas naturais, a fibra de algodão destaca-se em importância como a mais utilizada na atividade têxtil e de vestuário (Demir *et al.*, 2018). Esta fibra, para obter características adequadas à sua finalidade, requer vários processos de beneficiamento, que podem ser realizados de forma química, físico-química e bioquímica (Agrawal, 2005), modificando propriedades importantes da fibra natural como a molhabilidade, adesão e coloração da superfície.

Os processos químicos convencionais empregados são identificados frequentemente por alta concentração de produtos poluentes e elevado consumo de água e energia, decorrendo em proporcional emissão de gases de efeito estufa, efluentes contaminados e rejeitos sólidos que, se não tratados de forma apropriada, podem causar impactos negativos à saúde e ao meio ambiente (Khattab; Abdelrahman; Rehan, 2020). O beneficiamento da fibra de algodão com a preparação química efetuada em condições severas de temperatura e pH podem ainda despolimerizar a celulose, reduzindo sua resistência e produzindo um produto de menor qualidade (Xiaokang; Haitao; Jianyong, 2019).

Alguns dos desafios das empresas têxteis encontram-se em viabilizar processos que minimizem os impactos no meio ambiente, utilizem fontes naturais renováveis e melhorem a qualidade de vida (Piccoli, 2008).

De acordo com a Química Verde, cujo conceito é definido por Anastas; Kirchoff (2002), como o desenho, desenvolvimento e a aplicação de produtos e processos químicos que visam reduzir ou eliminar o uso e a geração de substâncias nocivas à saúde e ao meio ambiente, o que é necessário ser perseguido é uma atuação preventiva que opere na origem de processos de emissão e descarte, aumentando a eficiência e segurança nos procedimentos químicos. A

incorporação de medidas práticas e técnicas ambientalmente corretas torna-se fundamental e constitui-se uma das maiores contribuições da Química Verde e Sustentável, através de seus princípios que oferecem um roteiro possível e seguro para o melhoramento químico, ecológico e econômico, podendo tornar os processos químicos menos impactantes ao ambiente, eficientes e lucrativos. É um procedimento que estimula a inovação em todos os setores, acarretando conceber novos produtos, processos de produção e gestão que podem proporcionar maior desempenho e maior valor ao artigo final.

Na continuação destes esforços, na Agenda de Desenvolvimento Sustentável 2030, em seus 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) emitidos pela Organização das Nações Unidas (ONU) há forte ligação entre a Química Verde e Sustentável e o desenvolvimento global. A diretriz da ONU inclui aumento da eficiência energética, gestão sustentável da água potável, custos mais baixos de produção e regulamentação, menor produção de resíduos, menor probabilidade de acidentes, locais de trabalho mais saudáveis e progresso na proteção da saúde humana e do meio ambiente.

Os tratamentos químicos têxteis convencionais podem ser substituídos por bioprocessos que sejam ambientalmente sustentáveis e economicamente atraentes. As enzimas utilizadas nestes processos são proteínas biodegradáveis que podem atuar especificamente nos componentes da fibra de algodão como gorduras, ceras, corantes, proteínas e pectinas ocasionando menores danos comparativamente àqueles causados pelos métodos tradicionais. Seu uso é reconhecido no processamento têxtil pela capacidade de substituir os produtos químicos usuais agressivos, reduzir o consumo de água e energia e melhorar a qualidade estética da fibra (Furlan, 2012; Eid; Ibrahim, 2021). As condições operacionais dos processos enzimáticos são mais suaves, utilizando temperaturas amenas, pH próximo de 7 e menor consumo de água e energia devido à redução de enxagues e uso de água para resfriamento (Hasanbeigi; Price, 2015; Udhayamarthandan; Srinivasan, 2019; Udhayamarthandan; Srinivasan, 2019).

A biocatálise mostra-se como um procedimento flexível e confiável onde os tratamentos podem ser realizados sem reagentes severos e perigosos, utilizando máquinas e instalações já existentes (Mojsov, 2012). A atuação das enzimas nos processos têxteis é bastante específica, evitando danos às fibras (Reis, 2016) e, com isso, obtendo produtos acabados de melhor qualidade em relação ao aspecto visual, toque e resistência.

Descobertas na segunda metade do século XIX, vários estudos estão sendo produzidos com a intenção de entender os efeitos das enzimas na biopurga e bioalveijamento da fibra de

algodão, utilizando apenas uma enzima ou a combinação entre elas. A Tabela 1 apresenta algumas das enzimas mais utilizadas nestes tratamentos têxteis.

Tabela 1- Enzimas utilizadas em tratamentos de biopurga e bioalveamento

| <b>Enzimas</b>  | <b>Autores</b>                         |
|---|--|
| <b>Pectina</b>  | (Colombi <i>et al.</i> , 2022a)        |
|   | (Guo <i>et al.</i> , 2017)             |
|   | (Kalantzi <i>et al.</i> , 2008)        |
|   | (Tzanov <i>et al.</i> , 2001a)         |
| <b>Combinação de pectinase e celulase</b>                   | (Hebeish <i>et al.</i> , 2009)         |
| <b>Combinação de amiloglicosidase e pulanase</b>            | (Eren; Anis; Davulcu, 2009)            |
| <b>Combinação de pectinase, celulase e amiloglicosidase</b> | (Buschle-Diller; Yang; Yamamoto, 2001) |
| <b>Combinação de pectinase, celulase e lipase</b>           | (Reis, 2016; Silva, 2013)              |
| <b>Combinação de pectinase e cutinase</b>                   | (Agrawal, 2005a)                       |

Fonte: a autora

Vários estudos apresentaram bioalveamento com a geração de peróxido de hidrogênio formado enzimaticamente pela reação entre a enzima glicose oxidase e a glicose, obtendo-se bons resultados para quando não se necessita de elevado grau de branco (López; Cavaco-Paulo, 2008; Tzanov *et al.*, 2001; Reis, 2016).

Neste trabalho o desafio foi testar uma nova rota de processo, dentro do conceito de linha verde, onde foi realizada a biopurga, bioalveamento e tingimento, utilizando uma única solução e obter resultados cuja qualidade esteja dentro dos padrões aceitos pela indústria, obtidos pelos processos convencionais utilizados na Indústria Têxtil.

Estudou-se a possibilidade de reutilização da solução da biopurga e a sua combinação com outras etapas do processo que usualmente seriam separadas, economizando desta forma água, energia e insumos.

## 1.1 OBJETIVOS

### **Objetivo Geral**

Aprimorar e integrar o bioprocesso de beneficiamento de tecidos de malha de algodão cru em solução única com reutilização da solução até a etapa de tingimento.

Para atingir o objetivo geral, os objetivos específicos definidos estão listados abaixo:

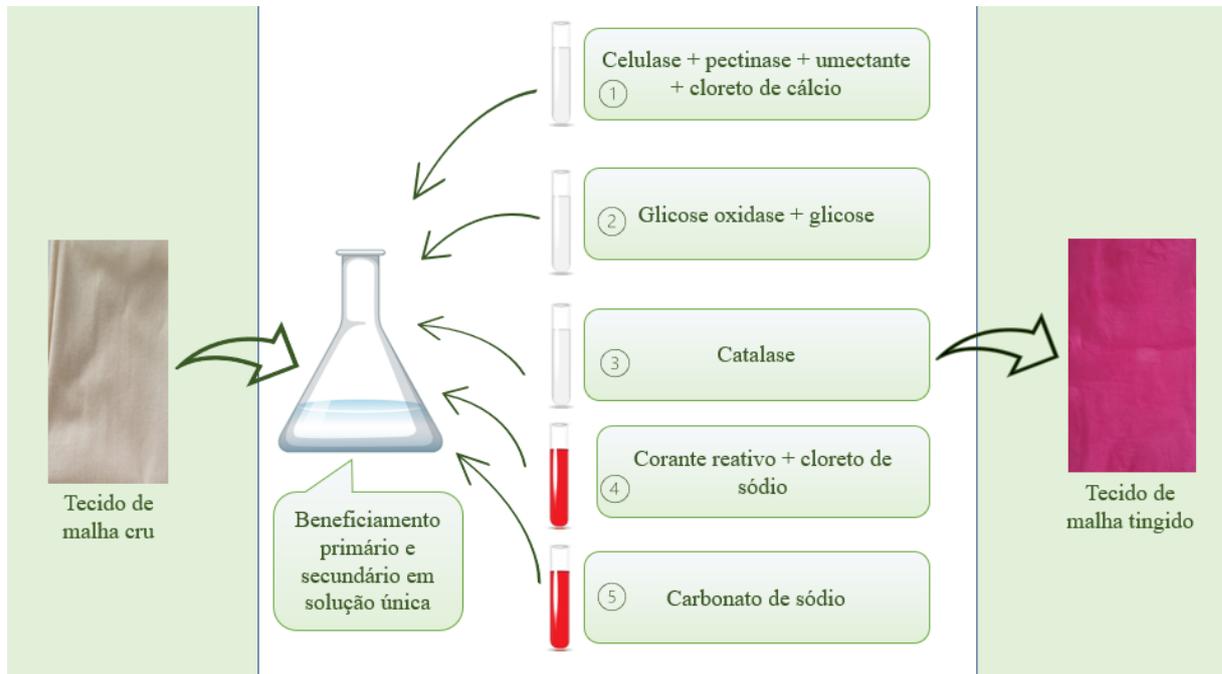
- i. Determinar a intercorrência da variação do pH e da concentração de surfactante não iônico sobre a atividade das enzimas pectinase e celulase utilizadas na etapa da biopurga;
- ii. Avaliar as melhores condições operacionais para a aplicação das enzimas pectinase, celulase, glicose oxidase e catalase em solução única;
- iii. Investigar as condições operacionais para a realização do beneficiamento primário e secundário em solução única;
- iv. Dimensionar a redução do consumo de água através do reuso da solução enzimática nas várias etapas do beneficiamento;
- v. Verificar o ganho colorístico das amostras biotratadas em relação àquelas tratadas com o processo tradicional;
- vi. Analisar os tecidos de malha de algodão tratados enzimaticamente quanto às suas propriedades têxteis e físico-químicas;
- vii. Comparar os resultados dos tratamentos enzimáticos com o processo convencional da indústria têxtil quanto à remoção de substâncias pépticas, hidrofiliidade, capilaridade, perda de massa, grau de alvura, toque, formação de *pilling*, intensidade de cor, igualização e solidez de tingimento.

### **1.1.2 Estrutura da dissertação**

A dissertação está dividida em seis capítulos: (1) introdução, (2) revisão bibliográfica, (3) material e métodos, (4) resultados e discussão, (5) conclusões e (6) sugestões para trabalhos futuros. No final apresenta-se uma lista de referências.

Na Figura 1 mostra-se uma representação gráfica do trabalho.

Figura 1- Resumo gráfico



Fonte: a autora (2023).

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

São abordados neste capítulo os principais conceitos empregados para o desenvolvimento deste trabalho. Será apresentada uma revisão da literatura sobre o cenário em que se encontra a indústria têxtil, seus processos, a composição das matérias-primas, em particular a fibra de algodão e o uso das enzimas no beneficiamento.

### 2.1 A INDÚSTRIA TÊXTIL

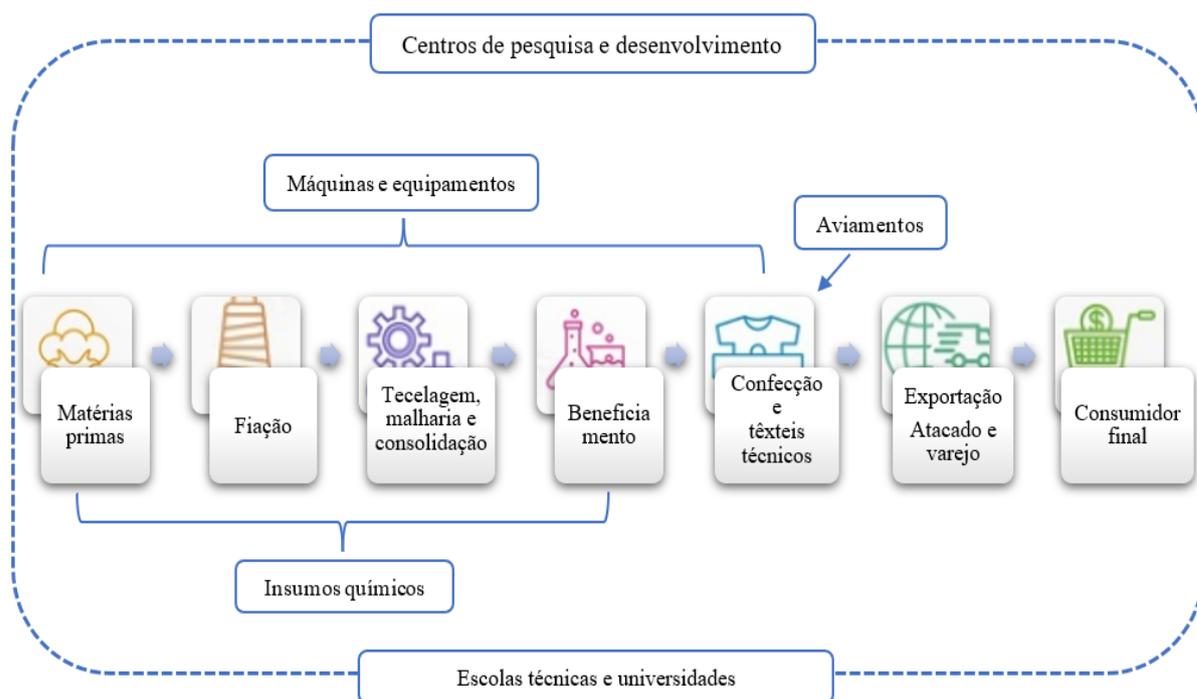
A indústria têxtil sempre ocupou um papel de destaque na história da economia mundial. Independente da época, o vestuário, ao lado da alimentação, sempre foi considerado um ponto fundamental nas necessidades básicas da humanidade. Esteve sempre presente no desenvolvimento socioeconômico e político, a exemplo da Revolução Industrial no início do século XIX e desde então, nunca se parou de investir em novas tecnologias de produção.

De cadeia produtiva longa e complexa, o setor têxtil inicia-se na produção de fibras e filamentos, passando pela fiação, tecelagem, malharia, beneficiamento e confecção. Suas indústrias estão presentes em todo o planeta, desde os países desenvolvidos, até aqueles de menor desenvolvimento econômico relativo (CNI, 2017). Os produtos têxteis, com diferentes acabamentos e possibilidades de aplicação, podem ser consumidos por outros setores industriais como o aeroespacial, automobilístico, médico-hospitalar e construção civil ou continuar na cadeia de produção do setor, transformando-se em artigos de vestuário. Na Figura 2, pode-se observar a estrutura da cadeia produtiva e de distribuição da indústria têxtil. A enorme quantidade de aplicações e, por consequência, os inúmeros processos pelos quais um produto têxtil é passível de percorrer em sua fabricação, confirma a variedade e complexidade desta cadeia produtiva.

No Brasil a indústria têxtil tem mais de 200 anos e atualmente possui a maior cadeia têxtil completa do ocidente, produzindo desde as fibras até as confecções, além de ser autossuficiente na produção de algodão. O setor reúne mais de 22,5 mil empresas em todo o país, emprega cerca de 1,34 milhão de trabalhadores, sendo o maior empregador da indústria de transformação, perdendo apenas para o setor de alimentos e bebidas. Se considerado o número de trabalhadores indiretos, este número quadruplica (CNI, 2017). Com investimentos de R\$ 4,9 milhões no setor, em 2021 faturou R\$ 190 bilhões, o que representa 6 % do valor total da produção da indústria de transformação (ABIT, 2023).

De toda produção têxtil fabricada no Brasil, 60 % a 65 % são destinados à confecção de roupas e os outros 35 % a 40 % são utilizados na fabricação de artigos de cama, mesa e banho e calçados ou enviados às outras indústrias, que também utilizam materiais têxteis em seus produtos ou processos como o setor automobilístico, agrário e moveleiro (CNI, 2017).

Figura 2 - Estrutura da cadeia produtiva e de distribuição têxtil



Fonte: adaptado de CNI (2017).

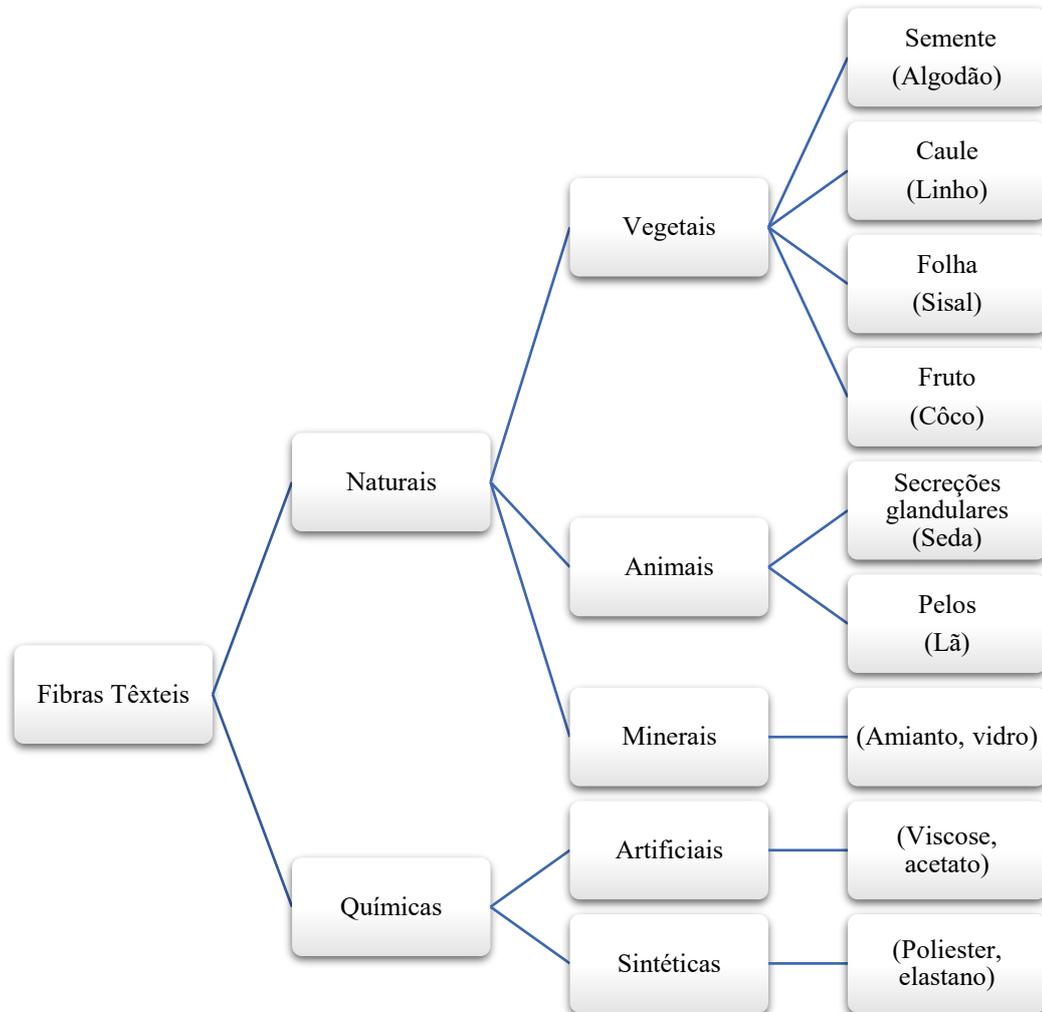
### 2.1.1. O processo têxtil

O setor têxtil desempenha um papel diferenciador como uma indústria totalmente integrada, produz as fibras e as transformam em fios. Estes fios são transformados em tecidos planos, de malha ou outros artigos não tecidos que compõem mercadorias de produtos básicos de matéria-prima para outros setores da economia. Na sequência ocorre o beneficiamento e o envio para o setor de confecção (Madhav *et al.*, 2018) sendo estes produtos finalizados através de diversas operações de produção.

As fibras ou filamentos podem ser naturais, de origem vegetal, animal ou mineral, ou químicas, produzidas por meio de processos industriais. As fibras e filamentos químicos podem ser artificiais, obtidos a partir de um polímero natural, como a celulose, ou sintéticas (Zhou *et*

al., 2019), cujos processos produtivos utilizam polímeros sintetizados a partir de produtos petroquímicos. Na Figura 3 é apresentado um esquema da classificação das fibras e suas origens.

Figura 3 - Classificação das fibras têxteis de acordo com sua origem



Fonte: adaptado de Kuasne (2008).

A transformação das fibras em fios é denominada fiação e é composta de várias operações por meio das quais as fibras são abertas, limpas e orientadas em uma mesma direção, paralelizadas e torcidas de modo a se entrelaçarem umas às outras (Horrocks; Anand, 2000). A conversão dos fios em tecido é chamada tecelagem. Existem três tipos gerais de tecelagem, que são a tecelagem de tecido plano, de malha e de não tecidos. Na tecelagem plana o entrelaçamento dos fios é formado pelo cruzamento em ângulo reto dos fios dispostos no sentido horizontal, denominados trama, e os fios do sentido vertical, denominados urdume. Nos tecidos de malha, o elemento fundamental é a laçada do fio, sendo a carreira de malha a sucessão de laçadas consecutivas no sentido da largura do tecido e a coluna a sucessão de laçadas

consecutivas no sentido do comprimento do tecido (Monteiro, 2018). Já os não tecidos, de acordo com a ABNT-NBR 13370, são uma estrutura plana, flexível e porosa, constituída de véu ou manta de fibras ou filamentos orientados direcionalmente ao acaso, consolidados por processos mecânicos de fricção, de adesão química, coesão térmica ou combinação destes (Zarpelon, 2021).

O beneficiamento é um conjunto de etapas e processos aplicados aos materiais têxteis que tem como objetivo melhorar propriedades como cor, aspecto, brilho, toque, resistência, estabilidade dimensional, entre outras. São utilizados, além do substrato têxtil no estado de fibras, fios, tecidos ou confecções, água, energia e diversas substâncias químicas, como, corantes, tensoativos, enzimas entre outras (De Aguiar, 2022).

Neste estudo, devido à sua predominância, é considerada a indústria têxtil que utiliza a fibra de algodão em sua produção.

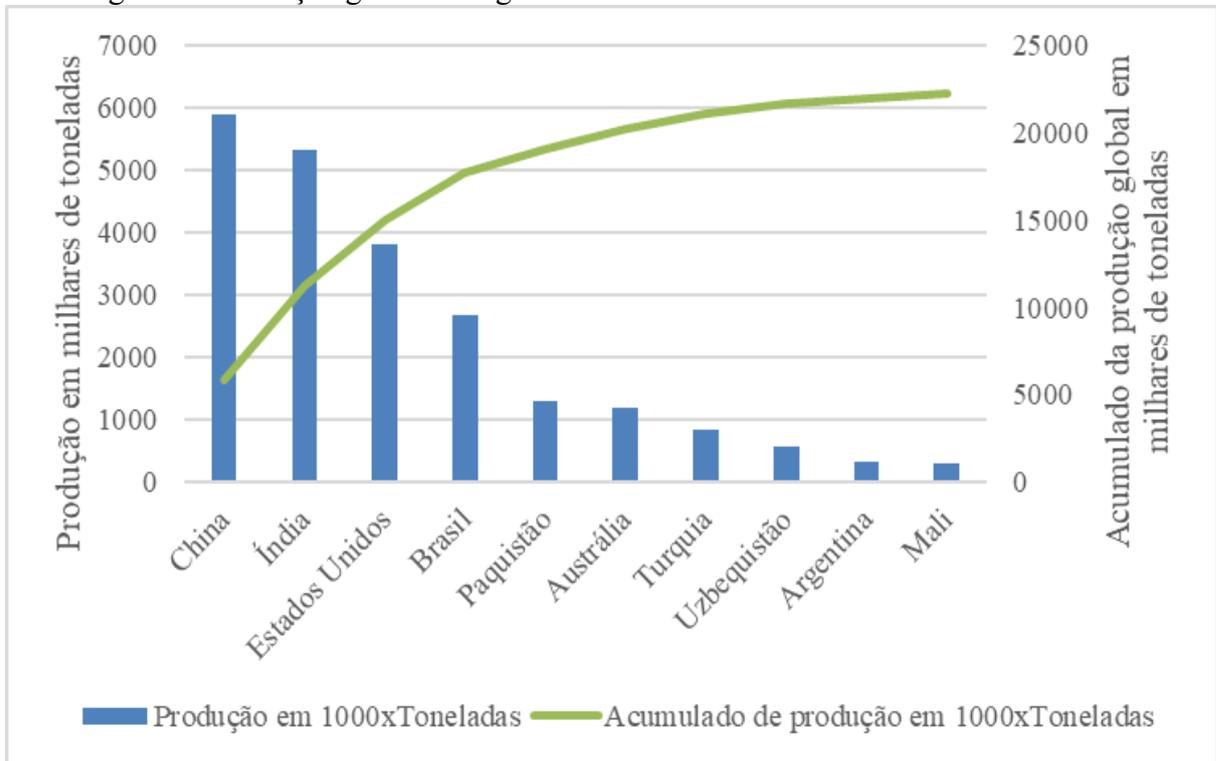
### **2.1.2 A fibra de algodão**

Dentre as fibras naturais, o algodão é a mais utilizada na indústria de vestuário por suas propriedades como suavidade, absorção e umidade, o que a torna muito confortável ao uso. É a fibra celulósica mais importante e a mais consumida de todas as fibras têxteis empregadas neste setor (De Aguiar, 2022; Mahbubul Bashar; Khan, 2013). O algodão está entre as mais importantes culturas de fibras e todos os anos, uma média de 35 milhões de hectares de algodão é plantada em todo o planeta. A demanda mundial aumenta gradativamente desde a década de 1950, a um crescimento anual médio de 2 %. O comércio mundial do algodão movimenta anualmente cerca de US\$ 12 bilhões e envolve mais de 350 milhões de pessoas em sua produção, desde as fazendas até a logística, descaroçamento, processamento e embalagem. De acordo com a Associação Brasileira dos Produtores de Algodão (ABRAPA, 2022), atualmente, o algodão é produzido por mais de 60 países, nos cinco continentes e os maiores produtores mundiais são China, Índia, Estados Unidos, Brasil e Paquistão, nesta ordem. Na Figura 4, pode-se verificar a produção global de algodão em milhares de toneladas gerada na safra de 2021/2022.

A cadeia produtiva do algodão apresenta elevado destaque no agronegócio brasileiro (FERREIRA; MARJOTTA-MAISTRO, 2022). A produção e a exportação em nosso país mantiveram-se em crescente expansão nos últimos anos, posicionando o Brasil como quarto maior produtor e segundo maior exportador a nível global desta fibra (Shahbandeh, 2022). De acordo com Do Amaral *et al.* (2018), o consumo da fibra de algodão no Brasil é predominante,

com cerca de 84 % do consumo total de fibras, seguido pelos compostos de fibras têxteis artificiais e sintéticas (13 %) e 3 % de outras fibras naturais.

Figura 4 - Produção global de algodão em milhares de toneladas - safra 2021/2022



Fonte: adaptado de Shahbandeh (2022).

O algodão é uma fibra vegetal natural, unicelular, que cresce em torno da semente da planta do gênero *Gossypium*, da família *Malvaceae*. É dividido em dois tipos: algodão cultivado e selvagem. Das 50 espécies conhecidas, apenas quatro são cultivadas: *G. hirsutum*, *G. herbaceum*, *G. barbadense* e *G. arboreum* (Egbuta *et al.*, 2017). Existem diversas variedades de algodão que dependem da sua origem geográfica e do seu grau de maturidade (Vasconcelos, 2005).

De acordo com a espécie de algodão e das condições de cultivo, a cor da fibra pode variar de branca até amarelada. O comprimento pode variar entre 22 e 50 mm e o diâmetro de 18 a 25  $\mu\text{m}$  (Agrawal, 2005). Na Figura 5 apresenta-se imagens dos diferentes elementos da planta do algodão.

Figura 5 - Imagens de diferentes elementos da planta de algodão



(1) Planta do algodão; (2) Planta na fase de floração; (3) Cápsula fechada; (4) Cápsula aberta

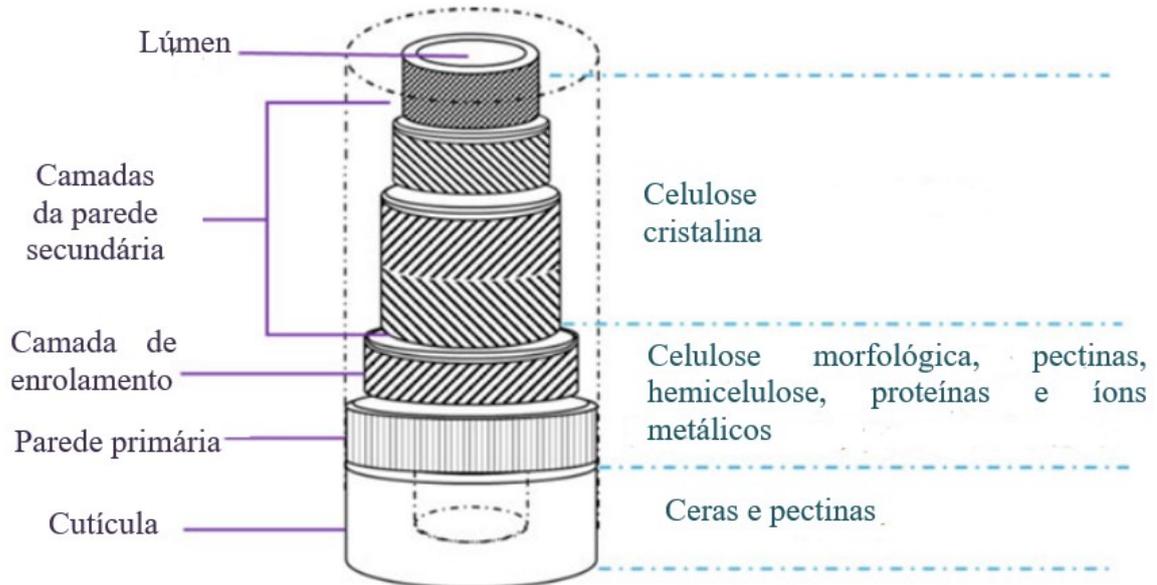
Fonte: adaptado de Wang (2020).

A fibra de algodão consiste numa estrutura em camadas composta por uma parede externa chamada cutícula, uma parede primária que envolve uma parede secundária espessa e um canal central chamado lúmen. A parede secundária é composta por três camadas das quais a média controla as propriedades mecânicas da fibra (Mokhothu; Jacob, 2015). Essas camadas têm diferenças estruturais e químicas com distintas orientações de cadeia molecular e grau de cristalinidade da celulose (Mojssov, 2012). A cutícula é amorfa e composta por ceras, proteínas e pectinas, correspondendo a aproximadamente 2,5 % do peso da fibra. Sua composição protege o algodão contra a penetração de água e ataques ambientais (Colombi *et al.*, 2022a). A parede primária atinge de 0,5 a 1,0  $\mu\text{m}$  de espessura, possui 2,5 % do peso da fibra e 30 % de índice de cristalinidade. É composta por 50% de celulose e constituintes não celulósicos como pectinas, gorduras, ceras, proteínas e corantes naturais (Etters, 1999). A parede secundária é formada por camadas concêntricas sobrepostas com torções de forma alternada (Mokhothu; Jacob, 2015). Possui cerca de 92 a 95 % de celulose e um índice de cristalinidade de aproximadamente 70 %. É organizada em microfibrilas e macrofibrilas, que são mantidas unidas por fortes interações de pontes de hidrogênio (Mojssov, 2012). A parede do lúmen praticamente só pode ser observada em fibras de algodão muito maduras. Constitui a parte mais interior das fibras de algodão, sendo composto por ceras, pectina e restos de protoplasma (Reis, 2016).

Conforme observado na Figura 6, a maioria dos materiais não celulósicos está presente nas camadas externas da fibra de algodão. A parede celular da fibra de algodão é uma estrutura dinâmica cuja composição e forma podem mudar bastante, não apenas durante o crescimento celular, mas também após o amadurecimento das células. Durante o crescimento da fibra o lúmen é o agente pelo qual ocorre o transporte de água e nutrientes. Na maturidade a fibra seca e com seu desentumescimento o lúmen colapsa, proporcionando uma mudança na seção

transversal que assume o formato de feijão e em seu comprimento exibindo torções ao longo da extensão (Karmakar, 1999).

Figura 6 - Esquema representativo da fibra de algodão e sua composição



Fonte: adaptado de Wang (2020).

As fibras quando maduras, apresentam o formato de fitas planas e torcidas, podendo ser fiadas com maior facilidade. Na Figura 7 apresenta-se o formato das seções transversal e longitudinal de uma fibra de algodão madura.

Figura 7 - Seções transversal e longitudinal da fibra de algodão



Fonte: adaptado de Wang (2020).

As impurezas na fibra de algodão podem variar de 4 a 12 % sobre a massa total em base seca (Karmakar, 1999). O teor de celulose alterna entre 88 a 96 %, crescendo com o aumento do grau de maturação (Daria; Krzysztof; Jakub, 2020). Conforme demonstrado na Tabela 2, a fibra de algodão é composta principalmente por celulose, seguida de proteínas,

substâncias pécnicas, ceras e outros constituintes. De acordo com Hsieh; Gordon (2007), a composição química da fibra acontece em função da variedade, ambiente de crescimento como solo, temperatura, manejo, disponibilidade de água e maturidade.

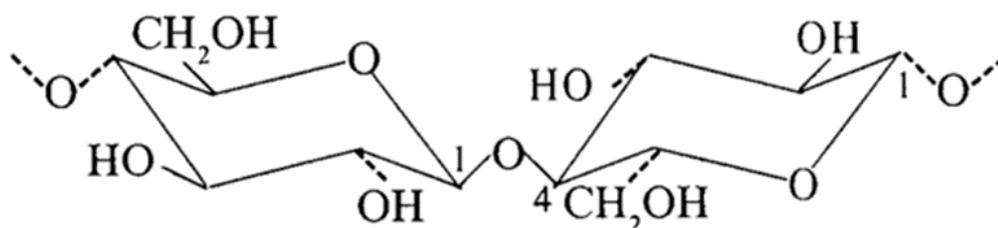
Tabela 2 - Composição da fibra de algodão

| Componente               | Faixa de concentração (%) |               | Composição típica (%) |
|--------------------------|---------------------------|---------------|-----------------------|
|                          | Algodão maduro            | Algodão verde |                       |
| <b>Celulose</b>          | 90 a 95                   | menor         | 95                    |
| <b>Pectina</b>           | 0,7 a 1,2                 | -             | 0,9                   |
| <b>Proteína</b>          | 1,1 a 1,9                 | maior         | 1,3                   |
| <b>Graxas e gorduras</b> | 0,4 a 1,0                 | maior         | 0,6                   |
| <b>Ácidos Orgânicos</b>  | 0,5 a 1,0                 | maior         | 0,8                   |
| <b>Açúcares totais</b>   | Aprox. 0,3                | -             | 0,3                   |
| <b>cinzas</b>            | 0,7 a 1,6                 | maior         | 1,1                   |

Fonte: adaptado de Lewin (2006).

A fibra de algodão é a que apresenta o maior teor de celulose dentre as fibras vegetais (Daria; Krzysztof; Jakub, 2020). A unidade repetitiva da celulose é denominada celobiose e é formada por duas moléculas de glicose esterificadas por ligações  $\beta$ -1,4-glicosídicas. A celobiose possui seis grupos hidroxila que formam interações do tipo ligações de hidrogênio intra e intermolecular. Estas ligações de hidrogênio proporcionam uma forte propensão da celulose formar cristais que a tornam insolúveis em água e na maioria dos solventes orgânicos (Silva, 2013). A estrutura molecular e configuração da celulose pode ser observada na Figura 8.

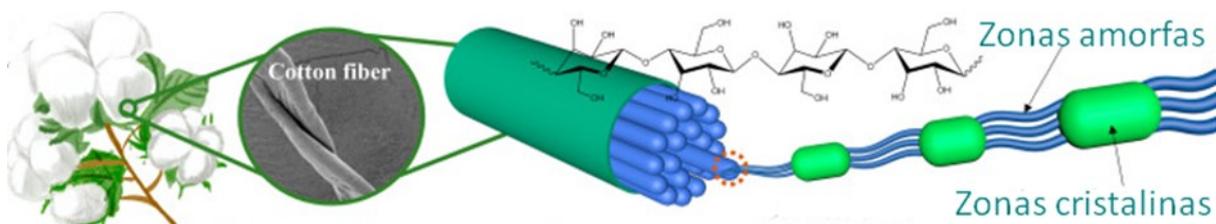
Figura 8 - Estrutura molecular e configuração da celulose



Fonte: Karmakar (1999).

A celulose tem fórmula geral  $(C_6H_{10}O_5)_n$  e é formada por aproximadamente 70 % de regiões cristalinas e 30 % de regiões amorfas menos organizadas (Colombi *et al.*, 2022; Mojsov, 2012). Na Figura 9 apresenta-se um esquema das regiões cristalinas e amorfas em microfibrilas de celulose.

Figura 9 - Regiões cristalinas e amorfas em microfibrilas de celulose



Fonte: adaptado de Huang *et al.* (2022).

Os grupos hidroxilas (-OH) ligados às unidades de anel ligam-se às hidroximetilas ( $-CH_2OH$ ) de cadeias próximas por meio de ligações de hidrogênio, para formar as microfibrilas celulósicas, atingindo de 60 a 70 cadeias de celulose. Estas cadeias aderem-se entre si por ligações de hidrogênio e por forças de Van der Waals (Mojsov, 2012). As microfibrilas geradas possuem diâmetros de 10 a 30 nm e são orientadas no espaço de forma definida em ângulos (Pereira *et al.*, 2015). É esta disposição das moléculas de celulose, em relação umas às outras e ao eixo, que confere as propriedades físicas, comportamento químico e reatividade da fibra de algodão (Mojsov, 2012). Na Tabela 3 estão relacionadas algumas destas propriedades.

Tabela 3 - Propriedades físicas e mecânicas das fibras de algodão

| Propriedade                   | Valores     |
|-------------------------------|-------------|
| Comprimento médio (mm)        | 20,0 – 64,0 |
| Largura média ( $\mu m$ )     | 11,5 – 20,0 |
| Massa específica ( $g/cm^3$ ) | 1,5 – 1,6   |
| Resistência à tração (MPa)    | 300 - 700   |
| Alongamento na ruptura (%)    | 7,0 – 8,0   |
| Módulo de Young (GPa)         | 5,0 – 13,0  |

Fonte: adaptado de Daria; Krzysztof; Jakub (2020).

A fibra de algodão contém proteínas e peptídeos, aminoácidos livres e nitrogênio não proteico. Os componentes contendo nitrogênio constituem o maior percentual de impurezas do

algodão bruto e ocorrem no lúmen da fibra como resíduo protoplasmático e, em pequena porção, na parede primária (Wakelyn *et al.*, 2006). No beneficiamento os componentes proteicos podem ser convertidos em compostos solúveis e removidos por ebulição com álcalis (Karmakar, 1999).

Os principais componentes lipídicos da fibra de algodão madura são os álcoois primários e os ácidos graxos. Podem ser classificados em saponificáveis, que correspondem a aproximadamente 40 % do conteúdo total e não saponificáveis que correspondem aos 60 % restantes (Agrawal, 2005). São estes materiais não celulósicos que criam uma barreira hidrofóbica no algodão cru ao mesmo tempo que fornecem lubrificação durante o processamento têxtil de fiação e tecelagem (Mojsov, 2012).

A cinza residual compõe-se do íon metálico potássio (2.000 a 6.500 mg/L), magnésio (400 a 1.200 mg/L), cálcio (400 a 1.200 mg/L) (Wakelyn *et al.*, 2006) e de outros íons metálicos que estão presentes em pequenos vestígios no algodão como o sódio, ferro, magnésio, cobre e zinco (Agrawal, 2005).

A pectina apresenta-se na cutícula e na parede celular primária da fibra como um gel de preenchimento de espaço, tal como uma poderosa cola biológica (Mojsov, 2012). É um polímero de cadeia longa (com um grau de polimerização de 200-400), que tem dezessete diferentes monossacarídeos em sua estrutura química (Colombi, 2021a). É a mais complexa macromolécula natural, de alta massa molecular, comumente amorfa, insolúvel em água, solúvel em soluções alcalinas e cujo produto da hidrólise é o ácido galacturônico. É constituída de, aproximadamente, 65 % de resíduos de ácido galacturônico ligados entre si por ligações  $\alpha(1\rightarrow4)$  num padrão linear, com pontos de ramificação nos quais predominam cadeias laterais de arabinose e galactose. A elevada metilação (85 %) do ácido poligalacturônico faz com que ele seja fortemente hidrofóbico, favorecendo a falta de absorção de água do algodão cru (Canteri *et al.*, 2012).

### **2.1.3 Beneficiamento primário do algodão na indústria têxtil**

No processo têxtil convencional a úmido, o tecido de malha cru deve passar por uma série de tratamentos químicos antes de transformar-se em tecido acabado. Estes processos são divididos em três grandes grupos conhecidos como beneficiamento primário, que engloba a preparação da fibra; beneficiamento secundário, que inclui a tintura e estampagem, e beneficiamento terciário onde é aplicado o acabamento de acordo com o uso final do material.

A cor natural e a natureza hidrofóbica tornam o substrato têxtil impróprio para os processos posteriores dos beneficiamentos secundários e terciários (Agrawal, 2005). É necessário preparar, limpar e converter este substrato em material hidrofílico para alcançar a adequada absorção de água e uniformidade de cor durante o tingimento (Colombi *et al.*, 2022a).

No beneficiamento primário, o substrato é preparado para que seja possível efetuar os processos seguintes de forma adequada, sem que as impurezas da fibra de algodão cru interfiram no tingimento, estamparia ou acabamento. Estas impurezas, de acordo com Reis (2016), podem ser os componentes comuns das células vegetais como gorduras, ceras, óleos, pectinas, proteínas e compostos nitrogenados, ácidos orgânicos e material corante natural, e aquelas que são obtidas adicionalmente, sujidades, engomantes e óleos de máquinas, resultantes dos processos de colheita e fabricação.

Para a remoção dessas impurezas, conforme De Aguiar (2022), uma das alternativas são as operações químicas como a purga, quando o objetivo final for um artigo tinto ou estampado, e o alvejamento, quando o artigo final for branco ou de cor clara. Na purga o substrato é submetido a solução alcalina contendo hidróxido de sódio ou carbonato de sódio, para saponificar e emulsificar graxas, gorduras e ceras, e produtos auxiliares, como os sequestrantes para a remoção dos metais existentes na água e na fibra, detergentes e dispersantes para remover e dispersar as impurezas e umectantes para melhorar a capacidade de absorção (De Aguiar, 2022). Usualmente, conforme Mojsov (2012), o processo é realizado entre 70 e 90 °C e pH 13-14.

A operação de alvejamento é realizada para eliminar as impurezas pigmentares que proporcionam coloração pardacenta à fibra de algodão, aumentando a alvura e preparando o substrato para obtenção da cor branca ou tingimentos com cores claras e brilhantes. A natureza destes pigmentos pode ser natural da fibra ou adquirida durante a operacionalização industrial sendo que em ambos os casos devem ser eliminados, tornando o substrato branco, apto para o beneficiamento terciário de produtos de cores claras e limpas (De Aguiar, 2022). É realizado em solução onde são empregados alvejantes químicos como o peróxido de hidrogênio além de surfactantes, silicatos, álcalis e agentes complexantes (Dos Santos *et al.*, 2017).

O alvejamento do substrato têxtil pode ser realizado por meio de oxidação ou redução química. Os insumos mais empregados no alvejamento por oxidação utilizam hipoclorito de sódio e o peróxido de hidrogênio. Aqueles mais utilizados no alvejamento por redução empregam o hidrossulfito de sódio ou formaldeído sulfoxilato de sódio. No alvejamento por oxidação, os elementos ativos destes insumos são o cloro e oxigênio, elementos estes que são liberados por substâncias que em suas moléculas já os contenha, em forma instável ou

substâncias que se desdobrem em compostos clorados ou oxigenados (Peng *et al.*, 2018). O alveamento com peróxido de hidrogênio é um dos mais empregados (De Aguiar, 2022) pois sua ação resulta num branco bastante brilhante, por ser de fácil aplicação, oferece menores riscos e não causa danos aos equipamentos. Pode ser aplicado em conjunto com insumos utilizados na purga, realizando duas operações no tempo usual de uma. A ação oxidante do peróxido de hidrogênio ocorre quando se decompõe, liberando gás oxigênio.

Para obtenção de um bom resultado de alveamento com peróxido de hidrogênio são vários os fatores que podem influenciar no processo, como resíduos de ferro, cálcio e magnésio, pH, tempo e temperatura. É necessário encontrar o ponto de estabilidade ideal pois se o insumo for pouco estável o oxigênio é desprendido muito rapidamente para o meio não permanecendo tempo suficiente para alvejar o substrato. Caso seja muito estável não haverá liberação de oxigênio (Peng *et al.*, 2018) e, portanto, nesta circunstância, não haverá alveamento. Nestes processos não só as impurezas, mas a própria celulose pode ser atacada, ocasionando danos à resistência, perda de maciez e peso do tecido ( $\text{g/m}^2$ ) (Mojsov, 2012).

O fluxograma de uma indústria têxtil pode ser muito variado, dependendo da finalidade do produto a ser produzido. Os processos úmidos consomem grandes quantidades de energia, água e agentes auxiliares, gerando elevados volumes de efluentes (Chen *et al.*, 2019). Esse consumo depende da natureza do substrato têxtil, do tipo de máquina e da relação de banho utilizada, dos tipos de processos e tempos utilizados na preparação e lavagem dos procedimentos (Dos Santos *et al.*, 2017).

O uso de enzimas em substituição aos processos tradicionais permite o desenvolvimento de tecnologias ecologicamente corretas no beneficiamento com a vantagem de melhorar a qualidade do produto têxtil. Esses processos sustentáveis estão se tornando fundamentais para a indústria têxtil (Hussain; Wahab, 2018). Novos métodos estão sendo desenvolvidos tornando os tratamentos enzimáticos mais eficientes e viáveis, substituindo os produtos químicos mais agressivos por enzimas nos processos de purga e alveamento das fibras celulósicas.

As enzimas têm ações específicas sob certas condições, fornecem viabilidade de processamento mais seguro sem qualquer efeito indesejável ao tecido (Wang, 2020).

Neste estudo serão utilizadas, na fase do bioalveamento, as enzimas glicose oxidase e catalase.

### 2.1.4 Beneficiamento secundário na indústria têxtil

O beneficiamento secundário abrange todas as operações que visam dar cor ao substrato têxtil. A denominação cor, pode ser entendida como a impressão sensorial proporcionada por um corpo colorido ou uma fonte luminosa colorida, sendo um fenômeno subjetivo. A percepção da cor surge pelos fenômenos físicos (fonte luminosa), reação fisiológica (olho) e impressões psicológicas.

O processo de tingimento modifica química ou fisicamente um substrato têxtil para que a luz refletida apareça colorida. As matérias que proporcionam essa modificação são denominadas corantes. Na estamparia, há aplicação parcial do corante, em forma de desenhos, sobre o substrato têxtil. Na tinturaria, a aplicação do corante sobre o substrato é igualizada e uniforme.

Há vários tipos de corantes e sua classificação pode ser realizada de acordo com a sua aplicação nas fibras têxteis ou conforme sua estrutura química. Na Tabela 4 apresenta-se a classificação dos corantes mais utilizados na indústria têxtil de acordo com suas características, aplicação e principais interações do corante com a fibra.

Tabela 4 - Classificação dos corantes conforme suas características, aplicações e interações corante-fibra

| Classe de corante        | Tipo de fibras (aplicação) | Características (polaridade e solubilidade em água) | Interações corante-fibra   |
|--------------------------|----------------------------|---|--|
| <b>Ácido</b>             | PA, S, WO                  | Aniônico<br>Solúvel                                 | Ligação iônica   |
| <b>Azoico</b>            | Celulósicas                | Insolúvel   | O corante é formado no interior da fibra através de processo de diazocopulação |
| <b>À tina</b>            | Celulósicas                | Não iônico<br>Aniônico quando solúvel               | Ligação de hidrogênio<br>Forças de Van der Waals                               |
| <b>Básico</b>            | PAC                        | Catiônico<br>Solúvel                                | Ligação iônica   |
| <b>Complexo metálico</b> | PA, S, WO                  | Aniônico<br>Solúvel                                 | Ligação iônica   |
| <b>Direto</b>            | Celulósicas, S             | Aniônico<br>Solúvel                                 | Ligação de hidrogênio<br>Forças de Van der Waals                               |
| <b>Disperso</b>          | PES, PA, CA, CT            | Não iônico<br>Insolúvel                             | Ligação de hidrogênio<br>Forças de Van der Waals                               |
| <b>Reativo</b>           | Celulósicas, S, WO         | Aniônico<br>Solúvel                                 | Ligação covalente  |
| <b>Sulforoso</b>         | Celulósicas                | Não iônico<br>Aniônico quando solúvel               | Ligação de hidrogênio<br>Forças de Van der Waals                               |

Fonte: adaptado de Salem (2010); Melo (2022)

O corante reativo é o tipo de corante mais relevante utilizado para o tingimento de fibras celulósicas no Brasil e no mundo (Rosa *et al.*, 2020). Esta classe de corante contém um grupo reativo formando uma ligação covalente com o polímero da fibra. Esta ligação covalente é formada entre as moléculas do corante e o grupo terminal –OH (hidroxila) das fibras do algodão. De acordo com Melo (2022), em torno da metade da produção da fibra de algodão é tinta com corantes da classe reativos, devido suas cores intensas, brilhantes e bons índices de solidez à água e à lavagem (Melo *et al.*, 2022; Rosa *et al.*, 2021). Avalia-se que há perda de 10 a 60 % desse tipo de corante durante o tingimento têxtil, fato este que produz grandes quantidades de efluentes coloridos (Rosa *et al.*, 2021).

### **2.1.5 Tingimento de fibras celulósicas com corantes reativos**

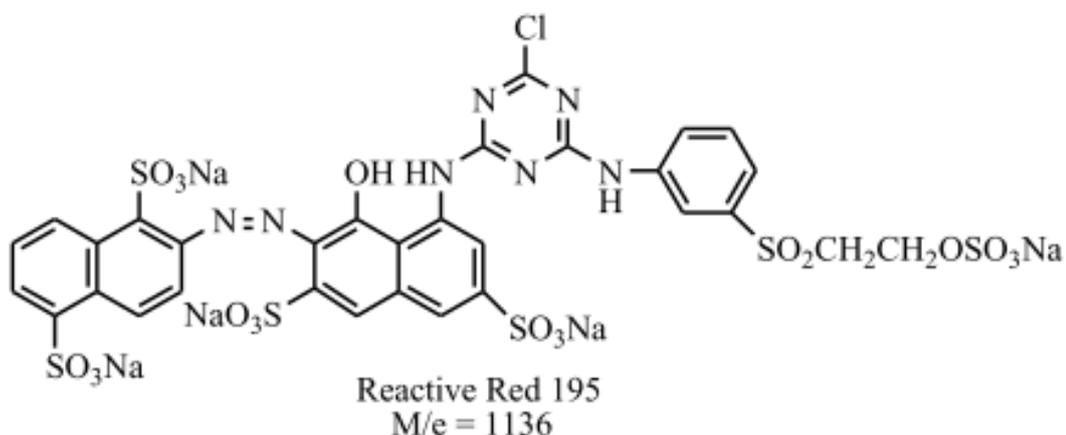
Devido a sua importância, atualmente, no tingimento de fibras celulósicas, este trabalho utilizou nos experimentos um corante do grupo reativo.

O tingimento pode ser realizado de duas formas: através de processos contínuos ou de processos de esgotamento. No tingimento contínuo somente o substrato se desloca e a solução de corante é aplicada por umectação uniforme (impregnação), é espremida mecanicamente (foulardagem) e em seguida fixada por calor, vapor ou repouso. No processo por esgotamento há deslocamento e contato constante entre a solução de tingimento e o substrato. Ao contrário do processo de tingimento contínuo, o banho de tingimento no processo por esgotamento é sempre várias vezes mais volumoso que a quantidade de material a ser tinto.

De acordo com Salem (2010), a qualidade do tingimento com corantes reativos e sua reprodutibilidade são dependentes de diversos parâmetros que envolvem o processo, como o contato entre banho e substrato, a relação de banho entre o corante e a fibra, a velocidade de montagem, a estrutura química do corante e a sua afinidade tintorial com o substrato, o tempo e a temperatura do processo, a adição de produtos auxiliares além de álcalis, ácidos e eletrólitos, dentre outros.

O corante reativo possui em sua estrutura três grupos funcionais: cromóforo, solubilizante e reativo. Este último reage com os grupos hidroxílicos da fibra de celulose e sob condições de tingimento adequadas, formam ligações covalentes entre o corante e a fibra (De Aguiar, 2022; Salem, 2010). Apresenta-se na Figura 10 a estrutura química do corante reativo Red 195 conhecido como bifuncional porque apresenta dois grupos reativos diferentes na molécula: monocloro triazina e vinilsulfona.

Figura 10 - Estrutura química do corante reativo Red 195



Fonte: Leyla Çelik (2012).

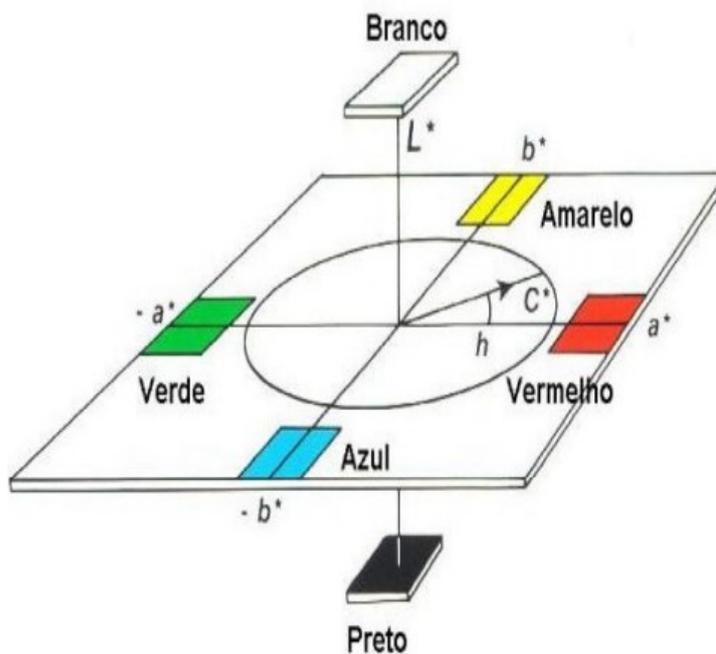
Os corantes reativos apresentam alta solubilidade em água e pouca afinidade com as fibras celulósicas. De acordo com Salem (2010), nos tingimentos com corantes reativos, deve-se estabelecer condições que maximizem o rendimento da reação com a fibra e minimizem a reação com a água.

O processo de tingimento desses corantes consiste basicamente em duas fases: a fase de adsorção do corante pela fibra com o auxílio de eletrólitos e a fase de fixação do corante por reação do grupo reativo do mesmo com os grupos hidroxila da molécula da fibra, provocada pela adição de álcali. Após estas duas fases, é necessária a eliminação do corante hidrolisado, não fixado e desativado, que fica aderente à fibra devido sua grande solubilidade, mediante lavagem e ensaboamento posterior.

A determinação da coloração do tingimento realiza-se por meio do sistema CIELab, espaço de cor ( $L^*$   $a^*$   $b^*$ ) e diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ). Este método localiza a cor em um espaço tridimensional, usando como coordenadas:  $L^*$  (luminância), que pode variar de 0 (preto) a 100 (branco);  $a^*$ , que assume valores negativos (verde) ou positivos (vermelho); e  $b^*$  que assume valores negativos (azul) e positivos (amarelo)), sendo que os planos  $a^*b^*$  podem ocorrer em qualquer nível de  $L^*$ .

Na Figura 11 mostra-se o esquema, apresentando o significado geométrico das coordenadas CIELab.

Figura 11 - Espaço de cor CIELab



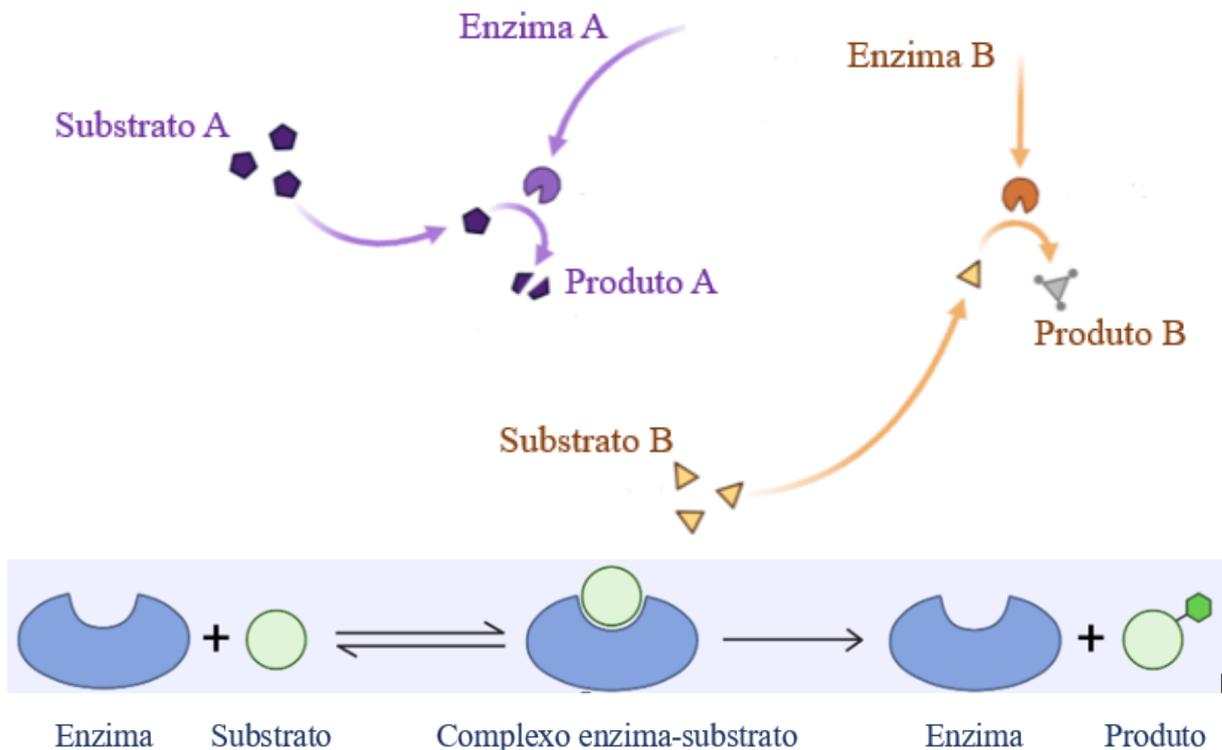
Fonte: Hunterlab (1978).

## 2.2 ENZIMAS

As enzimas são catalizadores biológicos produzidas por organismos vivos obtidas de fontes primárias como tecido animal, vegetal e microbiológica que aceleram a velocidade das reações químicas. São proteínas de alta massa molecular e cada enzima tem uma forma tridimensional específica, funcionando somente em um substrato (composto) ou tipo de reação química. Não se tornam parte do produto da reação, apenas modificam as ligações químicas de outros compostos. Após o término da reação a enzima é liberada, pronta para iniciar outra reação. São classificadas de acordo com os compostos sobre os quais agem: as pectinases decompõem as pectinas, celulasas decompõem celulose, proteases degradam as proteínas (Mojsov, 2012). No caso dos processos têxteis são utilizadas as enzimas hidrolases, que atuam na redução de hidrólise de macromoléculas com consequente solubilização e oxidases que participam de reações de oxido-redução degradando pigmentos de forma direta (lacases) ou indireta (glicose-oxidase).

Na Figura 12 apresenta-se de forma simplificada o mecanismo de funcionamento da reação enzimática.

Figura 12 - Ilustração do mecanismo de reação de hidrólise enzimática



Fonte: adaptado de Biorender (2023).

A maioria das enzimas trabalha em condições suaves (Mojsov, 2014), de forma ideal à temperaturas entre 30 °C a 70 °C e valores de pH próximos do ponto neutro. Desta forma, os processos enzimáticos economizam energia e investimento em equipamentos especiais resistentes ao calor, pressão ou corrosão, sendo ideais na indústria para substituir processos que utilizam produtos químicos agressivos, além de tornar os processos ambientalmente amigáveis e melhorar a qualidade do produto (Kumar *et al.*, 2021).

Na Tabela 5 apresenta-se algumas enzimas utilizadas no processamento têxtil e seus resultados.

As enzimas são classificadas e codificadas pela Nomenclature Committee of the International Union of Biochemistry and Molecular Biology (NC-IUBMB) de acordo com a reação catalisada (Silva, 2013). A nomenclatura emprega a abreviação E.C. (Enzyme Commission) acompanhada de até quatro dígitos relativos à classe e subclasses a que pertence a enzima.

Tabela 5 - Enzimas utilizadas no processamento têxtil

| <b>Tipo de enzima</b>   | <b>Uso têxtil e efeitos</b>   |
|-------------------------|---|
| <b>Amilases</b>         | Desengomagem de fios de algodão de urdimento – hidrolização do amido  |
| <b>Catalases</b>        | Catalização da decomposição do peróxido de hidrogênio após o processo de branqueamento.   |
| <b>Celulases</b>        | Biopolimento, melhoria do brilho e efeito <i>stone washed</i> no denim – hidrolização da celulose.  |
| <b>Colagenases</b>      | Remove as partes residuais da pele na lã hidrolisando as ligações peptídicas em colágeno.   |
| <b>Esterases</b>        | Modificação de fibras de poliéster para melhorar a molhabilidade – hidrólise de ligações ester.   |
| <b>Glicose oxidases</b> | Gera peróxido de hidrogênio utilizado no alvejamento da fibra celulósica.   |
| <b>Lacases</b>          | Decompõem moléculas de índigo para efeito de lavagem no denim.  |
| <b>Lipases</b>          | Hidrolização de lipídios do material têxtil, modificação de fibras de poliamida para melhorar molhabilidade e coloração.  |
| <b>Ligninases</b>       | Remoção de rebarbas e outros compostos vegetais indesejáveis da matéria-prima – hidrólise da lignina.   |
| <b>Nitrilases</b>       | Modificação de fibras acrílicas para melhorar a molhabilidade e coloração – hidrólise de nitrila.   |
| <b>Pectinases</b>       | Biolimpeza de fibras vegetais – hidrólise da pectina  |
| <b>Peroxidases</b>      | Utilizadas como processo de enxague enzimático após o tingimento com corantes reativos, atuando nos corantes hidrolisados na fibra e no licor, proporcionando melhor solidez a úmido, águas residuais descoloridas e decomposição de compostos potencialmente tóxicos.            |
| <b>Proteases</b>        | Remoção de sujidade ou manchas contendo proteínas de um artigo têxtil, antifeltragem de lã, degomagem de seda, modificação de fibras de poliamida para melhorar a molhabilidade e coloração.<br>Quando combinadas, atuam sobre proteínas, pectinas e ceras naturais para lavagem. |

Fonte: adaptado de Mojsov (2014).

### 2.2.1 Pectinase

As pectinases (EC 3.2.1.15) são um grupo complexo de enzimas que auxiliam na hidrólise da pectina em unidades menores. São produzidas por plantas, fungos, bactérias, nematoides e insetos. Em torno de 50 % são produzidas a partir de leveduras e fungos, 35 % tem origem bacteriana e 15 % vegetal ou animal (John *et al.*, 2020). Na Tabela 6 apresenta-se

como as pectinases podem ser classificadas de acordo com seu mecanismo de ação: esterases, hidrolases e liases. Conforme a exigência de pH para a atividade enzimática máxima, estas enzimas são ainda classificadas em grupos ácidos e alcalinos (Kohli; Gupta, 2015).

Podem ser de diferentes tipos: pectina metilesterase, poligalacturonases, pectina transeliminases e pectato liases. São utilizadas na biolimpeza da fibra de algodão de forma individual ou em combinação com outras enzimas como lipases, celulasas e proteases. As pectinases degradam as substâncias pécticas presentes na fibra que liberam ceras e outros materiais não celulósicos facilitando a sua remoção (Kumar *et al.*, 2021). Basicamente a pectina funciona como um agente de aderência para a celulose e ceras. Durante a destruição da pectina, as ceras tornam-se desprotegidas e são facilmente emulsificadas (Hasan *et al.*, 2015). A enzima perfura através dos microporos presentes na camada da cutícula da fibra e, em seguida, hidrolisa parcialmente a pectina na matriz da parede primária (Kumar *et al.*, 2021), elevando desta forma a absorvência do substrato têxtil.

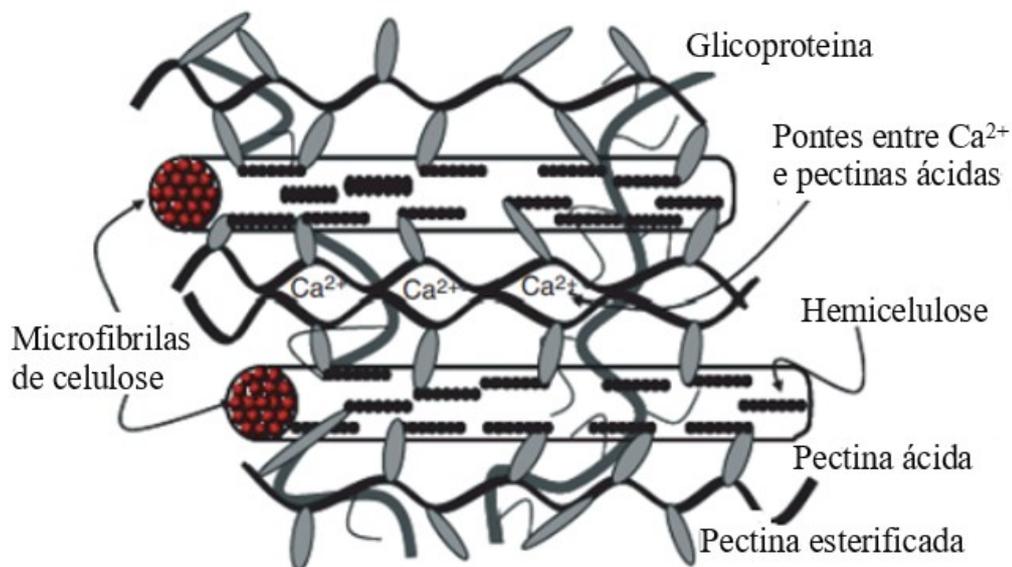
Tabela 6 - Classificação das enzimas pécticas

| <b>Tipo de Pectinase</b> | <b>Nome sugerido pela EC (Comissão de Enzimas)</b> | <b>Sigla</b> | <b>Nome comum</b> |
|--------------------------|--|--------------|-------------------|
| <b>Esterase</b>          | Polimetilgalacturonase esterase                    | PMGE         | Pectina esterase  |
| <b>Hidrolase</b>         | Poligalacturonase                                  | PG           | Poligalacturonase |
|                          | Polimetilgalacturonase                             | PMG          | Pectina hidrolase |
| <b>Liase</b>             | Poligalacturonase liase                            | PGL          | Pectato liase     |
|                          | Polimetilgalacturonase liase                       | PMGL         | Pectina liase     |

Fonte: Colombi (2021).

As pectato liases e as pectina liases desfazem as ligações glicosídicas por reação de trans eliminação do hidrogênio formando galacturonídeos com uma ligação insaturada dupla entre os carbonos das posições 4 e 5 na extremidade não redutora do ácido galacturônico formado. A pectato liase (PGL) utilizada neste estudo, catalisa a clivagem de ligações  $\alpha$ -1,4 do ácido péctico de modo endo ou exo, necessita  $\text{Ca}^{2+}$  para atividade, tem pH ótimo na região alcalina entre 7,5-10,0 e temperatura ótima entre 40 e 50°C (Colombi, 2021a). Na Figura 13 mostra-se as interconexões entre a celulose e outros componentes não celulósicos nas paredes primárias da fibra de algodão.

Figura 13 - Interconexões entre a celulose e outros componentes não celulósicos nas paredes primárias da fibra de algodão



Fonte: adaptado de Niaz *et al.* (2011).

Ibrahim *et al.* (2019) relatam que as enzimas pectinases reduzem o percentual das impurezas constituídas de material não celulósicos e dão melhor absorção de água, suavidade ao toque e brancura aceitável aos tecidos de algodão. É possível com a utilização das pectinases obter substratos têxteis com baixo conteúdo de pectina e ótima capacidade de tingimento, de modo tão eficaz quanto o processo alcalino convencional, utilizando temperaturas inferiores a 60 °C. A concentração ótima varia, mas geralmente as pectinases são bem-sucedidas em baixas concentrações, na faixa de 0,05 e 2,00 % (Abdulrachman *et al.*, 2017). Combinações desta enzima com outras e agentes auxiliares podem ser utilizadas para limpeza atuando sinergicamente com pH flexível e sob condições suaves. Além disso, podem substituir o uso de produtos químicos agressivos, reduzir o consumo de água, energia e altos custos (Hasan *et al.*, 2015; John *et al.*, 2020).

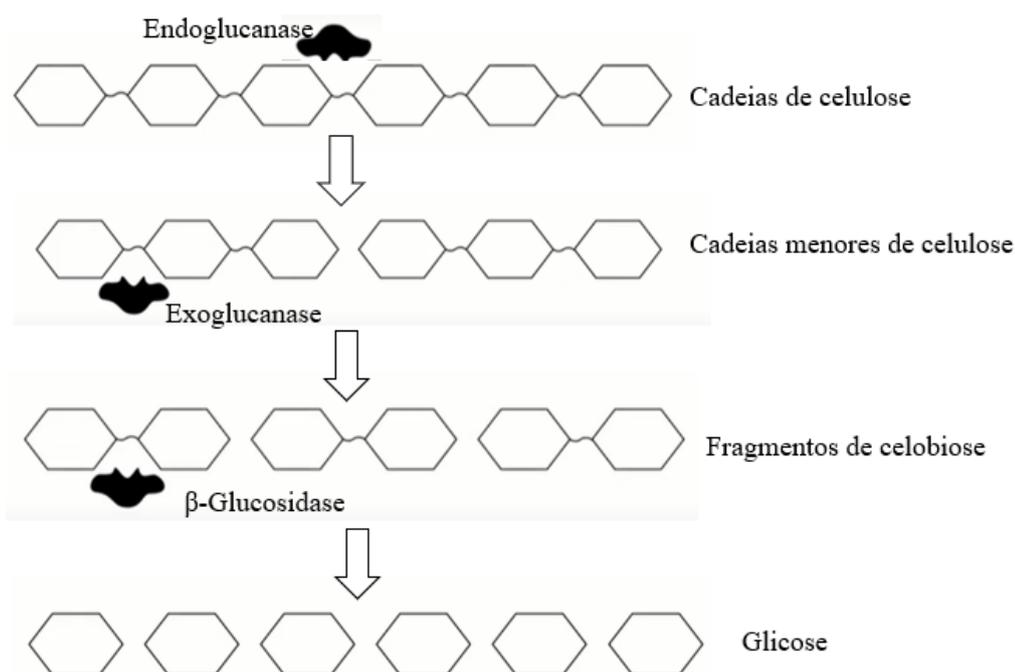
### 2.2.2 Celulase

As celulases são enzimas hidrolíticas que catalisam a clivagem da celulose, particionando a molécula, por meio de degradação de ligações  $\beta$ -1,4 glicosídicas em pequenos componentes de açúcar com diferentes quantidades de unidades de glicose. As enzimas celulases são uma mistura de diversos componentes enzimáticos, formando assim, o que se denomina de complexo enzimático. Este complexo enzimático cujas enzimas atuam sinergicamente estão divididas em três tipos para a hidrólise completa de celulose: endo-1,4- $\beta$ -

D-glucanases ou endoglucanases (EC 3.2.1.4), que quebram as ligações glicosídicas das cadeias de celulose criando novos terminais; exo-1,4- $\beta$ -D-glucanases, celobio-hidrolases ou exoglucanases (EC 3.2.1.91), responsáveis pela ação nos terminais levando à celobiose; e 1,4- $\beta$ -D-glucosidases (EC 3.2.1.21) que hidrolisam a celobiose à glicose (Ogeda; Petri, 2010). Na Figura 14 representa-se sistematicamente a ação deste grupo de enzimas, demonstrando a ação de cada uma separadamente e a importância que cada uma tem na hidrólise.

Na indústria têxtil são utilizadas principalmente as endoglucanases (Kumar *et al.*, 2021) que atuam randomicamente nas regiões amorfas da celulose e de seus derivados, hidrolisando ligações glicosídicas  $\beta$ -(1,4) (Ogeda; Petri, 2010). A utilização de celulases na hidrólise da celulose ocorre em condições mais brandas de pH, pressão e temperatura do que em processos químicos (Silva, 2013).

Figura 14 - Ação das celulases sobre a molécula de celulose



Fonte: adaptado de Azevedo (2022).

A celulase é usada para tratar a superfície do substrato têxtil melhorando a propriedade de absorção de água (Kakkar; Wadhwa, 2022). A adição de celulase ao banho de biopurga tem demonstrado o aumento da eficiência de pectinases. Acredita-se que as celulases eliminam as impurezas indesejáveis pela hidrólise da celulose da fibra (Freitas, 2009), abrindo espaço para que a pectinase atue, bem como os demais compostos da solução de biopurga.

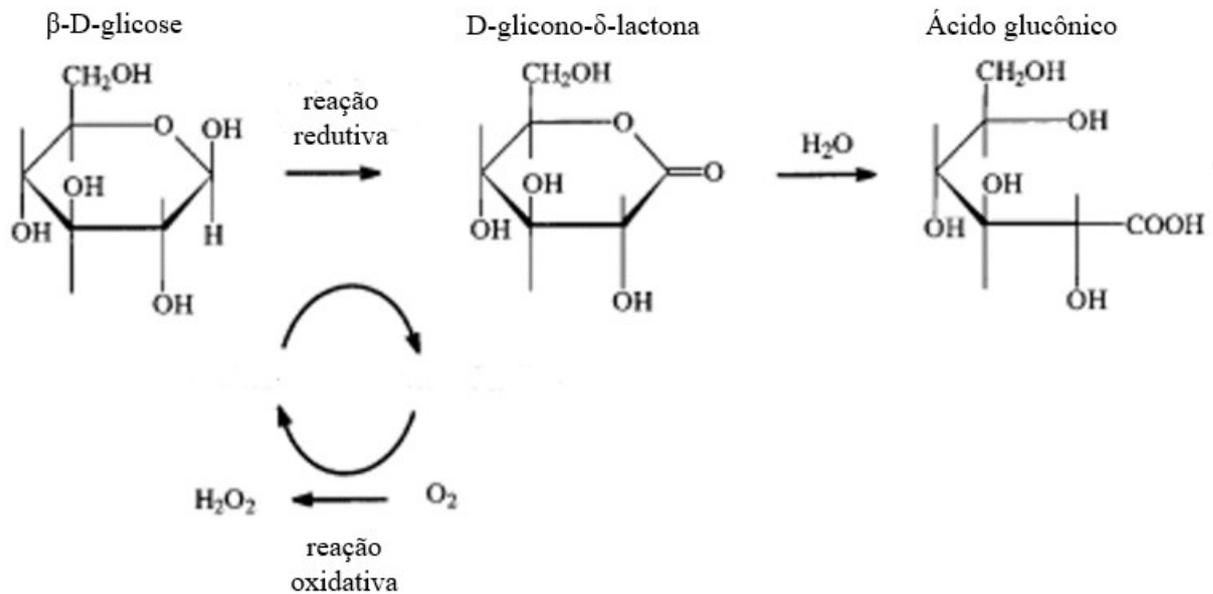
O uso de combinação de enzimas tem um efeito sinérgico e a utilização da celulase com a pectinase no processo de biopurga garante a remoção de impurezas insolúveis devido ao fato da celulase auxiliar na quebra da cutícula e da parede primária do algodão promovendo a penetração da pectinase e criando maior acesso à pectina. De acordo com Niaz *et al.* (2011), esta combinação de enzimas também auxilia na diminuição da concentração de pectinase utilizada no processo.

### 2.2.3 Glicose Oxidase

As enzimas glicose oxidases (EC 1.1.3.4) são um subconjunto de enzimas oxidorreductase que catalisa a transferência de elétrons de um oxidante para um redutor. As oxidases de glicose usam oxigênio como um aceptor de elétrons externo que libera peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ). A reação catalisada por essas enzimas abrange a inserção de oxigênio, onde o substrato oxidado é um doador de hidrogênio/elétron, enquanto o substrato reduzido é um aceptor de hidrogênio/elétron (Khatami *et al.*, 2022). O substrato mais eficaz para a oxidação desta enzima é o  $\beta$ -D-glicose (Wilson, 2016). Esta reação pode ser dividida em duas etapas, uma redutora e uma oxidativa. Na etapa redutora, a enzima glicose oxidase (GOx) catalisa a oxidação de  $\beta$ -D-glicose para D-glicono- $\delta$ -lactona, que não é hidrolisada enzimaticamente a ácido glucônico. Em seguida, a flavina dinucleotídeo adenina (FAD) anel da enzima, é reduzida a  $FADH_2$  (Witt *et al.*, 2000). Na etapa da reação oxidativa, a GOx reduzida é reoxidada pelo oxigênio para produzir o peróxido de hidrogênio. Na Figura 15 mostra-se a reação de oxidação da glicose pela GOx.

A glicose oxidase é instável às temperaturas superiores a 40 °C e é inibida por quantidades micro molares de metais pesados como o mercúrio, chumbo e prata. Em solução, a estabilidade depende do pH. É mais estável em torno de pH 5. Abaixo de pH 2 e acima de pH 8, a atividade catalítica é rapidamente perdida. Em pH 8,1, apenas cerca de 10 % de a atividade permanece após 10 min e em pH 9,1 a inativação é ainda mais rápida. A taxa de inativação em pH alto é reduzida na presença de glicose. Detergentes não iônicos têm pouco efeito sobre a atividade enzimática da glicose oxidase, mas a atividade é perdida na presença de detergentes iônicos. Detergentes aniônicos inativam a glicose oxidase em pH baixo e detergentes catiônicos inativam em pH elevado (Wilson, 2016).

Figura 15 - Reação de oxidação da glicose pela enzima glicose oxidase



Fonte: adaptado de Witt *et al.* (2000).

O branqueamento é uma etapa necessária antes do tingimento têxtil. Em função da alta especificidade, eficiência, atoxicidade e características mais ecológicas como pH próximos ao neutro e baixas temperaturas, há um grande interesse em substituir o branqueamento químico por processos de branqueamento biológico mais seguros na indústria têxtil, reduzindo desta forma, o uso de água, energia e tempo.

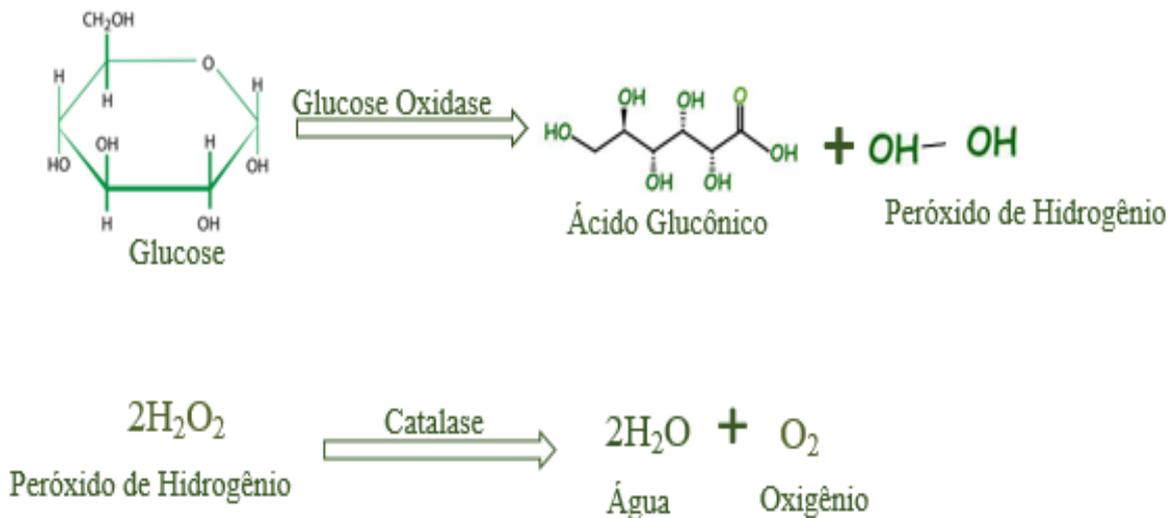
A glicose oxidase representa um método viável para a geração de peróxido de hidrogênio necessário para o branqueamento da fibra de celulose. Quando o peróxido para branqueamento têxtil é gerado por glicose oxidase, para evitar a desativação da enzima, são necessárias condições ligeiramente ácidas a neutras e temperaturas muito mais baixas. Estas enzimas são muito sensíveis às mudanças de temperatura e em altas concentrações de peróxido de hidrogênio são rapidamente inativadas. A temperatura ótima de operação das glicose oxidases ocorre em torno de 40 °C, podendo variar de 35-60 °C e pH ótimo de 4,5-7 (Mojsov *et al.*, 2021), o que torna o branqueamento ambientalmente mais seguro.

#### 2.2.4 Catalase

As enzimas catalases (EC 1.11.1.6), também conhecidas como hidroperoxidases, catalisam a degradação do peróxido de hidrogênio em água e oxigênio. São utilizadas para a remoção de peróxido de hidrogênio remanescente após o processo de branqueamento de fibras

têxteis (Czyzewska *et al.*, 2019). A atividade é fortemente dependente da temperatura e é uma função da concentração do substrato. Esta enzima atua somente sobre o peróxido de hidrogênio presente no tecido e os demais materiais permanecem ilesos (Kakkar; Wadhwa, 2022). Na Figura 16 apresenta-se a reação do processo de bi branqueamento e decomposição do peróxido de hidrogênio com a enzima catalase.

Figura 16 - Reação do bi branqueamento e a decomposição do peróxido de hidrogênio com a enzima catalase



Fonte: adaptado de Kakkar; Wadhwa (2022).

Nos processos tradicionais de beneficiamento, depois do branqueamento é utilizado o bissulfato de sódio para remover o peróxido de hidrogênio, que necessita de alta temperatura e enxágue extensivo. Os resíduos de peróxido de hidrogênio são comuns nestes processos industriais e, como contaminante corrosivo, precisam ser completamente eliminados (Vitolo, 2021). A aplicação de um processo ambientalmente amigável para decompor peróxido de hidrogênio, como a catálise enzimática por catalase, reduz bastante o consumo de água e energia quando comparado a outros sistemas tradicionais de limpeza (Czyzewska *et al.*, 2019) e já é amplamente utilizado nas empresas têxteis.

As enzimas catalases são empregadas em baixa temperatura, com a exigência de enxague mínimo (Kumar *et al.*, 2021), o que torna o processo econômico e menos poluente.

### 2.3. BIOPREPARAÇÃO DO ALGODÃO

Um processo de biopreparação eficiente para tecidos de malha de algodão deve ser baseado em uma combinação, preferencialmente de forma simultânea, de enzimas para purga, lavagem e branqueamento em um banho único, resultando em economia de água nos ciclos de enxague, tempo e consumo de energia. Em comparação com o processo convencional, as vantagens da biopreparação estão no uso de temperaturas mais amenas, em torno de 50 a 60 °C (no processo convencional o tratamento ocorre a temperaturas próximas à ebulição), menor degradação e por consequência, menor perda de peso do substrato têxtil além de menos DQO e DBO no efluente (Mojsov, 2012).

O beneficiamento têxtil tradicional a úmido gera efluentes com grande quantidade de despejos líquidos de elevada demanda química e bioquímica de oxigênio, sólidos dissolvidos e corantes. A maioria das vezes estes conteúdos são compostos orgânicos de estruturas complexas que estão presentes nos efluentes em elevadas concentrações e mesmo quando biodegradáveis, sua decomposição pode formar produtos tóxicos para a fauna (Reis, 2016).

Quando uma combinação enzimática é utilizada, o uso total de enzimas de maior custo tende a diminuir tornando o processo industrial mais econômico (Hong *et al.*, 2019). A utilização de uma associação enzimática com pectinase, celulase e lipase para uma limpeza de tecidos de malha de algodão mostrou que uma enzima não interferiu negativamente na ação da outra e trouxe benefícios em termos da caracterização do produto acabado (Silva *et al.*, 2017). A combinação enzimática das enzimas pectinase, lipase, protease e xilanase, de acordo com Kalantzi *et al.* (2019), apresentou resultados satisfatórios quanto a remoção das impurezas não celulósicas e as características estruturais da fibra após o tratamento, possibilitando a utilização de baixas cargas das enzimas e consequente redução do custo do processo.

A utilização de produtos auxiliares no banho dos biotratamentos auxilia no bom desempenho das enzimas e na hidrofiliidade do substrato têxtil. Os tensoativos aumentam o efeito da lavagem em virtude da redução da tensão superficial, facilitando a penetração das enzimas nos microporos e fissuras da fibra (Tzanov *et al.*, 2001) além de auxiliar na emulsificação de ceras e gorduras não saponificáveis, tornando-as solúveis em água e susceptíveis de rápida eliminação da fibra (Hebeish *et al.*, 2009). Os tensoativos não iônicos podem ser considerados mais benignos para as enzimas do que os tensoativos aniônicos e catiônicos. Isso é atribuído à diferença no modo de ligação. Enquanto um tensoativo não iônico só se liga à enzima por meio de interações hidrofóbicas, um tensoativo iônico pode se ligar por

uma combinação de atração eletrostática e interação hidrofóbica o que pode levar a alterações funcionais até em concentrações muito baixas de surfactante (Holmberg, 2018).

O uso de agentes sequestrantes, conforme Hebeish *et al.* (2009), pode se tornar necessário quando a fibra de algodão apresenta quantidades significativas de cálcio e magnésio, o que dificulta a penetração da enzima.

Devido ao tempo necessário para ocorrer as reações enzimáticas, os biotratamentos são realizados em processos por esgotamento (Choe *et al.*, 2004), em detrimento aos processos contínuos onde é exigido um tempo reduzido de contato entre a solução e o substrato.

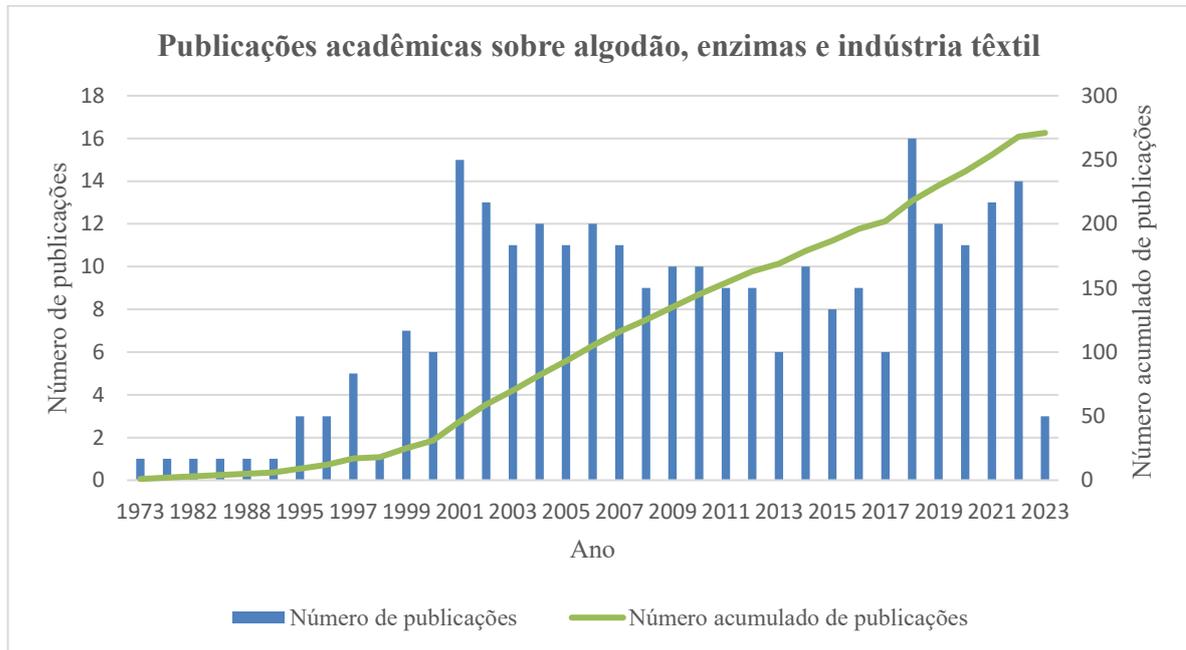
A necessidade de encontrar métodos de aplicação alternativos de produção mais limpa para economizar água, energia térmica e reduzir a carga de efluentes é constante. A utilização de enzimas oferece métodos ambientalmente amigáveis e econômicos em vários procedimentos. Entre as 7.000 enzimas conhecidas, cerca de 1 % delas são normalmente utilizadas em diversos processos da indústria têxtil (Araújo *et al.*, 2008), potencializando e catalisando reações químicas específicas.

De acordo com o exposto, esta pesquisa tem por objetivo obter um processo menos agressivo ao meio ambiente e com menor consumo de água e energia, realizando num só banho o beneficiamento primário através de um biotratamento e o beneficiamento secundário utilizando corante reativo. Além disso, recorreu-se a um pool enzimático onde a primeira etapa consiste na biopurga empregando-se as enzimas pectinase e celulase para a remoção das impurezas da fibra. Posteriormente, é realizado o bioalvejamento com peróxido de hidrogênio gerado pela enzima glicose oxidase e neutralização posterior com a enzima catalase. Em seguida, é realizado o tingimento com a adição do corante e produtos auxiliares na mesma solução do beneficiamento primário. Os resultados obtidos foram comparados com o processo tradicional de beneficiamento, nas etapas da purga, do alvejamento e do tingimento.

#### 2.4 O ESTADO DA ARTE DA UTILIZAÇÃO E REUSO DE ENZIMAS NO BENEFICIAMENTO TÊXTIL DE ALGODÃO

O mapeamento da produção acadêmica sobre a utilização e o reuso de enzimas no beneficiamento têxtil do algodão foi realizado a partir de uma investigação de artigos e é apresentado na Figura 17. O gráfico mostra o número acumulado de artigos relatados pela plataforma Scopus, quando as palavras algodão, enzimas e indústria têxtil foram utilizadas para a pesquisa bibliográfica. Os dados foram verificados em 21 de maio de 2023.

Figura 17 - Publicações acadêmicas sobre algodão, enzimas e indústria têxtil no banco de dados Scopus (situação: 21 de maio de 2023)



Fonte: a autora.

Na Tabela 7 pode-se observar as características de alguns estudos que deram embasamento sobre a metodologia utilizada além de analogia e coerência de resultados obtidos neste trabalho.

Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022)

(Continua)

| Referência                          | Enzimas                      | Observações da pesquisa  |
|-------------------------------------|------------------------------|--|
| <b>Tzanov <i>et al.</i> (2001b)</b> | Glicose oxidase<br>Pectinase | Estudou-se os bioprocessos de lavagem e branqueamento do algodão. A biopurificação foi realizada com dois tipos de pectinase, ácida e alcalina e o alvejamento com peróxido de hidrogênio produzido enzimaticamente durante a oxidação da glicose. Houve necessidade da utilização de surfactante na etapa de biopurificação e da aeração na etapa do bioalvejamento. Os resultados obtidos quanto à hidrofobicidade foram tão eficientes quanto aqueles obtidos nos processos tradicionais. |

Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022)

(Continua)

| Referência                        | Enzimas                                       | Observações da pesquisa   |
|-----------------------------------|---|---|
| <b>Agrawal (2005a)</b>            | Cutinase<br>Pectinase                         | Estudou-se a biopurga do algodão. Concluiu-se que as pectinases alcalinas obtiveram melhor desempenho do que as pectinases ácidas. Os parâmetros mais importantes avaliados foram a concentração de enzimas, pH, temperatura, força iônica e quelantes. Os resultados demonstraram que a cutinase foi capaz de aumentar a cinética da pectinase em termos de remoção de pectina. Constatou-se que o tempo de incubação necessário para atingir a hidrofiliabilidade desejada é maior em comparação com a lavagem convencional. A pectinase sozinha não foi capaz de atingir a hidrofiliabilidade desejada, mesmo removendo até 75 % da pectina da fibra, devido a remoção da camada cerosa mais externa ser necessária. |
| <b>Wang <i>et al.</i> (2007a)</b> | Celulase<br>Pectinase<br>Protease<br>Xilanase | Foi estudada a limpeza de malhas de algodão com as enzimas e suas misturas em um banho único. Os efeitos das combinações foram estudados em relação aos critérios de molhabilidade, perda de resistência à ruptura e brancura. Os resultados mostraram que os efeitos de limpeza das misturas de enzimas foram melhores do que os das enzimas individuais, e as propriedades de tingimento (K/S, parâmetros de cor e solidez da cor) de malhas de algodão biolavadas foram comparáveis às malhas de algodão lavadas convencionalmente.  |
| <b>Wang <i>et al.</i> (2007b)</b> | Pectinase                                     | O objetivo do estudo foi a otimização da biopurga de tecido de malha de algodão com pectinase alcalina. As condições ótimas de pH, temperatura, tempo de incubação e concentração de enzima foram estimadas levando-se em consideração a remoção desejada da pectina e a molhabilidade adequada.  |
| <b>López; Cavaco-Paulo (2008)</b> | Glicose oxidase                               | Investigou-se o peróxido de hidrogênio gerado como um composto de branqueamento por meio de reações enzimáticas, através de três caminhos diferentes: sua produção a partir da glicose pela glicose oxidase, a partir da carboximetilcelulose (CMC) e finalmente, o obtido a partir do etanol, pela ação da enzima álcool oxidase. O efeito do H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> produzido na lavagem foi simulado por meio de um processo de branqueamento de algodão. As reações enzimáticas de oxidação produziram níveis mais altos de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (até 1 g/L após 8 h). O maior grau de brancura foi obtido com o CMC e com o etanol.  |

Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022)

(Continua)

| Referência                                | Enzimas                                 | Observações da pesquisa  |
|---|---|--|
| <b>Hebeish <i>et al.</i> (2009)</b>       | Celulase<br>Pectinase                   | Realizou-se um estudo sobre as condições apropriadas para a biopurga de tecidos de algodão e suas misturas. Testou-se as enzimas em uso único e em misturas binárias. As amostras biopurgadas apresentaram resultados comparáveis aos processos tradicionais. Foi observado que o uso de ácido etilenodiaminotetra-acético (EDTA) melhorou o desempenho dos tecidos.   |
| <b>Eren; Anis; Davulcu (2009)</b>         | Catalase<br>Glicose oxidase<br>Pulanase | Desenvolveu-se um processo para desengomar, branquear e tingir tecidos de algodão em uma solução utilizando enzimas. A desengomagem foi realizada com a enzima pulanase. O branqueamento foi realizado com H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> gerado enzimaticamente e após o clareamento, a decomposição do H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> foi feita com a enzima catalase. O tecido foi tingido no mesmo banho com corantes reativos. Os índices de alvura e os rendimentos de cor obtidos das amostras tratadas enzimaticamente foram comparáveis às amostras tratadas convencionalmente.   |
| <b>Silva (2013)</b>                       | Celulase<br>Lipase<br>Pectinase         | Investigou-se a utilização das enzimas combinadas no processo de biopurga de tecido de malha de algodão juntamente com um agente sequestrante. O efeito de cada enzima e suas interações foi avaliado com o auxílio de um planejamento experimental e a caracterização da malha tratada (perda da massa, alvura, remoção de pectina, tingimento e hidrofiliabilidade). Os resultados mostraram que o sequestrante não interferiu na atividade das enzimas. A comparação do tratamento enzimático com a lavagem alcalina confirmou que a biopurga foi tão eficaz quanto o processo convencional.  |
| <b>Nerurkar; Joshi; Adivarekar (2015)</b> | Lipase                                  | Avaliou-se a eficácia da lipase para biopurga de tecido de algodão. A enzima foi capaz de remover quantidade substancial de impurezas da superfície do algodão e degradá-la em ácidos graxos. As amostras tratadas com a enzima mostraram uma superfície lisa, indicando nenhum dano ao tecido, enquanto a superfície do tecido lavado com a purga alcalina apresentou-se áspera, demonstrando danos ao tecido. A avaliação das propriedades do tecido, como molhabilidade, brancura, comportamento do tingimento, resistência à tração e rigidez à flexão, revelou que a biopurga é tão eficaz quanto o tratamento alcalino convencional. |

Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022)

(Continua)

| Referência                              | Enzimas  | Observações da pesquisa   |
|---|--|---|
| <b>(De Melo Da Silva et al. (2017))</b> | Celulase<br>Lipase<br>Pectinase                    | Neste estudo, avaliou-se o efeito de um <i>pool</i> enzimático comercial na biopurga de tecidos de malha de algodão. Foram avaliados o efeito de cada enzima e a interação entre elas. A combinação das três enzimas apresentou os melhores resultados quanto ao grau de alvura, remoção de pectina e hidrofiliabilidade. A comparação entre os tratamentos efetuados confirmou que a biopurga pode ser tão eficaz quanto o processo convencional de purga alcalina.  |
| <b>Reis et al. (2017)</b>               | Celulase<br>Glicose oxidase<br>Lipase<br>Pectinase | A pesquisa envolve o branqueamento de tecidos de malha de algodão utilizando as enzimas para a remoção das impurezas. O alvejamento foi realizado com peróxido de hidrogênio produzido enzimaticamente pela glicose oxidase durante a oxidação da glicose. Os resultados demonstraram nível de alvura aceitável, boa hidrofiliabilidade e capilaridade. A redução do consumo de água foi quatro vezes menor em relação ao processo convencional.  |
| <b>Demir et al. (2018)</b>              | Lipase<br>Pectinase                                | Foram utilizados para branqueamento e desengorduramento de tecido de algodão as enzimas juntamente com a tecnologia do plasma. As análises realizadas mostraram que a descarga de plasma combinada com enzimas, produz modificações significativas na superfície do substrato, melhorando a hidrofiliabilidade e a alvura sem alterar suas propriedades intrínsecas. Comprovou-se a eficácia da sinergia das duas tecnologias para a indústria têxtil.  |
| <b>Kalantzi; Kekos; Mamma (2019)</b>    | Lipase<br>Pectinase<br>Protease<br>Xilanase        | Um desenho experimental foi usado para investigar o efeito combinado da ação sinérgica de quatro enzimas na melhoria das propriedades físico-químicas de tecidos de algodão após a biopurga. As características estruturais da celulose do algodão, índice de cristalinidade e grau de polimerização não foram severamente afetadas pelo tratamento enzimático e houve remoção de quantidades consideráveis de impurezas não celulósicas. A combinação das quantidades das enzimas foi definida a partir da hidrofobicidade, alvura e capacidade de tingimento, com o auxílio da função desejabilidade. |

Tabela 7 - Características dos estudos em relação à utilização de enzimas no beneficiamento têxtil da fibra de algodão (2001-2022)

(Conclusão)

| Referência   | Enzimas   | Observações da pesquisa  |
|--|-----------|--|
| <b>Xiaokang;<br/>Haitao;<br/>Jianyong<br/>(2019)</b> | Pectinase | Estudou-se um processo de preenchimento repetido durante a biopurga para encurtar o tempo do método de impregnação. Foram testados diferentes tempos de imersão, <i>pick-up</i> e temperaturas de reação. Obteve-se uma diminuição no tempo de processo além de melhora na molhabilidade em relação às amostras tratadas por impregnação.              |
| <b>Kakkar;<br/>Wadhwa<br/>(2022)</b>                 | Celulase  | Foi estudada a celulase, terceira maior enzima industrial, que tem a propriedade de degradar a celulose em unidades de glicose, aumentando a maciez e o brilho de fibras têxteis. São utilizadas para auxiliar na hidrolisação das gorduras e remoção de lubrificantes, aumentando a absorção e o nível de tingimento do substrato.                    |
| <b>Colombi <i>et al.</i><br/>(2022)</b>              | Pectinase | Foi avaliada a reciclagem da solução de biopurga em até 10 vezes num tecido de malha de algodão. Foi mantido o nível de remoção de pectina sem perda significativa na qualidade do tingimento subsequente. O processo mostrou-se promissor, apresentando redução do consumo de insumos, como enzimas, água e produtos químicos e geração de efluentes. |

Fonte: a autora.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo é apresentada a descrição dos procedimentos experimentais realizados nesta pesquisa além dos reagentes e equipamentos utilizados. Os experimentos foram realizados nos laboratórios situados no Departamento de Engenharia Têxtil do Campus de Blumenau da Universidade Federal de Santa Catarina: Laboratório de Meio Ambiente (LABMAM), Laboratório de Cuidados Têxteis (LabCT), Laboratório de Beneficiamento (LABENE), Laboratório de Tecidos e Malhas (LABTEC) e Laboratório Integrado Têxtil (LINTEX). Na Figura 18 observa-se como a metodologia foi realizada e seus objetivos.

Figura 18 - Escalonamento dos procedimentos metodológicos previstos para o estudo de beneficiamento de malhas 100 % algodão em uma única solução

| 1. Preparações enzimáticas   | 2. Purga   | 3. Biopurga  | 4. Alvejamento   | 5. Bioalvejamento   | 6. Tingimento  |
|--|--|--|--|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Definição e caracterização das enzimas a serem utilizadas.</li> <li>✓ Determinação das atividades enzimáticas.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Pré-tratamento convencional.</li> <li>✓ Análise da utilização do agente quelante.</li> <li>✓ Avaliação das propriedades físico-químicas.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Utilização de pectinase e celulase juntas.</li> <li>✓ Testes preliminares.</li> <li>✓ Avaliação das propriedades físico-químicas.</li> <li>✓ Planejamento experimental.</li> <li>✓ Planejamento fatorial.</li> <li>✓ Definição da biopurga a ser utilizada.</li> <li>✓ Reaproveitamento de solução enzimática.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Alvejamento convencional.</li> <li>✓ Avaliação das propriedades físico-químicas.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Avaliação das melhores condições de temperatura, pH e tempo para a utilização das enzimas em conjunto.</li> <li>✓ Utilização de Gox em banho novo.</li> <li>✓ Utilização de Gox em banho único com a biopurga.</li> <li>✓ Avaliação das propriedades físico-químicas.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Amostras tintas preparadas em tratamento convencional.</li> <li>✓ Amostras tintas na solução da biopreparação e em solução nova.</li> <li>✓ Reaproveitamento da solução de tingimento em banho único.</li> <li>✓ Avaliação das propriedades físico-químicas.</li> </ul> |

Fonte: a autora.

#### 3.1 MATERIAL

##### 3.1.1 Substrato têxtil

O material têxtil utilizado foi um tecido de malha adquirida no mercado local. A caracterização é apresentada na Tabela 8. As amostras de malha utilizadas nos ensaios desta pesquisa são provenientes de um mesmo lote, de modo a garantir a padronização dos corpos de prova quanto ao tipo de fio, gramatura, cor e hidrofiliabilidade.

Tabela 8- Caracterização do substrato têxtil utilizado nos corpos de prova

|                            |                      |
|----------------------------|----------------------|
| <b>Composição</b>          | 100 % algodão        |
| <b>Estrutura do tecido</b> | Meia malha (Jersey)  |
| <b>Gramatura</b>           | 160 g/m <sup>2</sup> |
| <b>Título do fio</b>       | 30/1 Ne penteado     |

Fonte: a autora.

### 3.1.2 Reagentes

As enzimas celulase, pectato liase e catalase estudadas neste trabalho foram gentilmente fornecidas pela empresa Akmey®. A enzima glicose oxidase foi adquirida da empresa Sigma-Aldrich. O umectante não iônico empregado foi o Berol® 175, que é fabricado a base de álcool primário natural ( $\geq 60$  % de álcool etoxilado), gentilmente disponibilizado pela empresa Macler Produtos Químicos Ltda. O corante Red 195 foi cedido pela empresa Color Química. Todos os demais reagentes utilizados possuíam grau de pureza analítico. Apresenta-se na Tabela 9 os principais reagentes utilizados e onde foram empregados nesta pesquisa.

Tabela 9 - Principais reagentes utilizados e onde foram empregados na pesquisa

| (Continua)                                |                  |                                       |
|---|------------------|---------------------------------------|
| <b>Reagente</b>                           | <b>Marca</b>     | <b>Finalidade</b>                     |
| <b>Acetato de Sódio anidro</b>            | Vetec            | Atividade enzimática e beneficiamento |
| <b>Ácido 3,5 Dinitrossalicílico (DNS)</b> | Neon             | Atividade enzimática                  |
| <b>Ácido Acético Glacial</b>              | Vetec            | Atividade enzimática e beneficiamento |
| <b>Ácido Cítrico anidro</b>               | Êxodo Científica | Atividade enzimática                  |
| <b>Ácido Clorídrico 37%</b>               | Neon             | Atividade enzimática e beneficiamento |
| <b>Ácido Poligalacturônico</b>            | Sigma-Aldrich    | Atividade enzimática                  |
| <b>Ácido Tricloroacético</b>              | Neon             | Atividade enzimática                  |
| <b>Azul de Metileno hidratado</b>         | Neon             | Determinação de pectina removida      |
| <b>Carbonato de Sódio</b>                 | Neon             | Atividade enzimática e beneficiamento |
| <b>Carboximetilcelulose sal de sódio</b>  | Sigma-Aldrich    | Atividade enzimática                  |
| <b>Catalase</b>                           | Akmey            | Beneficiamento                        |

Tabela 9 - Principais reagentes utilizados e onde foram empregados na pesquisa  
(Conclusão)

| <b>Reagente</b>                                      | <b>Marca</b>     | <b>Finalidade</b>                      |
|--|------------------|--|
| <b>Celulase LT</b>                                   | Akmey            | Biopurga                               |
| <b>Cloreto de Cálcio</b>                             | Vetec            | Biopurga                               |
| <b>Cloreto de Sódio</b>                              | Neon             | Tingimento                             |
| <b>Corante azul Colorsupra AC28G</b>                 | Color Química    | Tingimento                             |
| <b>Corante direto azul turquesa G</b>                | Neon             | Capilaridade                           |
| <b>Corante Vermelho Colorsupra AC5BL</b>             | Color Química    | Tingimento                             |
| <b>EDTA Sal Dissódico</b>                            | Êxodo Científica | Beneficiamento                         |
| <b>Fosfato de Sódio Bibásico Anidro</b>              | Neon/Proc9       | Atividade enzimática e beneficiamento  |
| <b>Fosfato de Sódio Monobásico Anidro</b>            | Lafan            | Atividade enzimática e beneficiamento  |
| <b>Glicose</b>                                       | Vetec            | Atividade enzimática                   |
| <b>Glicose Oxidase de <i>Aspergillus niger</i></b>   | Sigma-Aldrich    | Beneficiamento                         |
| <b>Hidróxido de Sódio</b>                            | Neon             | Beneficiamento                         |
| <b>Pectina Cítrica</b>                               | Vetec            | Atividade enzimática                   |
| <b>Pectinase alcalina (BIOPREP 3000)</b>             | Akmey            | Biopurga                               |
| <b>Permanganato de Potássio</b>                      | Proc9            | Determinação de peróxido de hidrogênio |
| <b>Peróxido de Hidrogênio</b>                        | CRQ              | Beneficiamento                         |
| <b>Tartarato de Sódio e Potássio Tetra hidratado</b> | Neon             | Atividade enzimática                   |
| <b>Tris (hidroximetil) aminometano</b>               | Neon             | Atividade enzimática e beneficiamento  |
| <b>Umectante não iônico Berol 175</b>                | Macler           | Beneficiamento                         |

Fonte: a autora.

### 3.1.3 Equipamentos

Durante a produção desta pesquisa foram utilizados uma balança analítica para pesar os reagentes, pHmetro para mensurar o pH, espectrofotômetros para avaliar as determinações colorimétricas e determinação da alvura, aparelho de tingimento para os ensaios de beneficiamento e determinação do grau de pectina residual, estufa de circulação de ar para avaliar a perda de massa, um banho termostatizado e uma centrífuga para a mensuração das

atividades enzimáticas. Os equipamentos empregados no trabalho estão relacionados na Tabela 10.

Tabela 10 - Equipamentos empregados na pesquisa

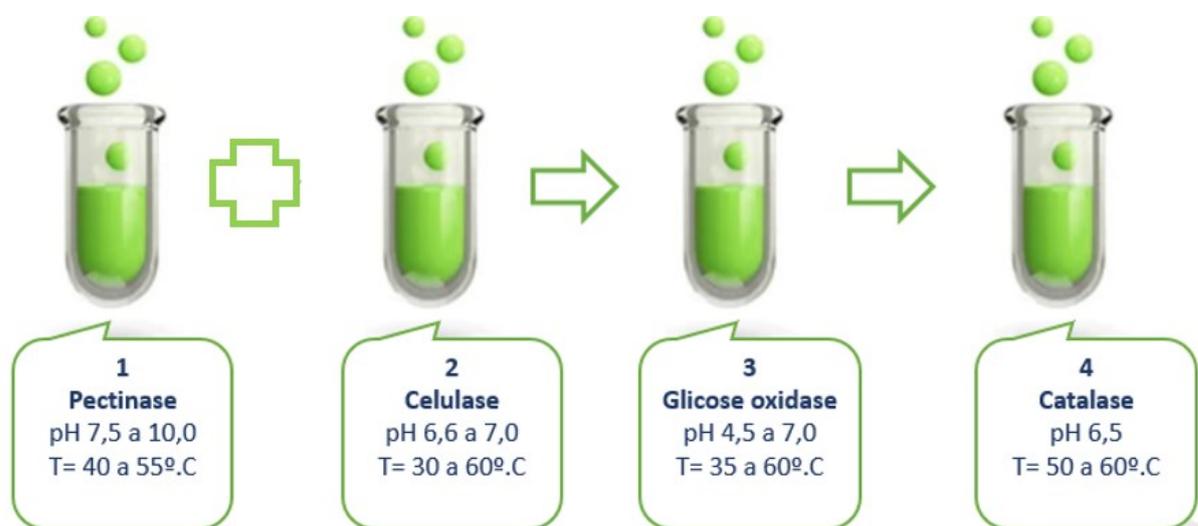
| <b>Equipamento</b>                         | <b>Marca/Modelo</b> |
|--|---------------------|
| <b>Agitador magnético</b>                  | New Lab             |
| <b>Aparelho de tingimento (HT-IR Dyer)</b> | Tex Control         |
| <b>Balança analítica</b>                   | Shimadzu            |
| <b>Banho termostaticado</b>                | New Lab             |
| <b>Centrífuga (modelo DMO412)</b>          | Lab 1000            |
| <b>Colorímetro</b>                         | Datacolor           |
| <b>Espectrofotômetro</b>                   | M.Cronal            |
| <b>Espectrofotômetro de bancada</b>        | Datacolor 500       |
| <b>Espectrofotômetro de absorvância</b>    | Bel modelo M51      |
| <b>Estufa</b>                              | New Lab             |
| <b>Incubadora Shaker</b>                   | New Lab             |
| <b>Martindale Abrasion Tester</b>          | Texcontrol          |
| <b>Microscópio digital</b>                 | RoHS U800X          |
| <b>pHmetro</b>                             | Del Lab             |

Fonte: a autora.

### 3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Recorreu-se a um *pool* de enzimas em um banho único, onde na primeira etapa, a biopurga, empregou-se as enzimas pectinase e celulase, seguida de bioalveamento com peróxido de hidrogênio, gerado em sito, com a enzima glicose oxidase e posterior eliminação do peróxido de hidrogênio residual com a enzima catalase. Na Figura 19 constata-se a sequência do emprego destas enzimas.

Figura 19 - Sequência do emprego do pool de enzimas utilizadas no estudo e suas condições ideais individuais de operação



Fonte: A autora<sup>1</sup> (2023).

### 3.2.1 Estudo das Preparações Enzimáticas

#### 3.2.1.1 Determinação de Açúcares Redutores Totais

Foi utilizado o método de determinação de açúcares redutores totais para definir a atividade enzimática das enzimas celulase e pectinase e para precisar a quantidade de açúcares formados na etapa de biopurga dos bioprocessos sugeridos. A quantificação de Açúcares Redutores Totais (ART) foi feita através da adaptação do método de Miller (Miller, 1959), que tem como princípio a utilização do reagente ácido 3,5-dinitrossalicílico (DNS). De acordo com este método, o DNS sofre redução de um de seus grupos nitro ao reagir com os carboidratos redutores, formando um composto que sofre forte absorbância em 540 nm. Os monossacarídeos são determinados com base na sua oxidação. Os grupos aldeído são oxidados a grupos carboxílicos em presença de ácido 3,5 dinitrossalicílico. O ácido, agente oxidante, é por sua vez reduzido a ácido 3-amino-5-nitrosalicílico que apresenta coloração amarela. A intensidade da coloração medida a 540 nm é proporcional à concentração de açúcares redutores na amostra. A Figura 20 mostra a redução do DNS a ácido 3-amino-5-nitrosalicílico possibilitando estabelecer a quantidade de açúcares redutores presentes.

<sup>1</sup> Montagem a partir de imagem coletada no site Freepik arquivo no. 512696535



A metodologia de Ghose (Ghose, 1987) com algumas adaptações foi utilizada para a caracterização da atividade celulolítica da endo  $\beta$ -(1,4)-glucanase ou carboximetilcelulase (CMCase). Como substrato foi empregada uma solução de carboximetilcelulose 4 % (massa/volume) em tampão fosfato 0,05 M, pH 7,5. A mistura da reação consistiu em 900  $\mu$ L da solução de substrato e 100  $\mu$ L de enzima. A solução foi mantida sob agitação, durante 30 min à 55 °C e após este tempo, a reação foi interrompida com a adição de 1,5 mL do reagente DNS, levada à ebulição em banho termostatizado por 5 min e resfriada em banho de gelo por mais 5 min. Por fim, a solução foi diluída até possibilitar a medição da absorbância. A quantificação dos açúcares redutores fez-se com o auxílio de uma curva de calibração utilizando glicose como padrão em água deionizada. A curva de calibração foi efetuada com glicose nas concentrações de 0 a 1 g/L (correspondente de 0 a 5,5  $\mu$ mol/mL).

A atividade foi definida como a quantidade de enzima capaz de hidrolisar a liberação de 1 mg de açúcares redutores totais por minuto. A atividade celulolítica (A), foi determinada pela Equação 1, expressa em  $\text{mg mL}^{-1} \text{ min}^{-1}$ .

Equação 1- Equação para o cálculo da atividade enzimática da celulase

$$A = \frac{[C] \cdot V_T \cdot D_E}{t \cdot V_E} \quad (1)$$

Onde:

[C] = concentração de açúcar redutor liberado (mg/mL);

$V_T$  = volume total da solução (mL);

$D_E$  = diluição da enzima;

t = tempo de reação (min);

$V_E$  = volume da solução de enzima (mL).

### 3.2.1.3 Determinação da Atividade da Pectinase

A cadeia da pectina apresenta regiões onde o ácido galacturônico é substituído por açúcares redutores sob a ação da pectinase. A atividade da pectinase foi estabelecida medindo-se a liberação de açúcares redutores presentes no ácido poligalacturônico, empregando a pectina cítrica como substrato, seguindo-se a metodologia de Wang *et al.* (2007b) com ligeira

adaptação. A dosagem de açúcar redutor no meio foi determinada aplicando-se a metodologia proposta por Miller (1959).

Uma solução da enzima de 100  $\mu\text{L}$  foi incubada em um tubo de ensaio a 55  $^{\circ}\text{C}$  juntamente com 900  $\mu\text{L}$  de 0,25 % (p/v) de pectina cítrica, 20 mM de NaCl e 0,1 mM de  $\text{CaCl}_2$  em tampão fosfato 0,05 M, pH 7,5, durante 5 min. Após este tempo adicionou-se 1 mL de DNS para interromper a reação e a solução foi levada à ebulição por 10 min. Após este tempo foi resfriada em banho de gelo. Diluiu-se em água deionizada até ser possível a leitura no espectrofotômetro, onde a absorbância foi lida em 540 nm. Foram feitas amostras de branco com volume de solução tampão correspondente ao da enzima nas amostras.

Uma unidade de atividade (U) foi definida como a quantidade de enzima necessária para produzir 1  $\mu\text{mol}$  de açúcar redutor por minuto. A atividade pectinolítica (A), foi determinada pela Equação 2, expressa em  $\text{U mL}^{-1}$  ou  $\mu\text{mol mL}^{-1} \text{min}^{-1}$ .

Equação 2 - Equação para o cálculo da atividade enzimática da pectinase

$$A = \frac{[C] \cdot V_T \cdot D_E}{t \cdot V_E} \quad (2)$$

Onde:

[C] = concentração de açúcar redutor liberado ( $\mu\text{mol/mL}$ );

$V_T$  = volume total da solução (mL);

$D_E$  = diluição da enzima;

t = tempo de reação (min);

$V_E$  = volume da solução de enzima (mL).

#### 3.2.1.4 Determinação da atividade da Glicose Oxidase

Determinou-se a atividade enzimática da glicose oxidase com base na metodologia proposta por Tzanov *et al.* (2002), com ligeiras adaptações. Para isto, primeiramente desenvolveu-se a cinética enzimática em condições próximas da operação da enzima no processo do biotratamento, ou seja, pH 5,5 à temperatura de 55  $^{\circ}\text{C}$ .

Para a realização da cinética enzimática utilizou-se uma solução mãe que foi produzida adicionando-se 2,4 mL da solução de enzima glicose oxidase 1 mg/mL (enzima dissolvida em tampão acetato 0,05 M, pH 5,5), com 2,24 g de glicose (32 g/L), completando-se o volume para

70 mL com tampão acetato 0,05 M e pH 5,5. Para a realização da cinética, 5mL dessa solução foram colocados em erlenmeyers com capacidade para 50 mL. Esta cinética consistiu na incubação da solução, sob agitação, à temperatura de 55 °C. A cada tempo determinado, a reação de peróxido de hidrogênio foi interrompida, acrescentando-se 10 mL de água deionizada e 25 mL de ácido sulfúrico 2 N. Logo após, as amostras foram tituladas com permanganato de potássio para quantificação da concentração de peróxido de hidrogênio gerada na reação, de acordo com a metodologia de (Morita, 2007). Uma unidade de atividade enzimática (U) foi definida como a quantidade de enzima necessária para gerar 1mg/L de peróxido de hidrogênio por minuto, nas condições reacionais.

A solução de permanganato de potássio 0,01 N, foi preparada dissolvendo-se 0,32 g de  $\text{KMnO}_4$  em 1 L de água deionizada e aquecida durante 15 min à temperatura de ebulição. Depois de resfriada à temperatura ambiente foi filtrada através de lã de vidro e transferida e padronizada para um balão volumétrico de 1L. O armazenamento foi feito em frasco âmbar.

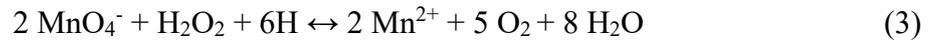
Utilizou-se para a fatoração o padrão primário de oxalato de sódio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), cuja massa molar é 134,02 g/mol. Preparou-se uma solução de oxalato de sódio 0,1 N. Pesou-se 6,7 g do reagente, previamente dessecado em estufa a 110 °C por 2 h. Diluiu-se o reagente com 100 mL de água deionizada quente, esfriado, transferido para um balão volumétrico e completado o volume para 1 L. Para a fatoração foram pipetados 5 mL de solução de oxalato de sódio em um erlenmeyer de 125 mL, adicionou-se 0,25 mL da solução ácido sulfúrico (1:1). Manteve-se a temperatura da solução em 60 °C. Logo após, titulou-se a solução com o permanganato de potássio 0,01 N, sob agitação constante, até que a solução titulada ficasse rósea e mantivesse a cor por mais de 30 s. A temperatura da solução titulada teve que ficar no mínimo em 60 °C até o final da titulação.

Preparou-se o branco pela adição de 5 mL de água deionizada, com o restante dos reagentes, nas mesmas concentrações e temperatura. Subtraiu-se o volume usado (mL) da solução de permanganato de potássio na titulação da prova em branco do volume usado na padronização. Calculou-se o fator de correção, dividindo-se o valor teórico pelo valor gasto na titulação.

A determinação da concentração de peróxido de hidrogênio foi calculada conforme demonstrado a seguir.

A reação entre o peróxido de hidrogênio e o permanganato de potássio ocorreu em solução acidificada com ácido sulfúrico diluído, conforme demonstrado na Equação 3.

Equação 3 - Equação da reação entre o peróxido de hidrogênio e permanganato de potássio em solução acidificada



Assim, transferiu-se uma amostra de 5 mL para um erlenmeyer de 125 mL de capacidade. Adicionou-se ao erlenmeyer 10 mL de água deionizada e 25 mL de solução de ácido sulfúrico 2 N. Titulou-se lentamente esta solução com permanganato de potássio 0,01 N até a coloração permanecer rósea. O branco fez-se titulando sem a adição da amostra. Encontrou-se a concentração de peróxido de hidrogênio em g/L, através da Equação 4.

Equação 4 - Equação para determinação da concentração de peróxido hidrogênio

$$C_{PH} = \frac{V_{PK} \cdot F \cdot N \cdot 17,008}{V} \quad (4)$$

Onde:

$C_{PH}$  = Concentração de Peróxido de hidrogênio [g/L];

$V_{PK}$  = Volume de permanganato de potássio gasto na titulação [mL];

F = Fator de correção;

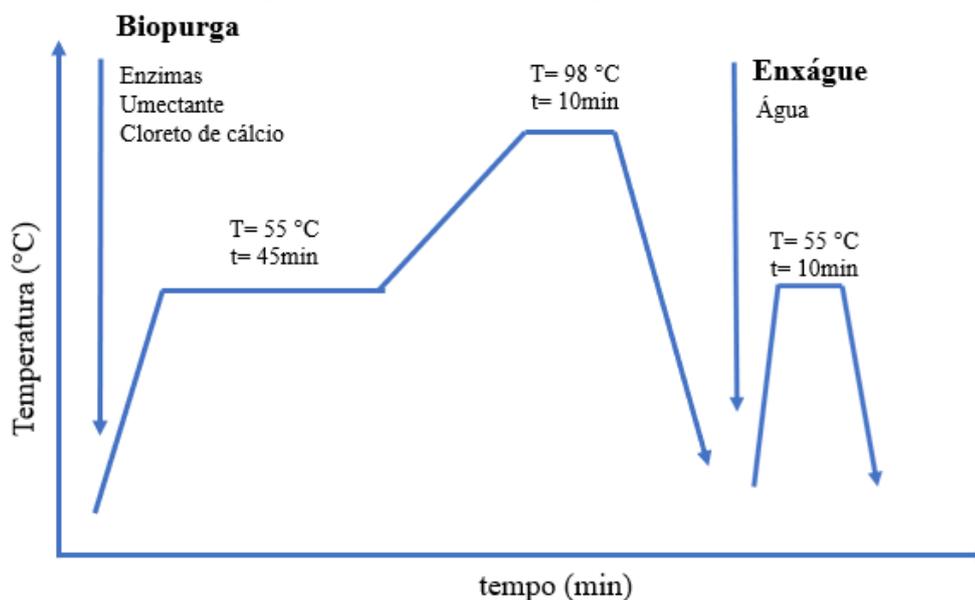
N = Normalidade da solução de permanganato de potássio;

V = Volume da amostra [mL].

### 3.2.2 Biopurga

Os experimentos de purga enzimática foram realizados pelo processo de esgotamento, numa proporção de tecido para solução de 1:20, durante 30 min a 55 °C. Após este período, a temperatura foi elevada à ebulição e permaneceu durante 10 min para a desativação das enzimas. Após o arrefecimento da temperatura para 40 °C, o banho foi descartado e as amostras foram submetidas a uma lavagem de 10 min a 60 °C. Nesta etapa da pesquisa, o banho é composto pelas enzimas pectinase, celulase, umectante não iônico e cloreto de cálcio sendo o pH controlado com solução tampão. Após a definição do melhor processo através da avaliação da malha tratada, este foi utilizado para os posteriores ensaios que seguem o planejamento experimental exposto no item 3.2.8. Na Figura 21 representa-se o processo da purga enzimática nesta etapa.

Figura 21 - Processo de purga enzimática



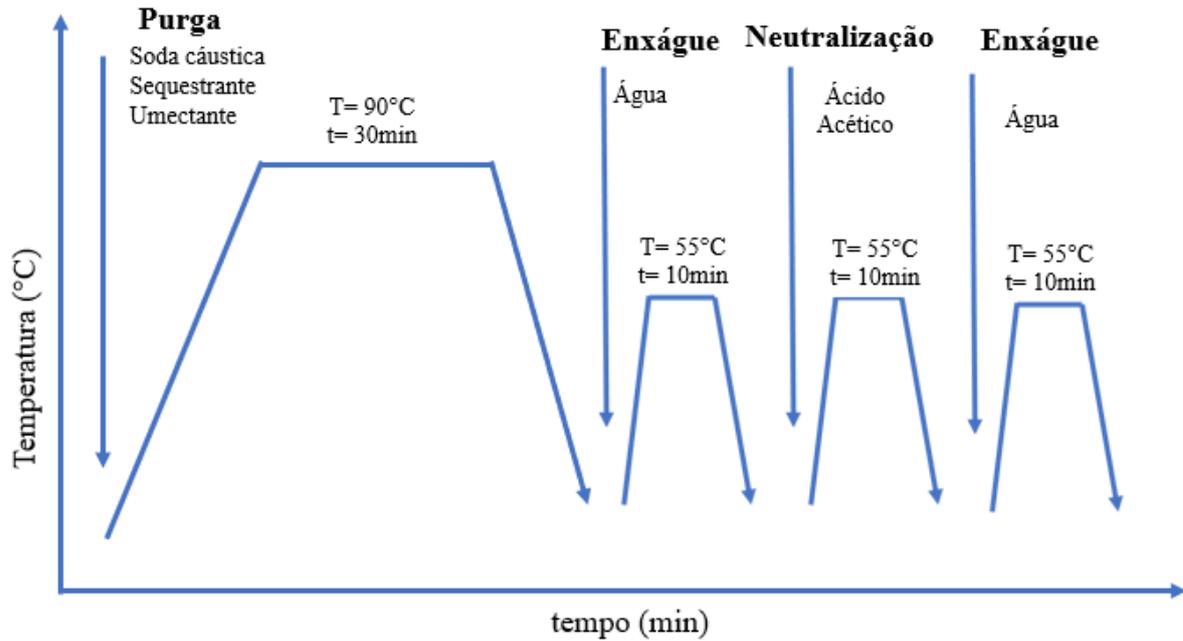
Fonte: a autora.

### 3.2.3 Purga Convencional

Para a referência de avaliação da biopurga, desenvolveu-se ensaios no aparelho de tingimento HT-IR Dyer onde as amostras foram tratadas com purga tradicional alcalina. Foram realizadas provas com e sem o uso de agente sequestrante. Os reagentes utilizados foram 2,0 g/L de hidróxido de sódio, 1,0 g/L de umectante não iônico (Berol 175) e 0,8 g/L do sequestrante EDTA nos experimentos onde foi testado.

As condições estabelecidas para este tratamento foram o processo por esgotamento numa proporção de tecido para licor de 1:20 e procedimento de 30 min a  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ , de acordo com Pimentel (2010). Após este tempo o banho da purga foi descartado e procedeu-se um enxague a frio e uma lavagem de 10 min a  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$  em banho novo que também foi posteriormente descartado. Uma neutralização com 3,0 g/L de ácido acético foi realizada durante 10 min a  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$  e novo enxágue foi realizado a frio durante 10 min. As amostras foram secas em estufa de circulação de ar a  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ . O processo está representado na Figura 22.

Figura 22 - Processo de purga alcalina tradicional

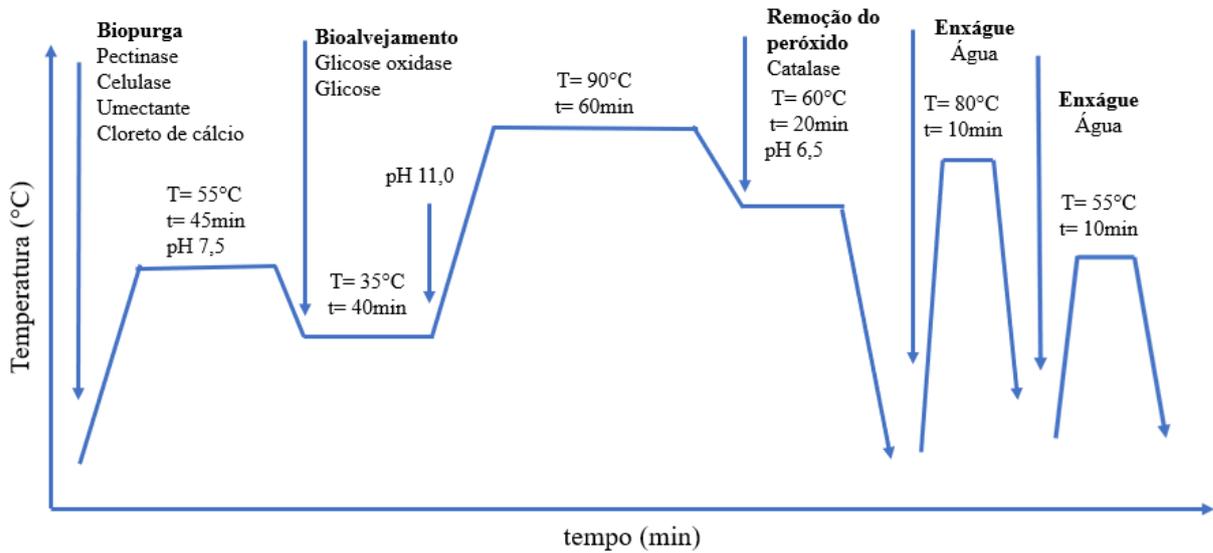


Fonte: a autora.

### 3.2.4 Bioalveamento

O processo nesta fase do trabalho, envolvendo biopurga e bioalveamento simultâneo, foi realizado com um *pool* enzimático que continha as seguintes enzimas: pectinase, celulase, glucose oxidase e catalase. O processamento do substrato deu-se por esgotamento, numa proporção de tecido para solução de 1:20. Iniciou-se com o tratamento de 45 min a  $55^{\circ}\text{C}$  do material submetido a pH 7,5 juntamente com 1,0 g/L de pectinase, 5,0 g/L de celulase, 1,0 g/L do agente umectante e  $0,6 \cdot 10^{-3}$  M de cloreto de cálcio. A partir daí reduziu-se a temperatura para  $35^{\circ}\text{C}$ , corrigiu-se para pH 5,5 e adicionou-se 30,0 g/L de glicose e 25,0 U/mL de glucose oxidase. Tratou-se por 40 min para a ação da enzima glicose oxidase, corrigiu-se para pH 11 e elevou-se a temperatura para  $90^{\circ}\text{C}$  para a realização do alveamento enzimático. A duração desta etapa foi de 60 min. Em seguida, reduziu-se a temperatura para  $55^{\circ}\text{C}$  e adicionou-se 0,25 g/L da enzima catalase para a remoção do peróxido de hidrogênio remanescente. Após 20 min a  $60^{\circ}\text{C}$  a solução foi descartada. Em solução nova, realizou-se uma lavagem a  $80^{\circ}\text{C}$  durante 10 min e outra com a mesma duração a  $55^{\circ}\text{C}$ . O processo de bioalveamento e biopurga simultâneos aplicado pode ser observado na Figura 23.

Figura 23 - Processo de biopurga e bioalveijamento simultâneo



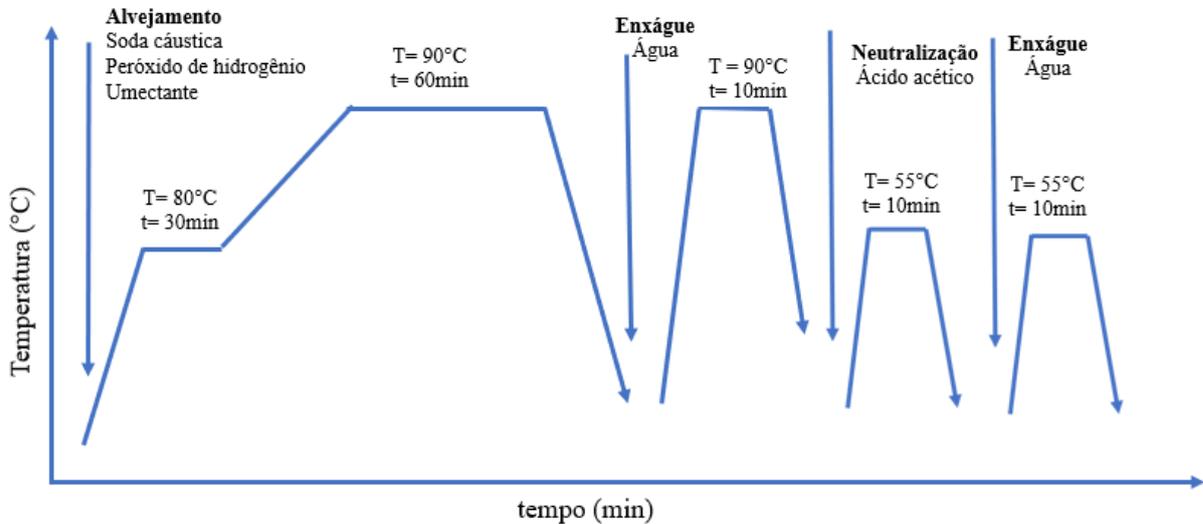
### 3.2.5 Alveijamento Convencional

Para a referência de avaliação da etapa do bioalveijamento, ensaios foram realizados no aparelho de tingimento HT-IR Dyer tratando as amostras com o alveijamento tradicional utilizando peróxido de hidrogênio.

Utilizou-se nesta etapa os seguintes reagentes: 2,0 g/L de hidróxido de sódio (50 %), 3,0 g/L de peróxido de hidrogênio (50 %) e 1,0 g/L de umectante não iônico (Berol 175). Durante 30 min os corpos de prova foram tratados em processo por esgotamento numa proporção de tecido para solução de 1:20 a 80 °C e por mais 60 min após a elevação da temperatura para 90 °C. Em seguida, a solução foi descartada e o substrato submetido à lavagem por 10 min a 90 °C em solução de água que também foi posteriormente rejeitada. Na sequência, uma neutralização com 3,0 g/L de ácido acético foi realizada durante 10 min a 55 °C, seguido por um novo enxágue, também a 55 °C por 10 min. As amostras foram secas em estufa de circulação de ar a 45 °C.

Na Figura 24 representa-se o processo de alveijamento convencional utilizado nesta fase da pesquisa.

Figura 24 - Processo de alvejamento convencional empregando peróxido de hidrogênio



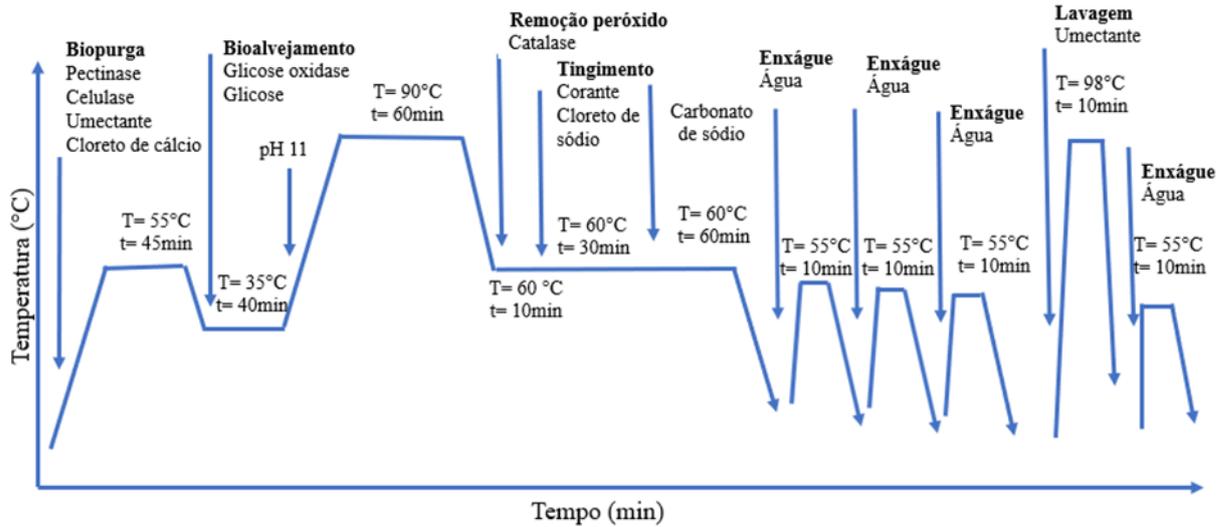
Fonte: a autora.

### 3.2.6 Biopurga, bioalvejamento e tingimento simultâneos

Nesta fase da pesquisa realizou-se, de forma escalonada e consecutiva, o beneficiamento primário e o secundário utilizando-se o *pool* enzimático composto pelas enzimas pectinase, celulase, glucose oxidase e catalase, além do corante reativo. Utilizou-se o processo por esgotamento, numa proporção de tecido para solução de 1:20. A prática consistiu em submeter o substrato durante 45 min a 55 °C em pH 7,5 juntamente com 1,0 g/L de pectinase, 5,0 g/L celulase, 1,0 g/L do agente umectante e  $0,6 \cdot 10^{-3}$  M de cloreto de cálcio. Ao final desta etapa, a temperatura foi reduzida para 35 °C, corrigiu-se para pH 5,5 e adicionou-se 30,0 g/L de glicose e 25,0 U/mL de glicose oxidase. Nesta fase do processo, tratou-se o substrato durante 40 min. Em seguida ajustou-se para pH 11 e tratou-se por mais 60 min a 90 °C. Reduziu-se a temperatura para 35 °C e corrigiu-se para pH 6,5. Adicionou-se 0,25 g/L de catalase e tratou-se por mais 10 min.

Depois deste tempo, realizou-se dois experimentos em triplicata. No primeiro, representado pela Figura 25, foram adicionados 2 % de corante reativo Red 195 (dado pela empresa Color Química) e 30,0 g/L de cloreto de sódio, processando-se durante 30 min a 60 °C. Em seguida adicionou-se 7,5 g/L de carbonato de sódio, dando continuidade ao processo por mais 60 min e só então o banho foi descartado. Logo após, foram realizadas três lavagens, cada uma de 10 min em solução nova: a primeira com água a 55 °C, a segunda com 0,25 g/L do agente umectante (Berol 175) a 98 °C e a terceira e última com água a 55 °C.

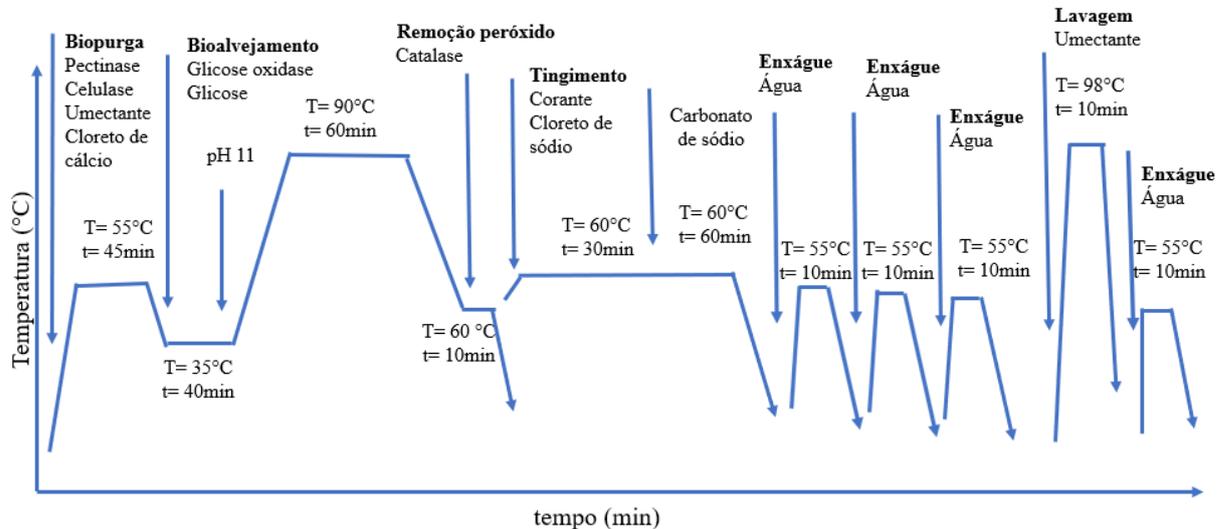
Figura 25 - Processo de biopurga, bioalveamento e tingimento simultâneos



Fonte: a autora.

No segundo experimento, conforme retratado na Figura 26, após a adição da enzima catalase e tratamento de 10 min, o banho foi descartado. Em solução nova, considerando-se o *pick-up* do substrato, foi adicionado o corante e o cloreto de sódio. Realizou-se o tingimento nas mesmas condições do primeiro experimento.

Figura 26 - Processo simultâneo de biopurga, bioalveamento e tingimento em solução nova



Fonte: a autora.

Com o objetivo de reutilizar a água em diferentes etapas do processo, foram realizados testes para o reuso da solução de tingimento, corrigindo a condutividade antes da adição do corante e do sal nos dois processos apresentados na Figura 25 e Figura 26.

### 3.2.7 Avaliação das características físico-químicas das amostras

As amostras de tecidos de malha de algodão, sem tratamento e aquelas tratadas com as purgas e alvejamentos enzimáticos e convencionais, foram caracterizadas quanto à perda de massa, hidrofiliidade, capilaridade, teor de pectina removida, grau de branco, formação de *pilling* e resposta ao tingimento com a determinação do grau de exaustão das soluções, intensidade de cor, igualização e solidez à lavagem do artigo.

#### 3.2.7.1 Determinação da perda de massa

Calculou-se a perda de massa das amostras de acordo com a Equação 5, onde  $W_1$  e  $W_2$  correspondem às massas do tecido antes e após o processo de beneficiamento respectivamente (Colombi, 2021a). A avaliação foi feita após a secagem na estufa de ventilação a 45 °C durante 4 h e posterior resfriamento em dessecador.

Equação 5 - Equação para o cálculo da perda de massa das amostras

$$\text{Perda de Massa (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \cdot 100 \quad (5)$$

Onde:

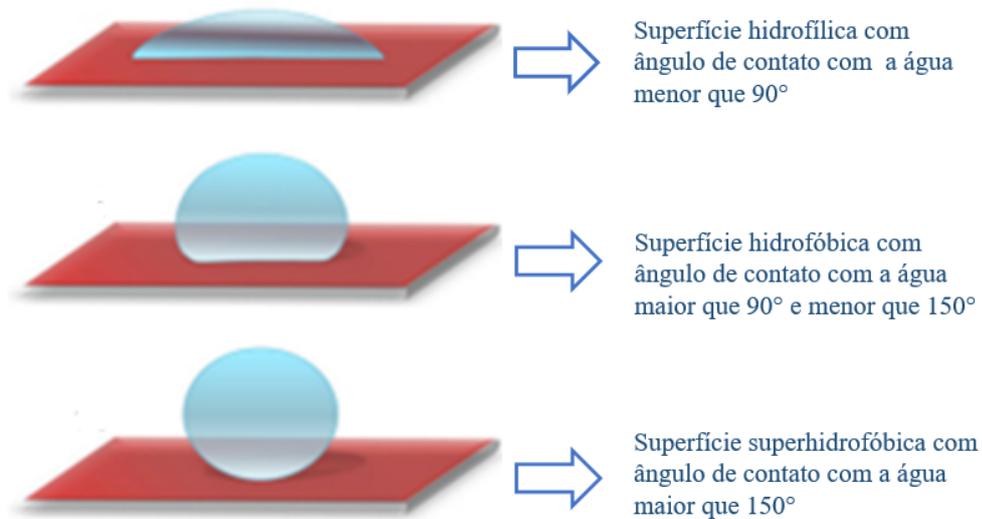
$W_1$  = Massa da amostra antes do tratamento

$W_2$  = Massa da amostra após o tratamento

#### 3.2.7.2 Hidrofiliidade

De acordo como uma gota de água interage com a superfície sólida de um substrato têxtil a superfície pode ser classificada como hidrofílica, hidrofóbica ou superhidrofóbica. As medições do ângulo de contato com a água são utilizadas para caracterizar a molhabilidade da superfície sólida. Uma superfície hidrofílica mostra forte afinidade com a água e uma superfície hidrofóbica repele fortemente a água. A superfície é conhecida como hidrofílica quando o ângulo de contato da água é menor que 90°, hidrofóbica quando o ângulo de contato da água é maior que 90° e menor que 150° e superhidrofóbica quando o ângulo de contato da água é maior que 150° (Latthe *et al.*, 2014). Na Figura 27 mostra-se este esquema.

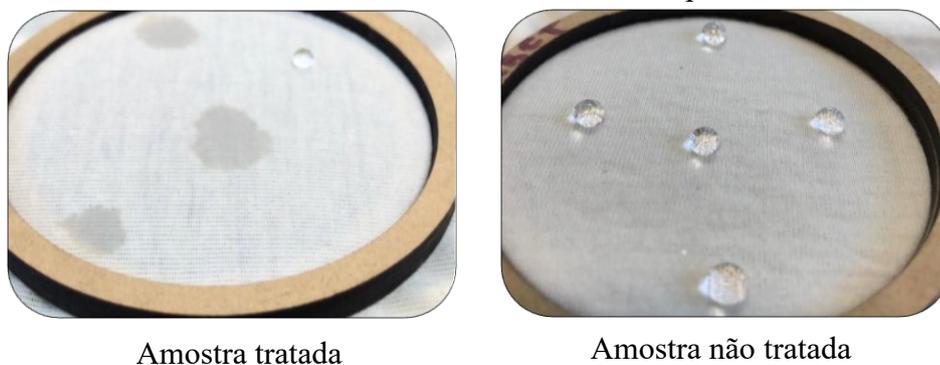
Figura 27 - Esquema da interação da gota d'água com uma superfície sólida



Fonte: adaptado de Latthe *et al.* (2014)

O teste de hidrofiliidade das amostras foi executado a partir da norma NBR 13000 (ABNT, 1993) com algumas adaptações. É um método de visualização rápida e consiste em determinar o tempo necessário que uma gota de água deionizada a temperatura de  $20 \pm 2$  °C demora para ser absorvida pelo tecido de malha. O tempo de molhagem de 5 s ou menos equivale a uma absorção adequada da amostra para os tratamentos de beneficiamento posteriores (Nerurkar *et al.* 2015). Para a realização do teste, fixou-se a amostra do tecido de malha em um bastidor de bordado e posicionou-se uma pipeta de Pasteur a 5 mm de sua superfície. Na Figura 28 exibe-se as amostras no bastidor. O cronômetro foi acionado quando a gota de água tocou a amostra e foi interrompido quando a água foi absorvida. O resultado foi calculado através da média de cinco ensaios consecutivos em diferentes áreas da amostra.

Figura 28 - Amostras submetidas ao teste de hidrofiliidade a partir da norma NBR 13000



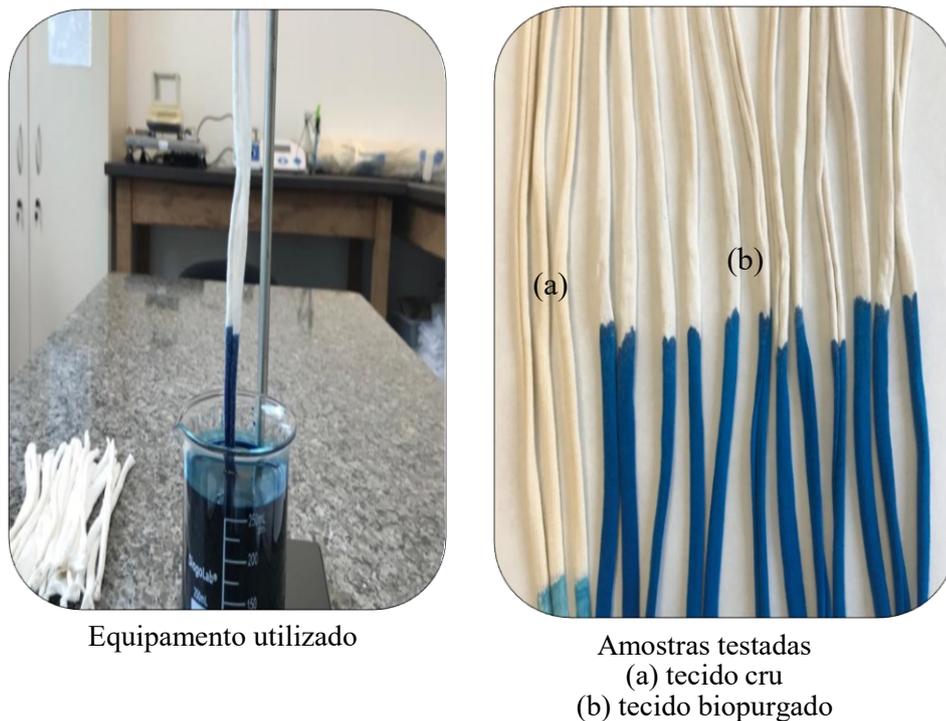
Fonte: a autora.

### 3.2.7.3 Capilaridade

A capilaridade avalia a tendência da água de se deslocar verticalmente pela malha de algodão. É um método de visualização rápido e foi realizado tomando como base o teste padrão JIS L 1907 (JIS, 2004) com algumas adaptações. A borda inferior de 2 cm de altura de uma amostra de tamanho 2,5 x 20 cm foi imersa em um recipiente contendo uma solução 5 % do corante direto Azul Turquesa G. Conta-se o tempo de 2 min a partir do momento em que a amostra foi mergulhada na solução do corante. Quanto maior a altura da coluna em que houve a umectação, melhor foi a absorção vertical da amostra.

Na Figura 29 apresenta-se o dispositivo utilizado no experimento e várias amostras testadas.

Figura 29 - Amostras submetidas ao teste de capilaridade com base no padrão JIS L 1907



Fonte: a autora.

### 3.2.7.4 Teor de pectina removida

O teor de pectina removido das amostras de tecido de malha foi analisado pelo método do tingimento com azul de metileno que se fundamenta na interação estequiométrica entre o cátion do corante e o ânion do carboxilato da pectina. Esse método leva em conta que a purga

alcalina, considerada como padrão, remove 100 % da pectina presente nas fibras do tecido, já que o ideal é chegar, com o tratamento enzimático, a resultados iguais ou melhores daqueles da purga convencional. Quanto maior for a quantidade de pectina residual na amostra, maior é a quantidade de azul de metileno absorvida nas fibras, resultando em um tecido de malha azul de maior intensidade após o tingimento.

As amostras foram tingidas, sempre em triplicata, sob agitação numa proporção de tecido para licor de 1:50 com 0,6 mmol/L de azul de metileno durante 100 min a 70 °C. A quantidade absorvida de azul de metileno foi mensurada através da determinação da absorbância da solução do corante antes e após o tingimento, em espectrofotômetro a 663 nm.

Na Figura 30 apresenta-se amostras submetidas ao método e o licor remanescente dos tingimentos, prontos para a leitura no espectrofotômetro.

Figura 30 - Determinação do teor de pectina



Amostras tintas com azul de metileno



Solução de tingimento com azul de metileno

Fonte: a autora.

#### 3.2.7.5 Grau de alvura

Mesmo tendo que o principal objetivo da purga não é o branqueamento do tecido, a remoção dos componentes não celulósicos obtidos neste processo resulta em um aumento da alvura em relação ao tecido cru, não tratado, facilitando a fase seguinte, o alveamento. Assim, caracterizou-se o grau de branco nas amostras submetidas aos processos, nas várias etapas da pesquisa, ou seja, na purga e alveamento tradicionais, na biopurga e no bioalveamento.

Para a mensuração foi utilizado um espectrofotômetro de bancada, modelo Datacolor 500® Series, usando cerâmica branca como padrão de calibração. O parâmetro indicador

adotado na pesquisa foi o grau Berger. As medições foram realizadas em quatro regiões diferentes de cada corpo de prova.

Uma relação entre as coordenadas do sistema CIELab leva ao grau de branco. O branco ideal é obtido quando a luminosidade ( $L^*$ ) for igual a 100 e as coordenadas  $a^*$  e  $b^*$  forem iguais a 0. A diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ) equivale à distância entre uma amostra e a referência ou padrão neste espaço tridimensional. Na Figura 31 observa-se amostras com diferentes graus de branco, o equipamento e um gráfico do ensaio.

Figura 31 - Apresentação de (a) diferentes graus de branco, (b) espectrofotômetro utilizado e (c) apresentação das respostas lidas no software do espectrofotômetro



Fonte: a autora.

### 3.2.7.6 Formação de *pilling*

A determinação da propensão do tecido de malha a formar *pilling* na superfície foi realizada utilizando-se o método Martindale modificado de acordo com a norma ISO 12945-2 (ISO, 2020). O grau de *pilling* foi avaliado visualmente comparando os corpos de prova com os padrões fotográficos Padrão SM54 Double Jersey onde a classificação é composta de uma escala de 1 a 5, com 1 indicando *pilling* severo e 5 indicando ausência de *pilling*.

Diferentes tipos as misturas enzimáticas de celulase são formuladas comercialmente para o acabamento de tecidos celulósicos com a função específica de diminuir a formação do *pilling* por remoção de penugem (Khandual *et al.*, 2011). O *pilling* é uma deformação da superfície do tecido em que pequenos emaranhados de fibras na forma de bolinhas aderem à sua superfície, afetando a aparência, o toque e a vida útil do substrato têxtil. É formado durante o uso e a lavagem pelo embaralhamento de fibras soltas que sobressaem da superfície do tecido, sob a influência da ação de fricção (Souza *et al.*, 2022). Na Figura 32 mostra-se o equipamento e o padrão utilizado além de um corpo de prova submetido ao teste.

Figura 32 - Apresentação de (a) corpo de prova submetido ao teste de formação de pilling, (b) equipamento utilizado e (c) o padrão fotográfico empregado nos ensaios



(a) Tecido de malha submetido ao ensaio



(b) Equipamento Martindale



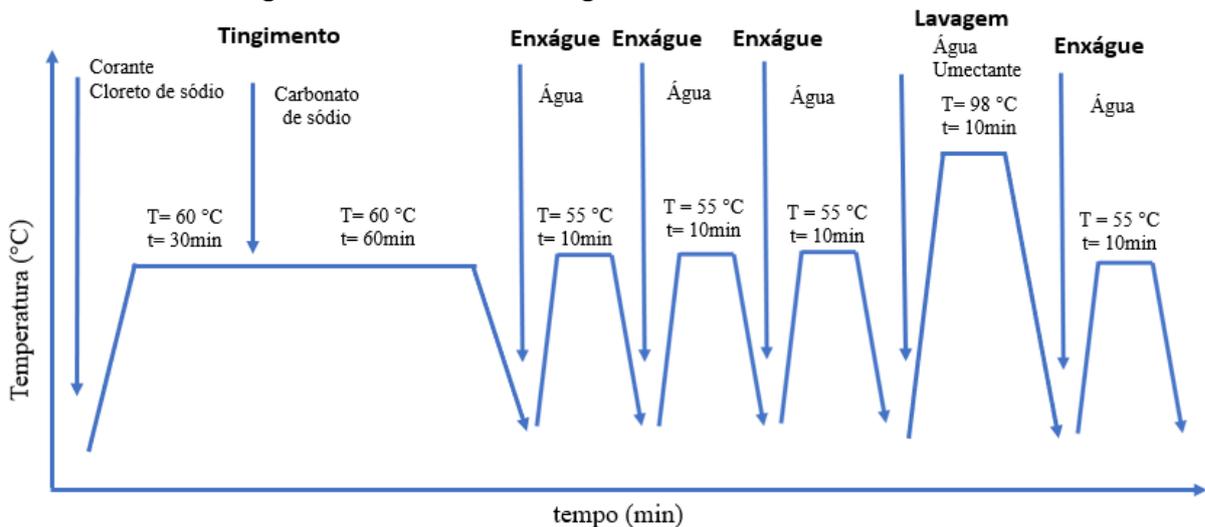
(c) Padrão SM54 Double Jersey

Fonte: a autora.

### 3.2.7.7 Avaliação da cor após o processo de tingimento

Os corpos de prova foram tingidos, em triplicata, com o corante reativo Red 195. O tingimento foi realizado no aparelho de tingimento HT-IR Dyer, sob agitação, numa proporção de tecido para licor de 1:20, durante 90 min a 60 °C. Após o tingimento, as amostras foram submetidas a três enxágues com água durante 10 min a 55 °C, lavagem a 98 °C durante 10 min com o agente umectante e outra enxágue com água durante 10 min a 55 °C. Representa-se o processo na Figura 33.

Figura 33 - Processo de tingimento com o corante reativo.



Fonte: a autora.

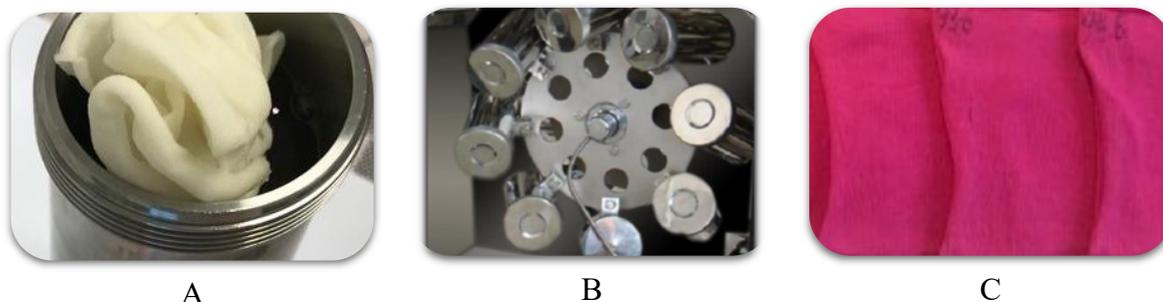
Na Tabela 11 apresenta-se os reagentes utilizados no processo de tingimento, com as quantidades definidas conforme as especificações do fabricante do corante. Na Figura 34 apresenta-se as etapas do tingimento.

Tabela 11 - Produtos químicos utilizados no tingimento

| Quantidade | Produto                          |
|------------|----------------------------------|
| 2,0%       | Corante reativo Red 195          |
| 7,5 g/L    | Carbonato de Sódio               |
| 30,0 g/L   | Cloreto de Sódio                 |
| 0,5 g/L    | Umectante não iônico (Berol 175) |

Fonte: a autora.

Figura 34 - Etapa de otimização do processo de tingimento onde A. Preparação dos tingimentos; B. Processo de tingimento no aparelho HT-IR Dyer e C. Amostras de tecidos tingidos.



Fonte: a autora.

Mediu-se a intensidade de cor K/S através de um espectrofotômetro de refletância. Calculou-se o valor de K/S pela equação de Kubelka-Munk (Equação 6), e a diferença de cor total ( $\Delta E$ ) através da Equação 7 para comparação do desempenho dos diversos tingimentos (Nakpathom *et al.*, 2019).

Equação 6 - Equação para o cálculo da intensidade de cor K/S

$$K/S = (1-R)^2/2R \quad (6)$$

Onde:

R é a refletância em um comprimento de onda específico.

Equação 7 - Equação para o cálculo da diferença de cor  $\Delta E$

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (7)$$

Onde:

$\Delta E$  representa a diferença total de cor entre as amostras;

$\Delta L^*$  representa a diferença entre os valores de luminosidade (mais claro e mais escuro), entre a amostra e o padrão;

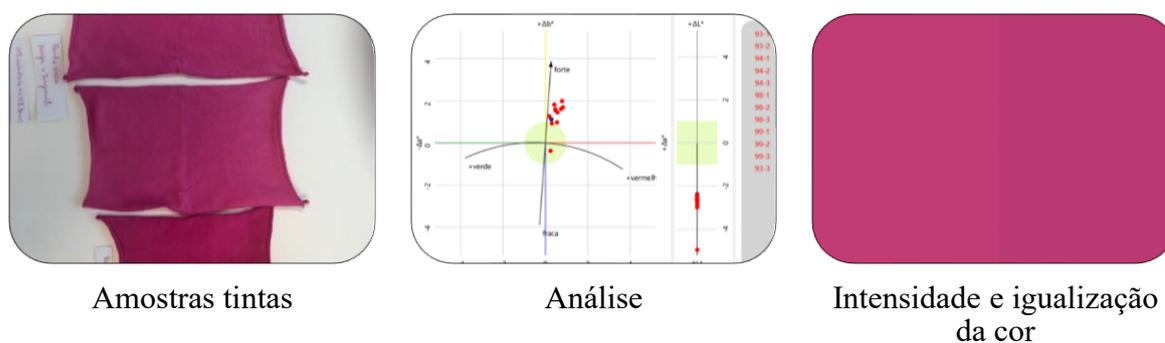
$\Delta a^*$  representa a diferença de cor no eixo vermelho/verde, entre a amostra e o padrão;

$\Delta b^*$  representa a diferença de cor no eixo amarelo/azul entre a amostra e o padrão.

As amostras de tecido foram dobradas para formar quatro camadas, e fez-se uma média de quatro medições em quatro lados. Essas medidas foram obtidas em triplicata. As cores aparentes foram fornecidas pelo espectrofotômetro, que utiliza as coordenadas colorimétricas L, a, b para compor a representação visual da cor.

Na Figura 35 apresenta-se amostras biopurgadas tintas com o corante reativo Red 195, o gráfico e a imagem de comparação da igualização e da intensidade de cor.

Figura 35 - Avaliação da cor após processo de tingimento



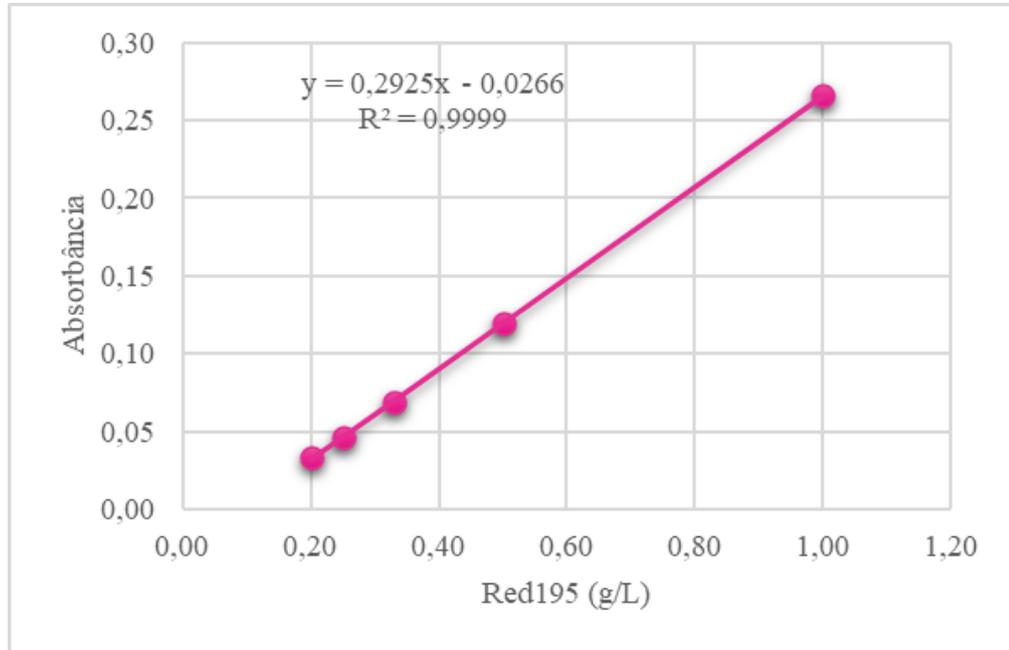
Fonte: a autora.

### 3.2.7.8 Avaliação do grau de exaustão das soluções de tingimento

Coletou-se as amostras das soluções dos tingimentos e dos enxágues subsequentes para a leitura e avaliação da absorbância (Abs) em nm por espectrofotometria. Foram feitas varreduras espectrais na região do visível, na faixa de comprimento de onda compreendida entre 400 e 800 nm, para a obtenção dos picos máximos de absorção do corante. As leituras de todos os ensaios foram medidas no comprimento de onda máximo de absorção ( $\lambda_{m\acute{a}x} = 543\text{nm}$ ). Fundamentado no estudo de Melo (2022) em que foi desenvolvida uma curva de calibração

teórica, elaborou-se uma curva do corante reativo Red 195 e a partir daí gerou-se uma equação da reta representada na Equação 8. Na Figura 36 apresenta-se a curva de calibração do corante.

Figura 36 - Curva de calibração de concentração do corante reativo Red 195



Fonte: a autora

Aplicou-se os valores de absorbância das amostras na equação e, por consequência, foi possível encontrar o valor da concentração de corante presente na solução em cada uma das etapas dos processos de tingimento.

Equação 8 - Equação para o cálculo da concentração de corante nas soluções dos tingimentos.

$$[Red195]_n = (Abs_n - 0,0266) / 29,253 \quad (8)$$

Para quantificar a relação da reação do corante com o substrato e com a água da solução do tingimento, calculou-se o valor do grau de exaustão por meio da Equação 9.

Equação 9 - Equação para o cálculo da porcentagem do grau de exaustão.

$$\%E = \left\{ 1 - \left[ \int_{\partial_4}^{\partial_1} \frac{\partial Abs_n}{\partial [Red195]_n} \times ([Red195]_0)^{-1} \right] \right\} \times 100 \quad (9)$$

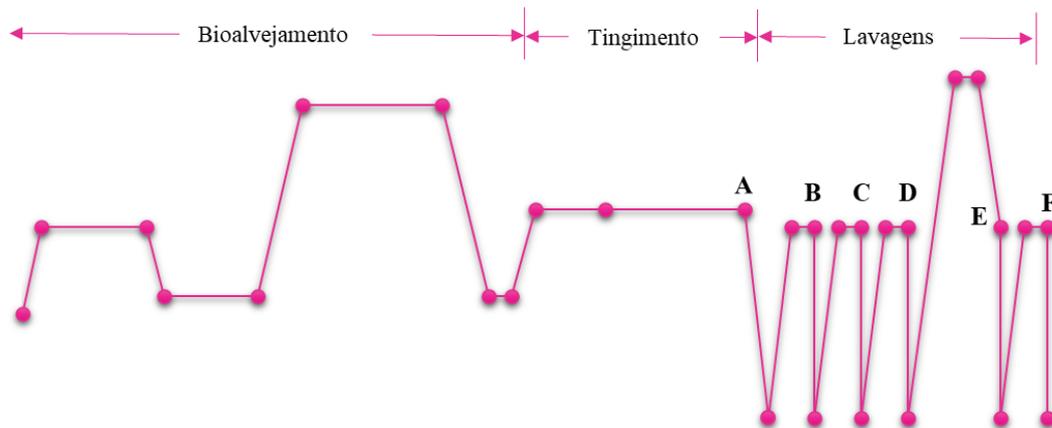
Onde:

$\int \frac{\partial Abs_n}{\partial [Red195]_n} =$  Somatória dos valores do residual de corante referente à coleta de todas as etapas do processo de tingimento;

$[Red195]_0 =$  Concentração inicial do corante reativo Red 195 no processo de tingimento.

As amostras para o cálculo foram coletadas após o término de cada etapa, conforme observa-se na Figura 37.

Figura 37 - Pontos A, B, C, D, E e F que representam os momentos em que as soluções foram coletadas para medição.

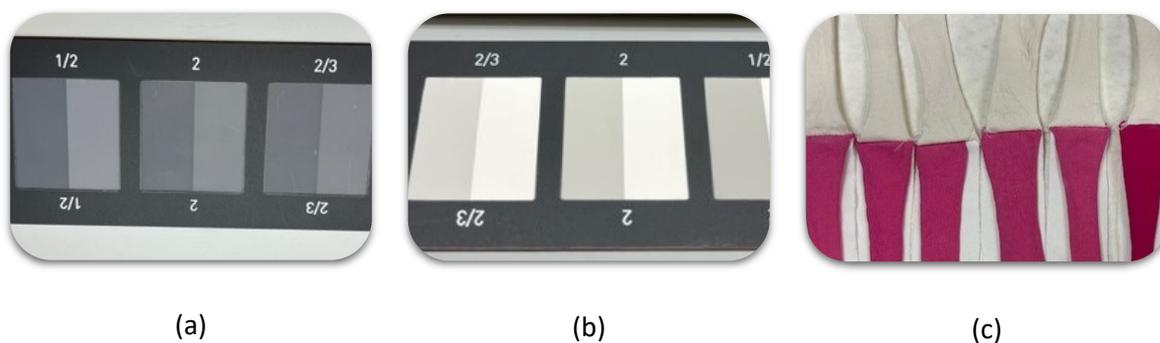


Fonte: a autora.

### 3.2.7.9 Avaliação do tingimento quanto à solidez à lavagem

Realizou-se os ensaios de solidez da cor à lavagem conforme a Norma NBR ISO 105-C06:2010 com o objetivo de determinar a resistência da cor aos procedimentos de lavagem doméstica e comercial usando um detergente de referência. As amostras foram costuradas junto aos tecidos testemunha e submetidas ao ensaboamento, lavagem e secagem, sob as condições estabelecidas pela norma de temperatura, tempo, agente químico e agitação mecânica. A alteração da cor da amostra tingida e a transferência da cor aos tecidos testemunha são avaliadas por comparação com as escalas cinza. Atribui-se uma nota de 1 a 5, onde 1 é a nota mínima, quando há baixa solidez do tingimento, com grande alteração da cor, e 5 é a nota máxima, quando a cor se apresenta inalterada, indicando alta solidez. Mostra-se na Figura 38 as escalas cinza para alteração e transferência de cor e amostras submetidas ao ensaio.

Figura 38 - Escalas cinza para: (a) alteração de cor, cor, (b) transferência de cor e (c) amostras submetidas ao teste de solidez à lavagem.



Fonte: a autora.

### 3.2.8 Planejamento Fatorial

Após o delineamento das enzimas da biopurga, foi elaborado um planejamento estatístico para facilitar o estudo da determinação da melhor condição de composição da solução para o tratamento enzimático da malha crua. O planejamento realizado é do tipo fatorial completo  $2^2$  com teste no ponto central. Variou-se as concentrações de celulase e tensoativo, cujos valores máximos e mínimos foram determinados com base nos testes preliminares, laboratoriais, realizados com as enzimas e o agente umectante de forma isolada e em conjunto, como demonstrado na Tabela 12. A concentração de enzima pectinase foi mantida constante em 1,0 g/L, conforme Colombi (2021).

Todos os experimentos e análises foram realizados em triplicata. A definição dos valores para os níveis fundamentou-se na ação e nos resultados dos tratamentos realizados até esta etapa do estudo. A avaliação do planejamento experimental fez-se por meio de análise de variância (ANOVA) com nível de significância de 5 % utilizando o *software* Statistica®12.

Tabela 12 - Valores das atividades máximas, mínimas e médias das variáveis independentes do planejamento estatístico

| Variáveis Independentes     | Níveis  |          |         |
|-----------------------------|---------|----------|---------|
|                             | -1      | 0        | +1      |
| <b>Celulase</b>             | 1,0 g/L | 3,0 g/L  | 5,0 g/L |
| <b>Umectante não iônico</b> | 0,5 g/L | 0,75 g/L | 1,0 g/L |

Fonte: a autora.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão tratados os resultados experimentais referentes aos estudos das ações combinadas das enzimas celulase, pectinase, glicose oxidase e catalase e o reuso das soluções de tratamento nos beneficiamentos primário e secundário do substrato têxtil seguindo a metodologia apresentada no Capítulo 3.

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS ENZIMAS

#### 4.1.1 Atividade da pectinase

A atividade apresentada na presença do agente umectante e nas condições de trabalho de 55 °C em pH 7,5 foi de  $97 \pm 6$  U mL<sup>-1</sup>. O umectante não iônico utilizado na biopurga, como reportado na literatura, não prejudica a ação desta enzima e melhora sua atuação na superfície da fibra (Pimentel, 2010).

#### 4.1.2 Atividade da celulase

A atividade obtida sem a presença do umectante foi de  $3280 \pm 82$  mg mL<sup>-1</sup> min<sup>-1</sup>. Na presença desse agente, a enzima apresentou uma atividade de  $3466 \pm 17$  mg mL<sup>-1</sup> min<sup>-1</sup>. Esses resultados constataam que o uso do agente umectante não iônico não trouxe prejuízo para o processo, pelo contrário, ampliou em 5,7 % a atividade da enzima, corroborando as afirmações de Holmberg (2018), que assevera que agentes umectantes não iônicos podem ser considerados benignos para a enzima.

#### 4.1.3 Atividade da glicose oxidase

A atividade enzimática da glicose oxidase foi definida sem a presença do agente umectante. De acordo com Wilson (2016), os detergentes não iônicos têm pouco efeito na estabilidade e funcionamento desta enzima. Obteve-se uma atividade de 5416 mg L<sup>-1</sup> min<sup>-1</sup>.

### 4.2 TRATAMENTOS NO SUBSTRATO TÊXTIL

Iniciou-se o estudo nesta fase, com o processo de preparação enzimática para o beneficiamento primário de biopurga. Foram avaliadas as características dos tecidos de malha beneficiados por meio das propriedades físico-químicas obtidas com os vários tratamentos e, após a definição do melhor processo, iniciou-se o estudo para a adição, na mesma solução, da

enzima glicose oxidase, responsável pelo alveijamento. Além da caracterização do tecido de malha tratado, a avaliação contou com o auxílio de um planejamento experimental.

Definido o melhor *pool* enzimático para a etapa de beneficiamento primário, procedeu-se os experimentos com a realização do tingimento na mesma solução do biotratamento.

Para a necessária comparação deste processo enzimático, corpos de prova foram submetidos aos beneficiamentos primário e secundário, pelo processo tradicional.

#### **4.2.1 Efeito da utilização de biopurgas de quantidades variadas de reagentes nas propriedades físico-químicas do substrato têxtil em comparação aos processos tradicionais.**

##### 4.2.1.1 Processo de purga tradicional

A água adequada para o beneficiamento têxtil à úmido não deve apresentar cálcio ou magnésio pois estes íons fazem com que as impurezas saponificadas se tornem insolúveis precipitando-se na solução e sobre o substrato. Deste modo, utilizou-se água deionizada nos testes realizados nesta pesquisa, o que motivou a realização de ensaios para avaliar a influência do uso de agente quelante com relação às características do substrato tratado.

Foram realizados testes de purga tradicional com a utilização de agente quelante e sem seu emprego. Os corpos de prova foram testados em relação à perda de massa, quantidade de pectina residual, hidrofiliidade e capilaridade, conforme observa-se na Tabela 13.

Tabela 13 - Influência do agente quelante na purga convencional utilizando-se água deionizada

| <b>Avaliação</b>            | <b>Com EDTA</b> | <b>Sem EDTA</b> |
|-----------------------------|-----------------|-----------------|
| <b>Perda de massa (%)</b>   | 6,60 ± 0,001    | 6,48 ± 0,001    |
| <b>Hidrofiliidade (s)</b>   | 0               | 0               |
| <b>Capilaridade (mm)</b>    | 65,0 ± 1,6      | 57,5 ± 0,5      |
| <b>Pectina residual (%)</b> | 0               | 1,00 ± 0,03     |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora.

Considerando uma análise simples, de acordo com os dados apresentados na Tabela 13, verifica-se que a adição de EDTA fornece respostas significativamente diferentes tanto para a perda de massa como para a capilaridade. Constata-se vantajosa a adição do EDTA em relação

ao aumento da capacidade de molhabilidade medida com a altura de migração do corante (capilaridade), já que o método de gota não teve resolução suficiente que permitisse diferenciar a hidrofiliidade das malhas purgadas com e sem EDTA. A gota de água foi absorvida pelo tecido de malha tratado quase que instantaneamente, sendo o tempo de absorção considerado igual a zero em todos os ensaios.

O fato das amostras tratadas com EDTA apresentarem maior perda de massa e maior capilaridade pode estar relacionado à ocorrência dos agentes sequestrantes removerem os íons que formam sais insolúveis que se precipitam na superfície do substrato provocando manchas e interferindo na solidez do tingimento.

A diferença da perda de massa foi de 1,85 % maior quando utilizamos o agente quelante e a capilaridade apresentou resultados 13,04 % superiores nestes ensaios. Deste modo, tendo como base que o objetivo maior deste tratamento é otimizar a hidrofiliidade do material, foi utilizado durante esta pesquisa o uso do EDTA nos testes de purga convencional.

#### 4.2.1.2 Avaliação das melhores condições operacionais para a biopurga

Apresenta-se na figura 39 a sequência de alguns experimentos onde avaliou-se as melhores condições operacionais para a biopurga, considerando-se os efeitos das quantidades das enzimas e agentes auxiliares, além do pH e da temperatura.

Figura 39 - Sequência de alguns experimentos realizados no estudo das preparações enzimáticas

| 1º. Ensaio<br>pH 8,5<br>(g/L)      | 2º. Ensaio<br>pH 8,5<br>(g/L)          | 3º. Ensaio<br>pH 8,5<br>(g/L)             | 4º. Ensaio<br>pH 8,5<br>(g/L)             | 5º. Ensaio<br>pH 8,5<br>(g/L)                            | 6º. Ensaio<br>pH 7,0<br>(g/L) | 7º. Ensaio<br>pH 7,5<br>(g/L) |
|------------------------------------|--|---|---|--|-------------------------------|-------------------------------|
| Pectinase:<br>0,05                 | Pectinase:<br>0,05                     | Pectinase:<br>0; 0,05; 0,10               | Pectinase:<br>1,0                         | Pectinase:<br>1,0  | Pectinase:<br>0; 1,0          | Pectinase:<br>1,0             |
| Celulase:<br>0,025; 0,05;<br>0,075 | Celulase:<br>0,10; 0,15;<br>0,20; 0,25 | Celulase:<br>0; 0,10; 0,15;<br>0,20; 0,25 | Celulase:<br>0; 0,10; 0,15;<br>0,20; 0,25 | Celulase: 0,10;<br>0,15; 0,20;<br>0,25; 0,5; 1,0;<br>2,0 | Celulase:<br>1,0; 2,0         | Celulase:<br>1,0; 3,0; 5,0    |
| Umectante:<br>0; 1,0               | Umectante:<br>0; 1,0                   | Umectante:<br>0; 1,0                      | Umectante:<br>0; 1,0                      | Umectante:<br>0; 1,0                                     | Umectante:<br>0; 1,0          | Umectante:<br>0,5; 0,75; 1,0  |

Fonte: a autora (2023).

As impurezas não celulósicas das fibras de algodão fornecem proteção hidrofóbica e superfície lubrificada, dificultando os processamentos de beneficiamento a úmido (Karmakar, 1999). Há necessidade, antes do tingimento e acabamento, que o substrato cru seja tratado para garantir a obtenção de uma coloração uniforme (Andreas *et al.*, 2019). A absorção de água é um dos fatores mais críticos no tingimento e o objetivo do beneficiamento primário é remover impurezas hidrofóbicas fornecendo um material com molhabilidade suficiente para poder ser tingido e acabado de maneira uniforme (Colombi, 2021a).

De acordo com Besegatto *et al.* (2018), na biopurga do algodão é muito empregada a enzima pectinase, que degrada a pectina que recobre a fibra, atribuindo hidrofiliidade e facilitando os processos posteriores de beneficiamento.

Conforme Colombi (2021), a enzima pectato liase necessita de  $\text{Ca}^{2+}$  o que a torna interessante para a biopurga têxtil pois pode-se ter a presença de cálcio nas águas industriais ou em resíduos preexistentes nas fibras, não comprometendo sua catálise. Esta foi a razão pela qual não foi utilizado o agente sequestrante na biopurga. Em sua configuração, as pectinases alcalinas contêm íons cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) como elemento de ligação que mantém sua estrutura tridimensional. Os quelantes fortes, tais como EDTA, podem extrair estes íons da estrutura, induzindo à desativação da enzima (Pimentel, 2010).

Em concordância com Karapinar; Sariisik (2004), o uso da celulase na solução da biopurga melhora a absorção de água. Conforme Raja *et al.* (2017), o efeito sinérgico da combinação com a pectinase melhora a umectação das fibras de algodão e ajuda a diminuir a concentração da pectinase utilizada (Niaz *et al.*, 2011).

De acordo com Holmberg (2018), os umectantes não iônicos são os menos prejudiciais às atividades enzimáticas em razão de não interagirem com a enzima por atração eletrostática. A utilização do umectante não iônico teve como objetivo agir como um agente de detergência para as substâncias graxas imiscíveis da superfície da fibra, emulsionando esses compostos hidrofóbicos, como óleos e graxas, no meio aquoso e aumentando a umectância do substrato (Raja *et al.*, 2017).

Na Tabela 14 pode-se observar a influência das diferentes condições das composições das enzimas pectinase e celulase e do agente umectante na biopurga realizada em solução tampão de pH 8,5 na temperatura de 60 °C, conforme o processo apresentado na Figura 21.

Tabela 14 - Ação da pectinase e celulase em diferentes composições de banho em pH 8,5

| Tratamento            |                |                 | Ensaio             |                   |                   |                 |                      |                              |
|-----------------------|----------------|-----------------|--------------------|-------------------|-------------------|-----------------|----------------------|------------------------------|
| Pectinase (g/L)       | Celulase (g/L) | Umectante (g/L) | Perda de massa (%) | Capilaridade (mm) | Hidrofilidade (s) | Alvura (Berger) | Pectina residual (%) | Classificação <i>pilling</i> |
| 0,0                   | 0,0            | 0,0             | 4,05±0,01          | 0,00              | 2100±300          | 25,79±0,29      | 95,4±0,3             | 3,0                          |
| 0,0                   | 0,0            | 1,0             | 5,40±0,01          | 47,0±2,1          | 0                 | 28,25±1,20      | 85,9±4,9             | 3,0                          |
| 1,0                   | 0,0            | 1,0             | 6,04±0,01          | 51,0±1,9          | 0                 | 31,24±2,32      | 46,4±1,5             | 3,5                          |
| 0,0                   | 0,25           | 1,0             | 4,90±0,01          | 44,0±1,5          | 6±1               | 32,89±0,79      | 80,8±4,8             | 3,0                          |
| 1,0                   | 1,0            | 1,0             | 5,86±0,01          | 58,0±2,0          | 0                 | 31,48±2,12      | 52,7±0,9             | 3,0                          |
| 1,0                   | 2,0            | 1,0             | 6,28±0,01          | 57,0±0,8          | 0                 | 31,69±1,60      | 48,8±3,1             | 3,5                          |
| <b>Purga alcalina</b> |                |                 | 6,60±0,0002        | 65,0±0,5          | 0                 | 43,27±0,37      | 0                    | 3,5                          |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora.

De acordo com as referências do fornecedor das enzimas, estas condições são ideais para a pectinase. Este ambiente pode ter dificultado a ação da celulase, que tem como condição ideal de trabalho a temperatura de 50 °C e pH 5,0.

Realizou-se testes para verificar a perda de massa, hidrofilidade, capilaridade, grau de alvura, quantidade de pectina residual, classificação quanto à formação de *pilling* e análise visual da superfície dos corpos de prova após o tratamento. Comparou-se os testes com aqueles que se apresentaram no tratamento tradicional de purga alcalina.

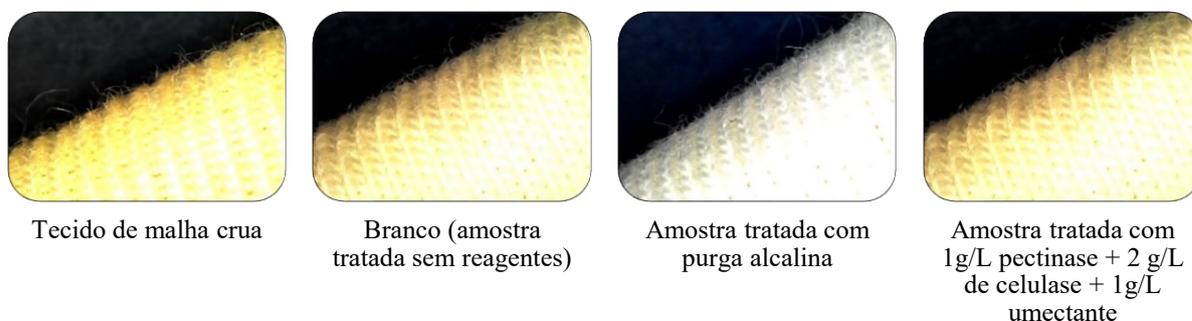
Os ensaios onde os corpos de prova foram tratados somente com o agente umectante e a celulase, não utilizando a enzima pectinase para a remoção da pectina, apresentaram desempenho inferior quanto à perda de massa, hidrofilidade e capilaridade em relação àqueles que foram submetidos à ação da pectinase. A perda de massa apresentou-se em média 24 % menor nos ensaios onde não foi adicionada a enzima pectinase. Indicaram também que o uso da enzima celulase com o umectante, na condição de pH 8,5 a 60 °C, apresentaram resultados inferiores ao uso isolado do umectante. A ausência de pectinase comprometeu a hidrofilidade, sendo o único tratamento que possibilitou a leitura do tempo referente à absorção de água pela

malha, além de ter apresentado o menor valor da capilaridade de aproximadamente  $44,0 \pm 1,5$  mm. Esse resultado demonstra a necessidade de ter a pectinase na composição da solução da biopurga. Quando a solução foi composta somente com o agente umectante, observou-se um ganho na hidrofiliidade, porém não corroborado pela capilaridade  $47,0 \pm 2,6$  mm, que foi inferior quando em presença das enzimas. O umectante pode ter promovido a remoção de óleos e graxas existentes na porção externa da cutícula da fibra e, auxiliado pelo pH básico e a temperatura pode ter facilitado a umectância da pectina da cutícula dando espaço para uma remoção parcial da cutícula observada pela perda de massa.

Na Figura 40 mostra-se a superfície dos corpos de prova antes e após o tratamento da purga tradicional e da biopurga.

De acordo com Kumar *et al.* (2021), as condições menos agressivas da biopurga melhoram a qualidade do substrato. Verifica-se que as amostras biopurgadas apresentaram menor pilosidade na superfície do tecido. Em conformidade com Kakkar; Wadhwa (2022), a celulase é utilizada para o tratamento da superfície do substrato de fibras de algodão, confirmando os resultados obtidos.

Figura 40 - Pilosidade na superfície do corpo de prova



Fonte: a autora.

Quanto à alvura, as amostras biotratadas apresentaram menor grau de branco em relação às aquelas tratadas com purga tradicional, como esperado, já que o meio enzimático não tem ação sobre os pigmentos, sendo o aumento do grau de alvura atribuído a um efeito de arraste pela remoção dos compostos presentes na cutícula da fibra. As condições do tratamento alcalino, por serem mais agressivas às fibras, removem com maior eficiência impurezas que dão a cor pardacenta ao substrato, explicando este resultado. O branco ideal estabelecido pelas coordenadas colorimétricas do sistema CIE possui valor de croma igual a 0 ( $a^*$  e  $b^*$ ) e de luminosidade ( $L^*$ ) igual a 100. Assim, a brancura do substrato depende da sua luminosidade e

de sua tonalidade (Silva, 2013). Em todos os ensaios de purga e biopurga houve aumento da luminosidade em relação à amostra de tecido de malha crua.

Os resultados igualmente mostram que a adição de enzimas favoreceu o grau de alvura das amostras em relação às tratadas apenas com o agente umectante, confirmando a atuação delas no processo de acordo com a quantidade utilizada em cada procedimento.

As amostras receberam notas de classificação do *pilling* muito similares, de acordo com a norma ISO12945-2:2020, entre 3,0 e 3,5, indicando que nesta etapa do beneficiamento, nestas condições de processo, não teve resultado um eficiente. A amostra tratada com 1,0 g/L pectinase + 2,0 g/L de celulase + 1,0 g/L umectante apresentou um formato de *pilling* de tamanho mais reduzido. Isto mostra que a ação de celulase dificultou a formação do *pilling* no substrato, sendo interessante para o resultado final. Cabe ressaltar que a malha utilizada nesse trabalho é de fio penteado, e no caso de outros fios obtidos por processos que aceitam fibras mais curtas em sua composição, como é o caso de fio *open end* ou o cardado, a ação da celulase poderia ter sido mais pronunciada. O *pilling* formado sob ação mecânica imposta no teste permite predizer o que ocorre com o uso do artigo têxtil obtido. No caso do ensaio aqui observado pode-se dizer que o tratamento de biopurga contendo celulase, além da limpeza, já conduz a um polimento e prevenção de *pilling* na peça confeccionada. Na Figura 41 apresenta-se os corpos de prova após o teste de formação de *pilling*.

Figura 41 - Teste de formação de *pilling* nas amostras beneficiadas, comparadas com as malhas sem o tratamento



A diferença da perda de massa entre os corpos de prova tratados com biopurga e purga tradicional foram pequenos quando observamos as diferenças das quantidades de pectina residual. Os resultados obtidos de perda de massa, na condição destes ensaios, apresentaram-se 9 % menores na biopurga enquanto os valores da diferença da quantidade de pectina residual revelaram-se 50 % maiores em relação à purga alcalina.

A absorção de água nos testes de hidrofiliade foram muito rápidos, resultando igualdade na leitura de todos os tratamentos. Os tecidos de malha Jersey, pela sua característica de laçada, são muito mais permeáveis, o que favorece a penetração da água, dificultando a leitura do tempo de absorção da gota na superfície do tecido.

A determinação da pectina residual demonstrou a necessidade da presença da enzima pectinase nos ensaios de biopurga. A semelhança nos resultados observados com 1,0 g/L pectinase e 1,0 g/L pectinase e 2,0 g/L celulase pode ser atribuída à baixa atividade da celulase no pH de 8,5 estabelecido nesse conjunto de resultados. Na sequência, foram estudadas concentrações de celulase em pH 8,5, pH 7,5 e pH 7,0.

#### 4.2.1.3 Ensaio comparativo da biopurga em pH 7,0, 7,5 e 8,5 em temperatura de 55 °C

De acordo com Foulk; Akin; Dodd (2008), a enzima pectato liase, de modo específico, atua eficientemente na faixa de pH entre 7 e 9 e tem sua temperatura ótima entre 50 e 60 °C.

Tendo como base os resultados apresentados nos estudos anteriores, na sequência, foi realizado ensaios de biopurgas em pH dentro da faixa de eficiência da pectinase, à temperatura de 55 °C. O objetivo foi verificar o comportamento das enzimas pectinase e celulase num ambiente intermediário entre o pH ideal de funcionamento de cada uma das delas.

Observa-se os resultados obtidos na Tabela 15.

De acordo com Zohdi; Amid (2013), as enzimas têm grupos iônicos em seu local ativo que devem estar de uma forma estável. A variação do pH do meio pode resultar em alterações na forma iônica no sítio da enzima, afetando a taxa de reação e consequente diminuição da atividade enzimática.

A atividade em pH levemente alcalino para a biopurga com a utilização das enzimas pectinase e celulase é interessante e benéfica porque em pH alcalino obtém-se uma ação maior de limpeza e melhor expulsão das sujidades da superfície da fibra.

Tabela 15 - Ensaio comparativo das propriedades físico-químicas dos tecidos biopurgados em solução tampão em pH diferentes

| Tratamento |                 | Propriedades físico-químicas |                    |                   |                   |                 |                      |
|------------|-----------------|------------------------------|--------------------|-------------------|-------------------|-----------------|----------------------|
| pH         | Pectinase (g/L) | Celulase (g/L)               | Perda de massa (%) | Capilaridade (mm) | Hidrofilidade (s) | Alvura (Berger) | Pectina residual (%) |
| 7,0        | 1,0             | 0,0                          | 5,820±0,001        | 54,2±2,1          | 0,0               | 29,08±1,30      | 51,52±2,08           |
| 7,0        | 1,0             | 1,0                          | 6,150±0,001        | 58,4±1,4          | 0,0               | 29,26±1,10      | 50,85±1,12           |
| 7,0        | 1,0             | 2,0                          | 6,110±0,001        | 58,0±1,2          | 0,0               | 31,01±1,68      | 48,80±3,10           |
| 7,5        | 1,0             | 0,0                          | 6,330±0,001        | 56,0±1,7          | 0,0               | 30,20±1,10      | 50,95±1,93           |
| 7,5        | 1,0             | 1,0                          | 6,330±0,001        | 57,0±1,1          | 0,0               | 30,16±0,44      | 50,98±0,97           |
| 7,5        | 1,0             | 2,0                          | 6,410±0,001        | 58,3±1,5          | 0,0               | 31,30±1,49      | 48,57±1,20           |
| 8,5        | 1,0             | 0,0                          | 6,040±0,006        | 51,0±1,9          | 0,0               | 31,24±2,32      | 46,40±1,50           |
| 8,5        | 1,0             | 1,0                          | 5,860±0,003        | 58,0±2,0          | 0,0               | 31,48±2,12      | 52,70±0,96           |
| 8,5        | 1,0             | 2,0                          | 6,280±0,001        | 57,0±0,8          | 0,0               | 31,69±1,60      | 48,00±3,10           |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora

Em concordância com os ensaios comparativos realizados, o *pool* enzimático apresentou sua melhor atividade no pH 7,5, indicando que os experimentos realizados nos pH 7,0 e 8,5 causam mudanças significativas como a perda da atividade catalítica.

A perda de massa nos ensaios de pH 7,5 foi cerca de 5 % maior em relação aos ensaios com pH 7,0 e 8,5, indicando uma maior eficiência na remoção de sujidades pectínicas que podem comprometer o resultado do tingimento, somente pela alteração do pH.

Os principais parâmetros que medem a eficiência da limpeza no beneficiamento primário das fibras de algodão são a capilaridade e a hidrofilidade, onde constata-se a absorção da água (Kakkar; Wadhwa, 2022). Os testes de hidrofilidade não apresentaram diferenças significativas entre os tratamentos. O tempo necessário para a absorbância mostrou eficiência na limpeza de acordo com a capacidade de absorção de água apresentada em todos os ensaios.

Nos testes de capilaridade verificou-se melhor resultado quando foi utilizado o pH 7,5 no uso das enzimas em conjunto.

A alvura inicial do tecido de malha cru utilizado foi de  $8,02 \pm 0,01$  °Berger. A limpeza enzimática pode remover alguns pigmentos que estão adsorvidos nas substâncias pépticas, lipídicas e proteicas que dão coloração à fibra, promovendo a melhora na brancura do tecido mesmo antes da operação de alveamento. Em conformidade com Mojsov (2016), a purga tradicional alcalina é mais enérgica e consegue retirar compostos coloridos que a biopurga não elimina. Desta forma, a purga enzimática é adequada para o posterior tingimento, sem a operação de alveamento, quando não é necessária uma alvura muito alta, como nas cores médias e escuras (De Melo Da Silva *et al.*, 2017).

Os testes mostraram ganhos de 263-295 % no grau Berger, em relação ao tecido de malha cru. O maior grau foi obtido nos ensaios utilizando 1,0 g/L de pectinase e 2,0 g/L de celulase, realizados no pH 8,5. No mesmo ensaio realizado no pH 7,5 obteve-se um grau de alvura apenas 5,5 % menor. Verificou-se que o uso da celulase aumentou o grau de branco em todos os ensaios onde foi utilizada, nas diferentes faixas de pH.

A remoção da pectina da superfície da fibra é necessária para melhorar a hidrofiliidade do substrato têxtil.

Nos resultados demonstrados na Tabela 15, verifica-se que a combinação da pectinase com a celulase apresentou valores superiores aos ensaios onde a pectinase foi utilizada de forma isolada. A combinação da pectinase com a celulase no pH 7,5 apontou menor porcentagem de pectina residual ( $48,57 \pm 1,20$ ), evidenciando o possível sinergismo entre estas duas enzimas. Conforme Freitas (2009), há melhora na ação da pectinase com a presença da celulase na solução da biopurga. A ação da pectinase provoca a abertura dos espaços disponíveis na camada primária da fibra para a entrada da celulase, enquanto a atuação da celulase cria mais posições disponíveis à pectinase, gerando uma biopurga mais eficaz.

Como forma de melhorar a ação das enzimas no trabalho em conjunto, os ensaios subsequentes foram realizados em pH 7,5.

#### 4.2.1.4 Planejamento experimental e análises estatísticas

Nesta fase da pesquisa, para a otimização do processo e avaliar os efeitos de vários parâmetros de forma individual e em conjunto, utilizou-se um planejamento experimental que é uma técnica estatística eficiente utilizada para otimização de processos e para avaliar os efeitos de diversos parâmetros. Conforme Kalantzi *et al.* (2019), o método usado onde se altera

um fator de cada vez para a otimização depende muito tempo e pode levar a conclusões menos exatas, na medida que não considera as interações entre os fatores. Este é o motivo pelo qual as técnicas multivariadas têm sido cada vez mais utilizadas nas aplicações analíticas.

Os ensaios foram conduzidos em pH 7,5 controlado com solução tampão fosfato de sódio monobásico/fosfato de sódio dibásico (0,5 M). Estabeleceu-se como fatores independentes a concentração do agente umectante e a concentração da enzima celulase, fixando-se a concentração da enzima pectinase em 1,0 g/L e cloreto de cálcio ( $0,6 \times 10^{-3}$  M). Ressalta-se que foi mantida a concentração de pectinase em função da otimização feita preliminarmente no estudo realizado por Colombi (2021). Foi utilizado um desenho experimental conforme descrito no item 3.2.8 e os parâmetros definidos tendo como base os resultados dos ensaios realizados até esta etapa do estudo.

As medições executadas nas malhas biopurgadas foram de perda de massa, residual de pectina, hidrofiliidade, capilaridade, grau de branco, formação de *pilling*, alteração de cor e igualização do tingimento. A resposta foi baseada na ação de cada tratamento.

Como resposta estabeleceu-se os parâmetros capilaridade e perda de massa. Os resultados de capilaridade foram apresentados segundo um modelo linear apresentado na Equação 10.

Equação 10 - Equação do modelo linear dos resultados da capilaridade

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} x_i x_j \quad (10)$$

Onde:

Y representa a resposta prevista;

$\beta_0$  representa o coeficiente de regressão constante (média geral);

$\beta_i$  representa o efeito individual de cada fator;

$\beta_{ij}$  representa o efeito de interação de segunda ordem entre os fatores;

$x_i$  e  $x_j$  representam as variáveis independentes (fatores) adotadas;

k representa o número de fatores estudados.

Os testes realizados para determinação das condições ótimas de ensaio relacionados à concentração de celulase e umectante tiveram os valores dos parâmetros medidos e apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Resumo dos valores médios dos resultados obtidos no processo de biopurga em pH 7,5 a 55 °C e 45 min de processo

| Tratamento (g/L)  |          | Purga              |                      |                   |                   |                | Tingimento       |            |                  |             |
|-------------------|----------|--------------------|----------------------|-------------------|-------------------|----------------|------------------|------------|------------------|-------------|
| Umectante         | Celulase | Perda de massa (%) | Pectina residual (%) | Capilaridade (mm) | Hidrofilidade (s) | <i>Pilling</i> | Alvura (°Berger) | $\Delta E$ | Alteração da cor | Manchamento |
| 0,5               | 1,0      | 5,8±0,001          | 53,6±1,9             | 37,0±2,2          | 0                 | 3              | 29,5±1,1         | 2,6±0,1    | 4,31±0,04        | 4,71±0,01   |
| 0,5               | 5,0      | 6,0±0,004          | 50,6±0,9             | 43,0±2,5          | 0                 | 3              | 30,6±0,7         | 3,0±0,3    | 3,92±0,03        | 4,57±0,01   |
| 1,0               | 1,0      | 6,1±0,002          | 48,2±1,9             | 37,0±2,9          | 0                 | 3              | 29,3±0,9         | 1,2±0,1    | 4,58±0,05        | 4,83±0,03   |
| 1,0               | 5,0      | 6,1±0,007          | 47,9±1,8             | 45,0±1,8          | 0                 | 3              | 30,3±1,0         | 1,7±0,2    | 4,37±0,02        | 4,76±0,04   |
| 0,75              | 3,0      | 6,2±0,005          | 50,0±2,0             | 41,0±1,0          | 0                 | 3              | 28,0±0,7         | 1,7±0,2    | 4,40±0,09        | 4,77±0,04   |
| 0,0**             | 0,0      | 5,7±0,004          | 57,0±2,2             | 0,0               | 360±9             | 3              | 24,6±0,2         | 1,6±0,3    | 4,4±0,09         | 4,74±0,03   |
| Malha crua        |          | 0,0                | 0,0                  | 0,0               | 2100±300          | 3              | 8,0±0,1          | --         | --               | --          |
| Purga tradicional |          | 6,6±0,0002         | 0,0                  | 65,0±0,5          | 0                 | 3,5            | 43,3±0,4         | 0,0        | 5,0              | 5,0         |

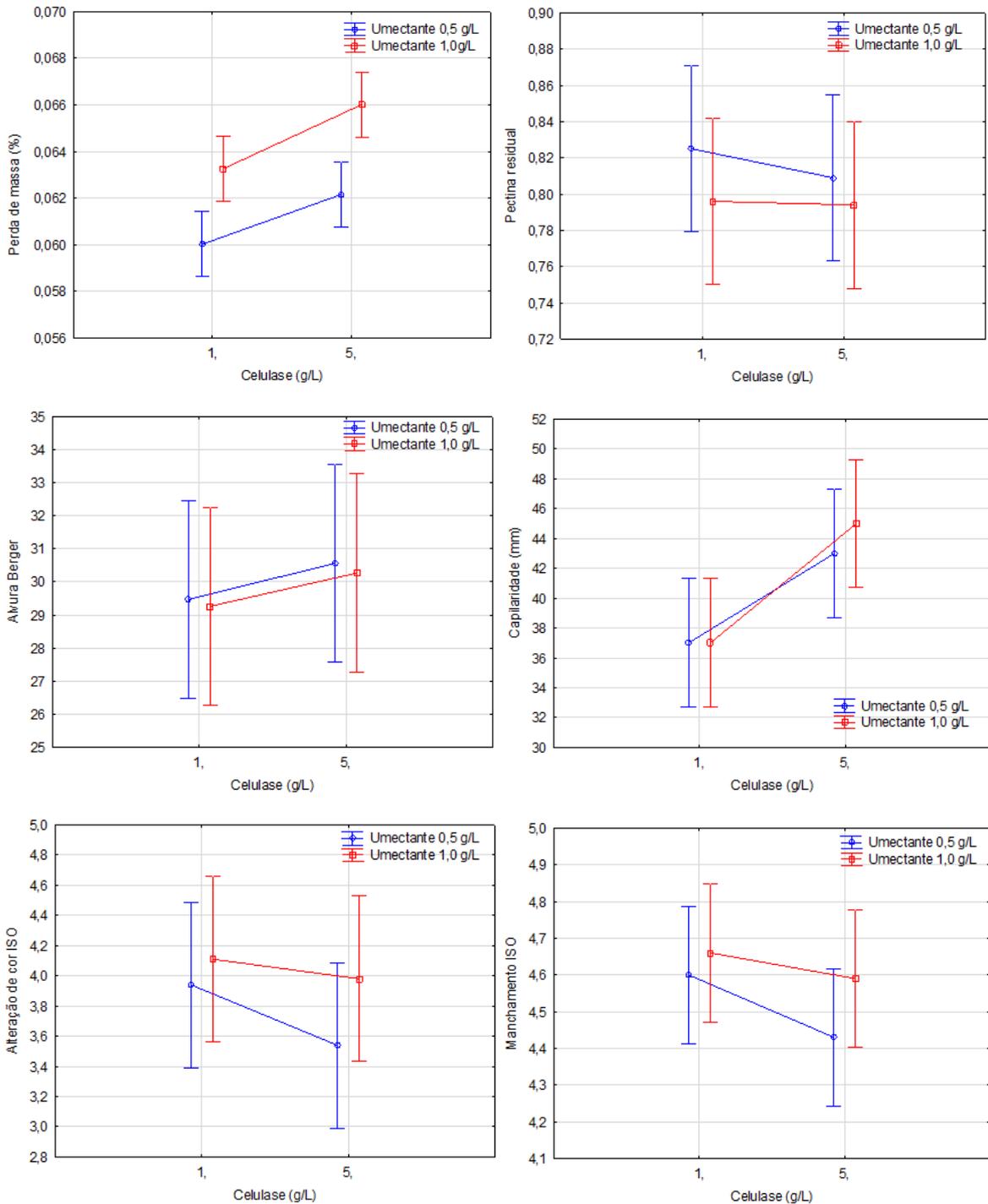
\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.

\*\* Ensaios realizados somente com 1,0 g/L de pectinase

Fonte: a autora.

Observa-se na Figura 42 os gráficos das interações das variáveis estudadas. Verifica-se que a interação dos dois reagentes, celulase e umectante, não foi significativa, evidenciando que são independentes, ou seja, os efeitos da concentração de um independem da variação da concentração do outro nos resultados do experimento.

Figura 42 - Gráficos das interações das variáveis: perda de massa, pectina residual, alvura, capilaridade, alteração de cor e manchamento.



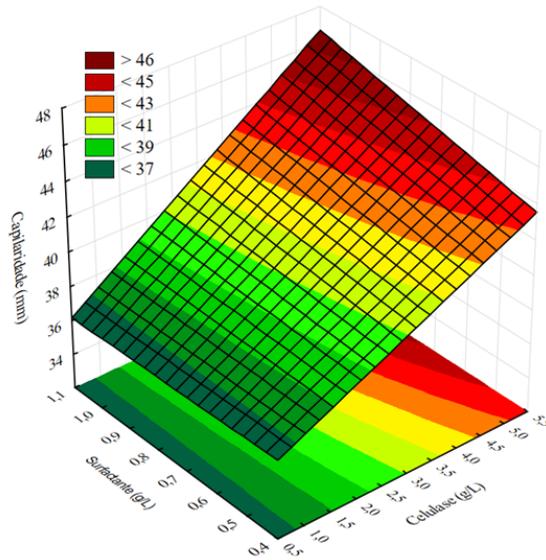
Fonte: a autora.

Nesta etapa, a diferença da perda de massa entre os corpos de prova tratados com a biopurga apresentou-se 10 % menor em relação àqueles tratados com a purga tradicional, demonstrando haver uma remoção de impurezas, não representativa com o índice  $\Delta E$  de cor do tingimento obtido na maioria dos processos de biopurga. Um destaque é a reprodutibilidade dos

parâmetros analisados nos processos de biopurga, mesmo que haja uma importância significativa para os parâmetros perda de massa e capilaridade (apresentada na análise estatística), o que dá uma segurança para o uso de enzimas em processos industriais. Comparando-se os valores de pectina residual dos tratamentos observa-se que maiores concentrações de celulase favoreceram a remoção de pectina, demonstrando o efeito sinérgico entre as enzimas pectinase e celulase. Estes resultados mantiveram-se mesmo nos ensaios onde foi mantida a concentração de 1,0 g/L de pectinase e alterada a quantidade do agente umectante, efeito este corroborado por Hartzell; Hsieh (1998).

Observando-se a Tabela 16, os valores obtidos para a formação de *pilling* nesta etapa do estudo, percebe-se uma constância nos resultados, quando do uso das enzimas, conforme esperado. De acordo com Karapinar; Sariisik (2004), é possível que se obtenha ganhos maiores com o aumento do tempo de processo de biopurga, sem afetar as propriedades das fibras, visto a diferença de perda de massa cerca de 10 % maior obtida na purga alcalina.

Figura 43 - Superfície de resposta da capilaridade (mm) relacionada às concentrações utilizadas de surfactante e celulase.



Equação 11 - Equação ajustada de regressão do modelo linear dos resultados da capilaridade

$$Y = 40,7 + 3,5.X_1 + 0,5.X_2 + 0,5.X_1.X_2 \quad (11)$$

Onde:

$X_1$  representa a concentração de celulase;

$X_2$  a concentração do umectante.

A purga é um processo que visa, em maior grau, o ganho de hidrofiliidade do algodão para a continuidade dos tratamentos a úmido, sendo a variável dependente capilaridade a que demonstra a afinidade do substrato com a água. Observa-se na Figura 43 que o planejamento experimental revelou que a concentração de celulase é significativa (com 5 % de significância), com efeito positivo para esse parâmetro, ou seja, quanto maior a concentração de celulase maior será a afinidade do substrato à água. A equação de regressão do modelo linear dos resultados de capilaridade obtida com as variáveis codificadas, após a eliminação dos coeficientes insignificantes, é representada pela Equação 11.

Os níveis de concentração do agente umectante não apresentaram relevância significativa para o teste de capilaridade. Demonstraram que a concentração mínima (0,5 g/L) foi suficiente para o aumento da umectância, conferindo acessibilidade da enzima à superfície hidrofóbica da fibra do algodão e na remoção de óleos e graxas presentes na fibra. O estudo realizado por Colombi *et al.* (2022b) demonstrou a necessidade da presença do mesmo umectante utilizado nesse trabalho, quando testado em biopurga realizada somente com pectinase. Destaca-se que a presença do umectante é imprescindível, pois atua na remoção de óleos e graxas existentes na porção externa da cutícula da fibra e, auxiliado pelo pH básico e a temperatura, pode facilitar a umectância da pectina da cutícula dando espaço para uma remoção parcial da cutícula observada pela perda de massa e capilaridade menor quando não foi utilizado na solução do beneficiamento. Motivo que demonstra também a maior quantidade de pectina residual  $57,0 \pm 2,2$  % quando não foi utilizado no banho da biopurga. O resultado obtido nesse trabalho pode indicar que o uso de celulase, juntamente com a pectinase, pode ter a concentração de umectante reduzida.

A adição de celulase à pectinase melhorou a remoção de impurezas não celulósicas presentes na fibra. A enzima celulase tende a absorver na parede primária do algodão e facilita a rápida remoção de impurezas não celulósicas (Raja *et al.*, 2017).

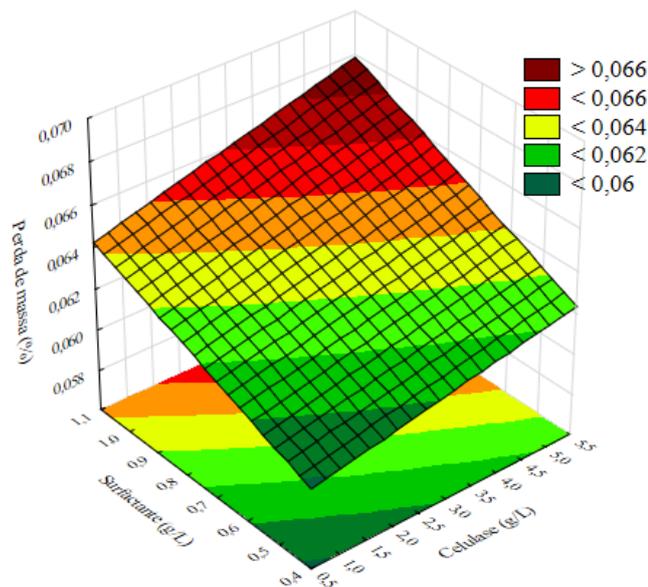
A análise de variância realizada, além de estabelecer os fatores significativos, também apresenta os valores dos coeficientes de determinação e de ajuste, por comparação entre os valores preditos e os observados do modelo (Equação 11). O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) foi igual a 0,95455, explicando que 95,45 % da variação apresentada na capilaridade foi resultante da variação dos fatores propostos, com baixa interferência externa e com boa reprodutibilidade dos dados.

A equação de regressão linear obtida na análise da curvatura do modelo preditivo linear demonstrou bom ajuste com os dados observados, não tendo havido alteração da linearidade com os ensaios realizados no ponto central. Portanto, pode-se considerar que o

modelo permite prever valores de capilaridade ( $Y$  = variável dependente) para vários valores intermediários dos fatores estudados, de acordo com as condições impostas pelas variáveis independentes ( $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$ ). Analisando-se a variância residual, o teste de falta de ajuste (“*lack of fit*”) não foi significativo ( $p$ -valor  $> 0,05$ ) para o modelo predito (Equação 11), indicando que os dados experimentais foram bem ajustados.

O parâmetro perda de massa foi influenciado significativamente (nível de 5 % de significância) tanto pela concentração de umectante como pela concentração de celulase. Na Figura 44 mostra-se o comportamento deste parâmetro, frente as variáveis estudadas. Não foi observada interação significativa, comprovada pela observação do paralelismo aproximado obtido quando da mudança do nível menor para o nível maior de ambos os fatores. O efeito crescente da perda de massa tem explicação na maior remoção de material pela hidrólise da celulose presente na parece primária. O aumento da perda de massa relacionado ao aumento da concentração de umectante no meio da biopurga pode ser explicado pelo efeito do aumento da remoção de impurezas. Pode ainda ter ocorrido um efeito relacionado à função dispersante e emulsionante, de acordo com os dados da ficha técnica do fabricante, impedindo a redeposição dos compostos removidos presentes na solução da biopurga.

Figura 44 - Superfície de resposta da perda de massa (%) relacionada às concentrações utilizadas de surfactante e celulase.



Equação 12 - Equação ajustada de regressão do modelo linear dos resultados da perda de massa

$$Y = 0,064 + 0,0012.X_1 + 0,0017.X_2 + 0,0001.X_1.X_2 \quad (12)$$

Onde:

$X_1$  representa a concentração de celulase;

$X_2$  a concentração do umectante.

A análise de variância apresentou um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo de 0,7985 indicando que aproximadamente 80 % da perda de massa se deve às variáveis estudadas, os 20 % são relacionados à fatores que não foram controlados. Analisando-se a variância residual, o teste de falta de ajuste (“*lack of fit*”) foi significativo (p-valor < 0,05) para o modelo predito, representado pela Equação 12.

As demais variáveis dependentes avaliadas, hidrofiliidade, pectina residual, alvura, intensidade e alteração de cor e manchamento não apresentaram variações que fossem dependentes das variações impostas aos fatores independentes estudados nesse trabalho, concentração de surfactante e concentração de celulase.

Os índices de coloração  $\Delta E$ , de manchamento e alteração de cor obtidos com o tingimento das amostras da biopurga estão muito próximos aos alcançados na purga alcalina, demonstrando a eficácia do bioprocessos.

Analisando-se os resultados obtidos até esta etapa da pesquisa com os dados da literatura, verificou-se que em todos os estudos onde foram utilizadas as enzimas, houve menor consumo de água e energia e aplicação de produtos e processos químicos que reduzem o uso e a geração de substâncias nocivas à saúde e ao meio ambiente. Obteve-se economia de 50 % de água na biopurga quando comparada ao processo tradicional.

Nos processos enzimáticos, a absorção de água pelo substrato têxtil foi tão eficiente quanto aos obtidos na purga alcalina, com resultados menores que 1 s. O uso do umectante não iônico, também pesquisado por Tzanov *et al.* (2001b); Colombi *et al.* (2022c), mostrou-se compatível com as enzimas, além de necessário na solução enzimática para a remoção de ceras e gorduras da fibra de algodão.

Conforme Agrawal (2005a), os resultados demonstraram que é possível aumentar a cinética da pectinase com a ajuda de outra enzima. Através de vários ensaios, conseguiu-se, no presente trabalho, determinar uma condição intermediária entre as condições ideais de funcionamento da pectinase e da celulase onde obteve-se ganhos de capilaridade, alvura e pectina residual, sem alterar os resultados da hidrofiliidade, menores que 1 s.

Corroborando os resultados de Wang *et al.* (2007b); Hebeish *et al.* (2009), os efeitos das combinações das enzimas foram melhores que aqueles das enzimas individuais, quanto à remoção de pectina ( $68,59 \pm 0,61$ ) e hidrofiliidade ( $< 1$  s).

Conforme apresentado por Wang *et al.* (2007a); Eren; Anis; Davulcu (2009), o tingimento das amostras biotratadas obtiveram rendimento de cor comparável com as amostras tratadas convencionalmente. As propriedades de tingimento como K/S ( $8,21 \pm 0,10$ ), manchamento (4-5) e alteração da cor (4-5) receberam notas similares.

Certificando Silva (2013), que também contou com a ajuda de um planejamento experimental, em seu trabalho afirmou que a comparação do tratamento com utilização de enzimas combinadas foi tão eficaz quanto da purga alcalina. Os valores encontrados em sua pesquisa para hidrofiliidade foi de 14 s, alvura de 25 °Berger e 87 % de remoção de pectina. Nos ensaios aqui apresentados obteve-se valor para hidrofiliidade inferior a 1 s, grau de alvura de 30 °Berger e 52 % de remoção de pectina.

#### 4.2.2 Avaliação do reuso da solução enzimática no processo de biopurga

Visando a economia de recursos no processo do beneficiamento primário enzimático, nesta etapa do estudo foi avaliada a reciclagem da solução de biopurga, com o objetivo de propor uma alternativa para minimizar as limitações causadas pelo efeito do elevado custo das enzimas e o grande consumo de água e energia.

Tabela 17 - Características das amostras biopurgadas com reaproveitamento da solução

| <b>Tratamento</b> | <b>Perda de massa (%)</b> | <b>Alvura (°Berger)</b> | <b>Pectina removida (%)</b> | <b>Capilaridade (mm)</b> |
|-------------------|---------------------------|-------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| <b>1° Ciclo</b>   | 6,74±0,001                | 32,28±1,04              | 68,59±0,61                  | 58,3±1,2                 |
| <b>2° Ciclo</b>   | 6,80±0,0006               | 30,80±1,15              | 68,53±0,40                  | 53,0±1,6                 |
| <b>3° Ciclo</b>   | 6,70±0,002                | 30,58±1,03              | 69,65±0,30                  | 51,7±4,0                 |
| <b>4° Ciclo</b>   | 6,24±0,001                | 30,53±0,64              | 69,96±0,63                  | 48,7±2,5                 |
| <b>5° Ciclo</b>   | 4,73±0,001                | 30,17±0,97              | 58,04±2,55                  | 48,3±1,9                 |
| <b>6° Ciclo</b>   | 2,57±0,0009               | 30,06±1,45              | 58,22±2,34                  | 37,7±4,0                 |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora.

Avaliou-se as características físico-químicas das amostras tratadas com a reutilização da solução enzimática em todos os ciclos, com o objetivo de averiguar se as enzimas mantêm sua atividade durante todo o tempo prolongado a que ficam expostas às condições das biopurgas. Pode-se observar os resultados na Tabela 17.

As amostras tratadas apresentaram propriedades físico-químicas satisfatórias completando-se o caldo enzimático com 15 % de solução enzimática fresca em cada ciclo, permitindo uma economia relevante de água, energia e insumos, além de menor produção de efluentes para o meio ambiente.

As enzimas celulase e pectinase mantiveram sua atividade durante todo o processo prolongado, mesmo na presença do surfactante não iônico.

Observando os resultados verifica-se que há uma remoção constante de impurezas mesmo com o reuso do caldo enzimático em seis vezes, com redução na eficiência das atividades enzimáticas notada a partir do quarto reuso.

Pode-se associar esta redução da eficiência a uma inibição competitiva das enzimas causada pela presença de compostos parcialmente hidrolisados provenientes da remoção da cutícula que se acumulam ao longo dos ciclos ou a uma perda da atividade enzimática ocorrida pela própria condição do processo a que as enzimas ficaram expostas.

Os dados de pectina removida e perda de massa demonstram que até o 4º ciclo do reaproveitamento de banho tem-se uma biopurga reprodutível. A partir do 5º reaproveitamento há uma queda na eficácia do processo. Verifica-se uma perda de massa 26 % menor do 4º para o 5º ciclo e do 5º para o 6º ciclo de 54 % . A quantidade de pectina removida a partir do 5º ciclo ficou em torno de 16 % menor em relação aos quatro primeiros ciclos.

A capilaridade também apresentou influência com o reaproveitamento da solução enzimática. No 6º ciclo de reuso ficou em torno de 22 % menor em relação ao 5º ciclo.

O acúmulo crescente de sujidades devido os processos de biopurga progressivos parece saturar a solução e, como consequência, pode provocar redeposição de compostos na superfície das fibras e ainda permitir a ocorrência da inibição enzimática causada pela competição da ação das enzimas entre os substratos presentes na fibra (pectina e celulose) e compostos presentes de forma crescente na solução e que possuem a mesma composição da cutícula das fibras do algodão cru.

Na Figura 45 apresenta-se a coloração das soluções das biopurgas realizadas com reutilização nos intervalos dos ciclos primeiro ao sexto. Observa-se que a coloração das soluções vão ganhando incremento de cor à medida que os ciclos vão aumentando, devido ao acúmulo das impurezas de cada amostra.

Colombi *et al.* (2022b), testando reaproveitamento de solução de biopurga somente com pectinase, observaram uma redução na atividade enzimática ao longo do tempo, com uma redução mais pronunciada a partir do terceiro ciclo. O que também pode estar ocorrendo com a solução residual e os 15 % de solução enzimática nova, com atividade máxima, não está sendo suficiente para garantir a eficiência do processo até 6º ciclo.

A mesma ordem de grandeza da redução da perda de massa e de remoção de pectina não foi observada nos valores da alvura, que somente obteve um decréscimo de cerca de 2 pontos entre o ciclo inicial e o primeiro de reaproveitamento. Mantiveram-se ao longo dos seis ciclos, ficando estabelecidos no intervalo entre 30 e 32 graus Berger.

Ressalta-se que, conforme Karapinar; Sariisik (2004), o processo de purga não remove cor, a cor decresce em função da coloração de compostos da cutícula e não de pigmentos propriamente ditos.

Figura 45 - Coloração das soluções de reciclagem das biopurgas nos intervalos dos ciclos



Fonte: a autora.

Avaliando-se o comportamento do tingimento das diferentes amostras biopurgadas com o reuso da solução enzimática verificou-se que não houve diferenças de concentração de corante entre as soluções de tingimento das amostras de reuso de enzimas. Esse dado demonstra que a tingibilidade das amostras permaneceu constante e com suficiência de migração do

corante para a fibra de algodão. Na Figura 46 mostra-se as soluções residuais após o tingimento das amostras biopurgadas com o reaproveitamento do *pool* enzimático.

Figura 46 - Soluções residuais dos tingimentos das amostras biopurgadas com o reaproveitamento do 1º ao 6º ciclo do *pool* enzimático.



Fonte: a autora.

Relacionando-se os dados de tingimento com os dados de capilaridade observados na Tabela 17, pode-se afirmar que a capilaridade atingida na biopurga, inclusive em processos de reaproveitamento de solução enzimática superiores, apresenta um ganho suficiente de hidrofiliabilidade do substrato de algodão, garantindo um tingimento uniforme e reprodutível. Possíveis sujidades remanescentes nas fibras que seguirão para a etapa de tingimento serão removidas durante este processo, cuja solução contém tensoativo e álcali que também irão atuar na remoção de pectinas, óleos e graxas, sem comprometer o tingimento de cores médias e intensas.

Não constatou-se perdas de qualidade do tingimento das amostras tratadas com o reaproveitamento das enzimas, conforme demonstrado na Tabela 18, que apresenta as variações de diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ), intensidade colorística (K/S), manchamento e alteração de cor entre as amostras tintas biopurgadas nos diferentes ciclos de reuso da solução enzimática.

Tabela 18 - Variações de diferença de cor ( $\Delta E^{*ab}$ ), intensidade colorística (K/S), manchamento e alteração de cor entre as amostras tintas biopurgadas nos diferentes ciclos de reuso da solução enzimática.

| Reuso    | $\Delta E$ | K/S       | Manchamento | Alteração de cor |
|----------|------------|-----------|-------------|------------------|
| 1º ciclo | 1,93±0,13  | 8,21±0,10 | 4-5         | 4-5              |
| 2º ciclo | 1,71±0,16  | 8,48±0,18 | 4-5         | 4-5              |
| 3º ciclo | 1,64±0,01  | 8,36±0,09 | 5           | 4-5              |
| 4º ciclo | 1,77±0,06  | 8,28±0,04 | 5           | 4-5              |
| 5º ciclo | 1,89±0,02  | 8,50±0,20 | 4-5         | 4-5              |
| 6º ciclo | 2,02±0,09  | 8,39±0,12 | 4-5         | 4-5              |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora.

Estatisticamente, a intensidade colorística (K/S) foi semelhante para as amostras tratadas nos diferentes ciclos de reaproveitamento. O desvio  $\Delta E$  foi próximo a 1, sendo tolerável pelo limite máximo para  $\Delta E$  adotado na indústria de vestuário (Colombi, 2021b). A aparência visual dos tecidos, conforme observa-se na Figura 47, foi constante com esses resultados. Os tecidos de malha apresentaram-se tingidos de forma uniforme e homogênea, isentos de quaisquer defeitos.

O processo de reaproveitamento da solução de biopurga consumiu, em quatro ciclos, apenas 36,2 % de solução de tratamento em comparação à biopurga sem reuso da solução. Esta economia apresenta-se no consumo de água, insumos e efluente gerado, além do benefício da diminuição do impacto ambiental.

Levando-se em consideração o uso final do produto, havendo a possibilidade de reuso da solução enzimática até o 6º ciclo, consome-se apenas 29,2 % de solução de tratamento em comparação à biopurga de banho único.

Os resultados obtidos com o procedimento proposto também proporcionaram economia de energia necessária para aquecimento e por consequência, menor tempo de processo.

Figura 47 - Amostras do reaproveitamento da solução de biopurga após o tingimento



Fonte: a autora.

#### 4.2.3 Comparação do bioalvejamento em relação aos processos tradicionais de branqueamento.

A remoção completa dos pigmentos naturais responsáveis pelo baixo índice de alvura do algodão cru, é realizada depois da purga, durante a etapa de branqueamento têxtil (Mojsov, 2019).

Nesta etapa do estudo analisou-se as características do grau de alvura das amostras tratadas com bioalvejamento e aquelas submetidas ao alvejamento tradicional.

Os corpos de prova foram submetidos ao alvejamento e purga tradicional conforme apresentado no item 3.2.5. Nas amostras tratadas com enzimas, utilizou-se o processo descrito no item 3.2.4. onde a biopurga e o bioalvejamento são realizados simultaneamente. Os ensaios foram feitos em triplicata e os resultados das avaliações do grau de branco estão apresentados na Tabela 19.

Tabela 19 - Ensaio comparativo do grau de alvura dos ensaios de bioalveamento e alveamento tradicional

| <b>Ensaio</b>                 | <b>Alvura Berger</b> |
|-------------------------------|----------------------|
| <b>Bioalveamento</b>          | 54,00±0,10           |
| <b>Alveamento tradicional</b> | 80,48±0,49           |
| <b>Biopurga</b>               | 32,28±1,04           |
| <b>Purga tradicional</b>      | 43,40±0,40           |
| <b>Tecido de malha cru</b>    | 8,00±0,10            |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora

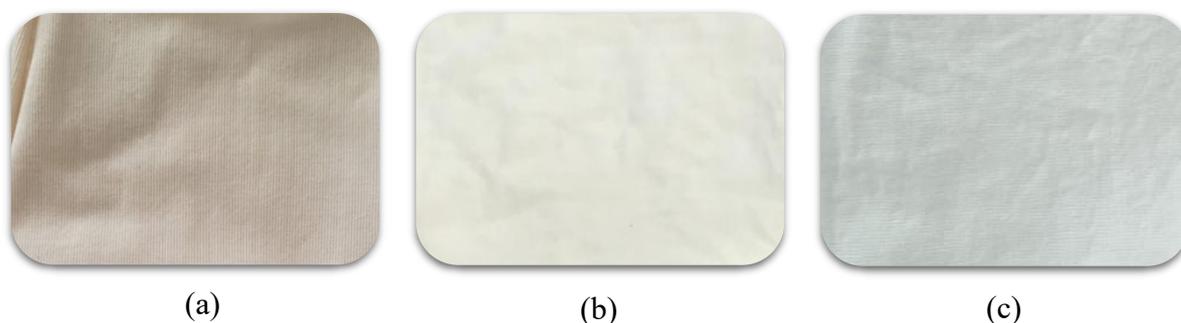
Após os tratamentos de alveamento e bioalveamento, obteve-se aumento nos valores do grau de alvura. Esses aumentos eram esperados, devido ao efeito do peróxido de hidrogênio na remoção dos pigmentos naturais da fibra de algodão (Karapinar; Sariisik, 2004).

O índice de alvura obtido no tratamento convencional (80,48±0,49 °Berger) apresentou um resultado de clareamento de mais de 26 unidades melhor que o tratamento de bioalveamento, que apresentou o resultado de 54,00±0,10 °Berger. Este fato deve-se às condições mais severas do alveamento convencional e consolidam as afirmações de Tzanov *et al.* (2002); Silva (2013) que o tratamento com enzimas depende do uso final dos tecidos, incluindo a intensidade da coloração.

Constatou-se que o procedimento de biopurga e branqueamento enzimático na mesma solução foi satisfatório para a preparação do tecido de malha de algodão. Na Figura 48 mostra-se o tecido de malha cru e após os tratamentos de alveamento tradicional e enzimático.

Os resultados mostraram que a adição da enzima glicose oxidase para a formação de peróxido de hidrogênio e da enzima catalase para a remoção da quantidade remanescente após o alveamento à mesma solução contendo as enzimas celulase e pectinase foi adequada à preparação da fibra. Este processo apresentou-se ecologicamente correto em comparação ao processo convencional, causando menor dano à fibra, tempo de processo e consumo de energia. No bioprocessamento com este *pool* enzimático a economia de água, insumos e efluentes produzidos foi de 50 % menor no número de soluções necessárias em relação ao tratamento convencional.

Figura 48- Amostras do tecido de malha cru (a), bioalvejado (b) e alvejado tradicional (c)



Fonte: a autora:

#### 4.2.4 Avaliação da utilização de *pool* enzimático para beneficiamento primário e secundário em solução única

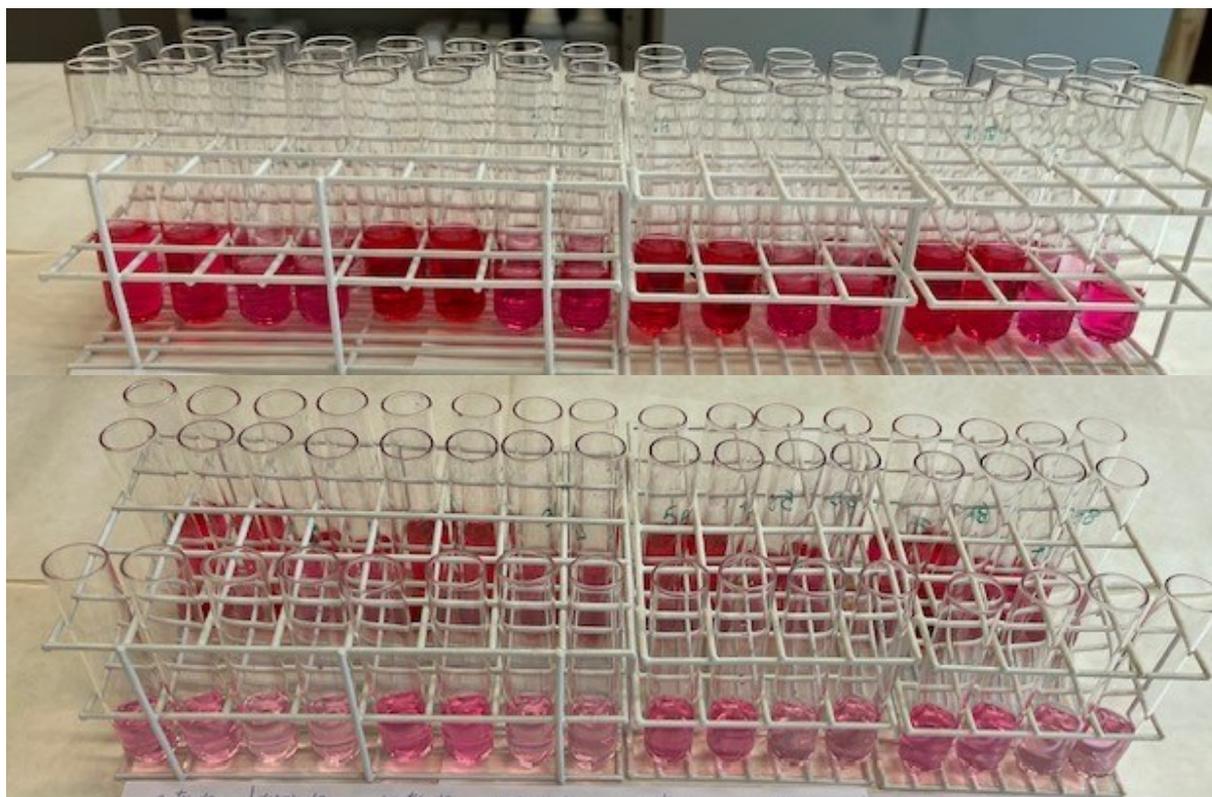
Para o estudo da viabilidade de efetuar o tingimento na mesma solução do bioalvejamento realizou-se ensaios conforme o procedimento descrito no item 3.2.6. São apresentados os resultados referentes a etapa de otimização do processo de tingimento do tecido de malha de algodão com o corante reativo Red 195 no banho do bioalvejamento, seguidos de análises de possibilidade para a adoção da otimização do processo.

Na sequência são apresentados os ensaios de verificação da viabilidade do reaproveitamento em até quatro vezes da solução do tingimento.

As características de igualização e intensidade de cor dos corpos de prova submetidos a este processo foram comparadas com as amostras bioalvejadas tintas em banho novo e aquelas tratadas pelo processo tradicional.

Analisou-se o esgotamento das soluções de tingimento por espectrofotometria visível em  $\lambda_{\text{máx}} = 543 \text{ nm}$ . Na Figura 49 apresenta-se as soluções utilizadas para a leitura da absorbância.

Figura 49 - Amostras para a análise de absorbância dos tingimentos comparativos.



Fonte: a autora.

#### 4.2.4.1 Utilização de *pool* enzimático para beneficiamento primário e secundário em solução única e em solução nova depois da ação da enzima catalase sem enxágue.

Verifica-se os processos utilizados nesta etapa da pesquisa na Figura 25, que apresenta o processo de biopurga, bioalveamento e tingimento em banho único e na Figura 26 que apresenta o processo em que o banho é descartado antes da adição do corante. Demonstra-se na Tabela 20 e Figura 50 os resultados obtidos.

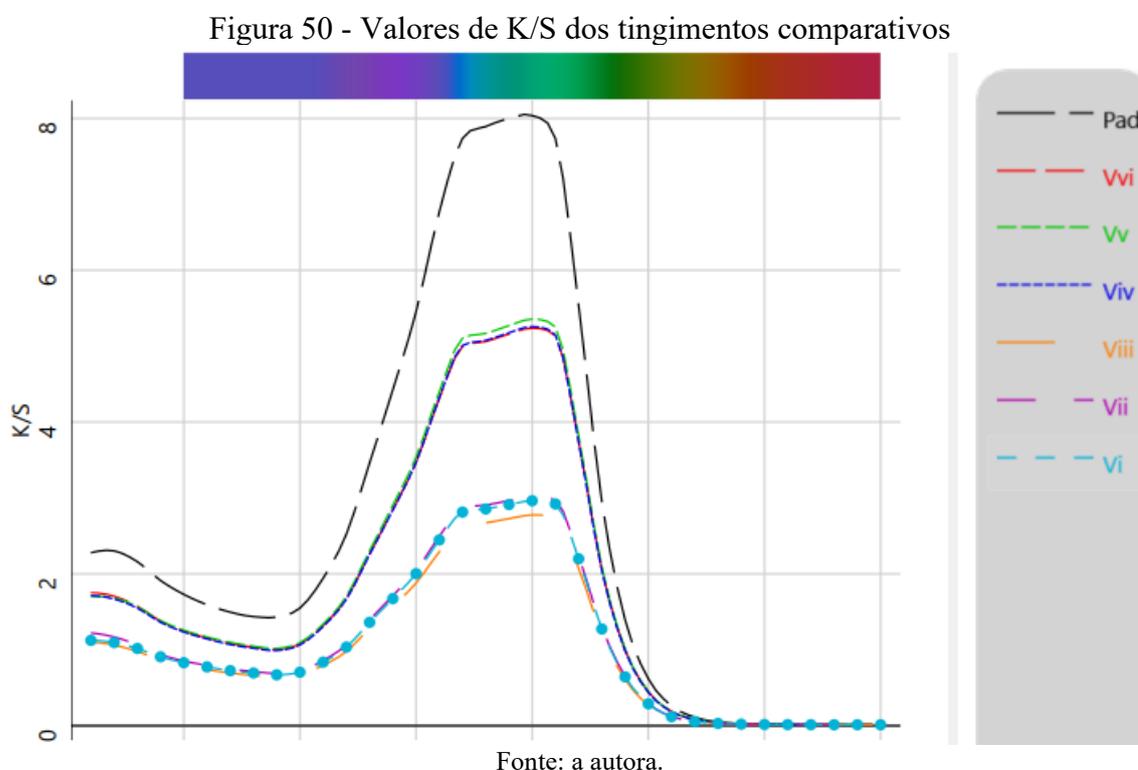
Tabela 20 - Diferenças totais de cores entre as amostras tingidas em solução única e em solução nova após o descarte da solução de bioalveamento sem o enxágue.

| Amostras  | $\Delta E$ | K/S       |
|---|------------|-----------|
| Alvejadas e tingidas em processo tradicional              | 0,18±0,01  | 8,10±0,02 |
| Tingidas em solução única do bioalveamento                | 14,33±0,69 | 3,00±0,02 |
| Tingidas em solução nova, sem enxágue, após bioalveamento | 5,94±0,14  | 5,28±0,06 |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.

Fonte: a autora.

Os ensaios efetuados apresentaram uma quantidade maior de corante residual após o tingimento em solução única, indicando que esta alteração ocorre devido aos elementos interferentes provenientes das etapas da purga e do alveijamento. Os testes realizados com o descarte da solução antes do tingimento, apresentaram melhor aproveitamento do corante. As amostras que carregam umidade da solução anterior de  $6,2\pm 0,45$  % do volume total, apresentaram maior intensidade da cor e o banho menor intensidade de corante residual do que aquelas onde foi utilizado o banho único. A diferença total de cor  $\Delta E$  entre as amostras e o padrão, foi de  $14,33\pm 0,69$  para as amostras cujo corante foi adicionado no banho de bioalveijamento e  $5,94\pm 0,14$  para aquelas onde esta solução foi descartada.



O valor de K/S obtido foi de  $3,00\pm 0,02$  nas amostras tingidas em solução única e de  $5,28\pm 0,02$  nas amostras tingidas onde a solução do bioalveijamento foi descartada, demonstrando aumento colorístico e uma possibilidade de otimização do processo utilizando uma solução a mais no tratamento.

Estes resultados demonstram que os valores de K/S obtidos nas amostras tingidas em solução única e em solução nova sem o enxágue foram menores do que os apresentados no método tradicional. De acordo com Ali *et al.* (2014), há diversos fatores para esta ocorrência. O principal deles é a opacidade da cor, que contribui para valores de K/S mais baixos. A presença de contaminantes na solução de tingimento e a alvura inferior do tecido também são

fatores que concorrem para valores de K/S menores. As amostras apresentaram tonalidade uniforme e os resultados obtidos estão de acordo com Eren; Anis; Davulcu (2009); Ali *et al.* (2014).

Analisando-se as Figura 24 e Figura 33, observa-se que foram necessárias 10 soluções para a execução do beneficiamento de purga, alveamento e tingimento através do processo tradicional. Para o bioalveamento e tingimento em solução única consumiu-se apenas 60 % desta quantidade de solução, o que se traduz em economia no consumo de água, pois foram necessárias apenas 6 soluções, conforme pode-se observar na Figura 25. Na Figura 26 observa-se que foram necessárias 7 soluções quando descartamos a solução do bioalveamento antes do tingimento, acarretando uma economia de 30 % no consumo da solução de tratamento.

A prática de reuso de efluente mostra-se como uma ação atenuante para a gestão dos recursos hídricos. A técnica consiste na reutilização de efluentes como alternativa à fonte de água usualmente utilizada (Farias *et al.*, 2017). Outro recurso, daqui em diante estudado, é a efetivação do reaproveitamento da solução utilizada para o bioalveamento e tingimento, sem a necessidade de tratamento prévio.

Na sequência são apresentados os ensaios de verificação da viabilidade da reutilização em até quatro vezes da solução do tingimento no banho do bioalveamento.

#### **4.2.5 Reaproveitamento da solução de tingimento**

Efetou-se testes reutilizando a solução de tingimento do *pool* enzimático em até quatro vezes, corrigindo-se o pH da solução após a adição do corante e do cloreto de sódio. O método utilizado está representado na Figura 25.

O reaproveitamento do efluente em novos processos de tingimento reduz o consumo de água e por consequência, o tratamento de efluentes, pois impacta na sua geração e na carga poluente lançada aos corpos hídricos (Ozturk *et al.*, 2016). Com o reuso, há economia nos custos de água, energia para aquecimento e nos tratamentos dos efluentes do beneficiamento. Esta diferença faz-se maior quando comparamos os processos descontínuos, cujo consumo de água é maior se comparado aos processos contínuos (Melo, 2022).

A viabilidade do reuso foi verificada através das análises dos valores de intensidade colorística (K/S), diferença de cor ( $\Delta E$ ) e ensaios de solidez à lavagem e comparadas aos ensaios realizados através do processo tradicional.

Na proposta de reaproveitamento da solução de tingimento no efluente de bioalveamento, o valor da diferença total de cor entre os quatro ciclos apresentou-se próximo,

conforme apresenta-se na Tabela 21. A diminuição colorística das amostras dos vários ciclos manteve-se, sendo imperceptível a olho nu detectar em qual ciclo de reaproveitamento foram tingidas. O mesmo ocorreu com os valores de K/S, onde nota-se pouca variação da intensidade de cor das amostras.

Entre os diferentes ciclos de reuso não se constatou diferença de qualidade entre as amostras tratadas com o reaproveitamento da solução. Os tecidos de malha apresentaram-se tingidos de maneira uniforme, homogênea e desprovidos de defeitos.

Tabela 21 – Variações de diferença de cor ( $\Delta E^*ab$ ) e intensidade colorística (K/S) entre as amostras tingidas nos vários ciclos em solução de reuso do bioalvejamento e tingimento.

| Reuso     | $\Delta E$ | K/S       |
|-----------|------------|-----------|
| 1º. ciclo | 14,33±0,69 | 3,00±0,02 |
| 2º. ciclo | 13,26±0,20 | 3,21±0,14 |
| 3º. ciclo | 13,54±0,11 | 3,19±0,16 |
| 4º. ciclo | 14,25±0,45 | 2,95±0,17 |

\*Os números após os valores são os desvios padrão calculados a partir da realização da triplicata de cada ensaio.  
Fonte: a autora.

O esgotamento das soluções de tingimento também foi analisado por espectrometria visível em  $\lambda_{\text{máx}} = 545$  nm, sob iluminante D65, 10°. O valor de absorvância obtido foi de 0,279±0,001 nm para o beneficiamento tradicional e de 0,498±0,001 nm para o primeiro ciclo, 0,306±0,048 nm para o segundo ciclo, 0,424±0,002 nm para o terceiro ciclo e 0,484±0,019 nm para o quarto ciclo nas amostras tingidas no reaproveitamento da solução de bioalvejamento e tingimento. Os resultados apresentam maior quantidade de corante residual nos bioprocessos com reutilização da solução em relação ao beneficiamento tradicional. O restringimento da eficiência do tingimento pode estar relacionado a uma inibição competitiva do corante causada pela presença de compostos provenientes do processo de bioalvejamento e da condição a que o corante fica exposto durante o processo na solução saturada.

O grau de exaustão foi calculado através da Equação 9, em que os valores de absorvância foram determinados através da somatória da concentração de corante presente no banho após cada uma das etapas demonstradas na Figura 36. Verifica-se que no beneficiamento tradicional 72,1 % do corante migrou para a fibra e reagiu com o substrato, tingindo-o. O restante do corante inicialmente utilizado, que corresponde a 27,9 %, ficou na solução, sendo descartado como efluente do processo.

Os resultados do grau de exaustão do primeiro ao quarto ciclo foram respectivamente 50,2 %, 61,68 %, 57,57 % e 51,59 %, demonstrando o restringimento da eficiência do tingimento quando é reutilizada a solução da biopurga. Durante o primeiro ciclo verificou-se uma queda da quantidade de corante que reagiu com a fibra. Esta queda comparada ao tingimento tradicional ficou em 30,3 % menor. Nos ciclos subsequentes, devido a adição de corante à solução, esta diferença diminuiu em média 10 %, mas ainda se apresenta menor quando comparada ao beneficiamento tradicional.

Em concordância com o método descrito no item 3.2.7.9., as amostras tingidas em todos os ciclos de reaproveitamento da solução de tingimento foram submetidas a ensaios de solidez à lavagem. Foram comparadas com as amostras purgadas, alvejadas e tingidas pelo processo tradicional. Apresenta-se os resultados, obtidos por espectrofotometria sob iluminante D65 (observador 10°), na Tabela 22. Na Figura 51 pode-se observar as imagens dos tecidos tingidos antes e depois do teste de lavagem, juntamente com os tecidos testemunha.

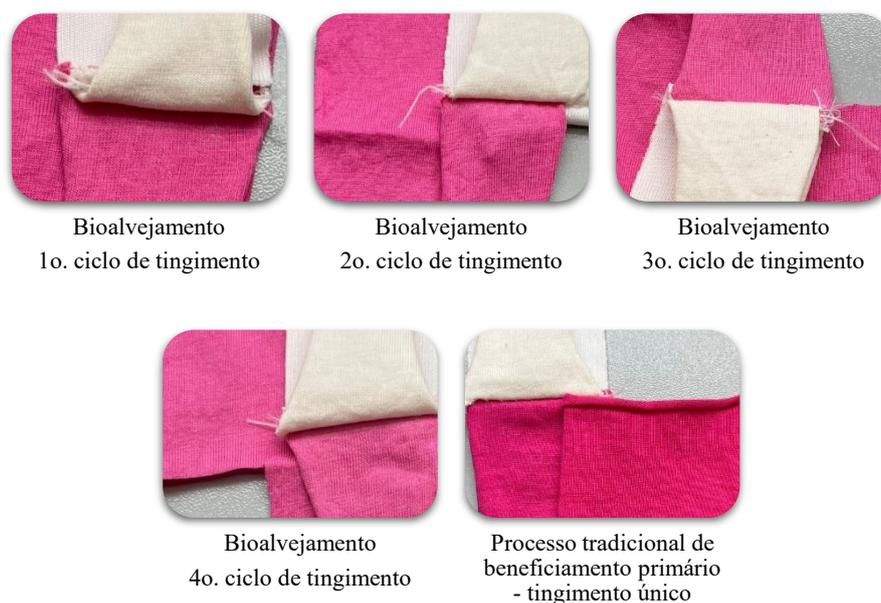
Tabela 22 - Índices de alteração e transferência de cor das amostras tingidas com o reaproveitamento da solução de tingimento.

| <b>Solidez de cor à lavagem</b>                             | <b>Alteração</b> | <b>Transferência</b> |
|---|------------------|----------------------|
| <b>1º. Ciclo de tingimento na solução de bioalvejamento</b> | 5                | 5                    |
| <b>2º. Ciclo de tingimento na solução de bioalvejamento</b> | 5                | 5                    |
| <b>3º. Ciclo de tingimento na solução de bioalvejamento</b> | 5                | 5                    |
| <b>4º. Ciclo de tingimento na solução de bioalvejamento</b> | 5                | 5                    |
| <b>Purga, alvejamento e tingimentos tradicionais.</b>       | 5                | 5                    |

Fonte: a autora.

Analisando-se as notas obtidas na transferência de cor do tecido ao tecido testemunha e na alteração da cor dos tecidos tingidos, constata-se que não houve diferença em nenhum dos ciclos de reaproveitamento. Todos os ensaios obtiveram nota máxima, numa escala padrão que varia entre o valor mínimo 1 (péssimo) e o máximo 5 (excelente). Estes resultados foram os mesmos obtidos nas amostras tingidas pelo método tradicional, onde os processos foram realizados em solução virgem, sem reaproveitamento do efluente.

Figura 51 - Testes de solidez à lavagem das amostras do reaproveitamento da solução de tingimento na solução de bioalvejamento.



Fonte: a autora.

Não houve perda de cor ou manchamento resultante da ação de desborçamento e abrasão nos ensaios de lavagem. Estes dados demonstram que o banho saturado com os componentes do bioalvejamento e dos tingimentos anteriores não influenciou na qualidade da resistência da cor quanto à lavagem dos tecidos de malha. Estes resultados estão em conformidade com Melo (2022), que obteve bons resultados de solidez com a utilização de banho do efluente para tingimento em uma vez com corante reativo.

## 5 CONCLUSÕES

Quando comparado aos métodos tradicionais, obteve-se, através dos ensaios realizados, processos de beneficiamento primário e secundário com economia de 50 % de água, promovendo-se menor tempo de processamento, insumos e energia necessários para carregar os equipamentos entre as diversas soluções de tratamento. A reutilização da solução de biotratamento propiciou procedimentos mais competitivos, ecológicos e sustentáveis.

O processo de *pool* enzimático utilizando-se para a purga as enzimas pectinase e celulase num ambiente de condições intermediárias entre o ideal de funcionamento de cada uma delas apresentou resultados satisfatórios quanto ao aumento de hidrofiliidade, perda de massa e pilosidade do material. Nos bioprocessos os resultados de hidrofiliidade apresentaram-se iguais ao processo tradicional, com tempo de absorção menor do que 1 s. A perda de massa do material apresentou-se 10 % menor, demonstrando que foi possível limpar o tecido de forma eficaz sem prejuízo no peso do material, visto que os produtos têxteis são comercializados com base no peso. Esta menor perda de massa obtida no bioprocessos denota menores danos às fibras com conseqüente diminuição da geração de resíduos e impacto ambiental. As condições de tratamento mais suaves permitiram obter menor pilosidade na superfície das amostras biopurgadas conseguindo-se um produto de melhor qualidade quanto ao aspecto visual e ao toque, além de mais apropriado à seqüência do beneficiamento secundário de tingimento ou estampagem. O grau de alvura alcançado nesta etapa foi de 30 °Berger, valor inferior a 13 unidades em relação ao tratamento convencional, mostrando-se satisfatório para tingimentos de cores médias a escuras. A reprodutibilidade foi adequada, proporcionando segurança para a aplicação do bioprocessos.

Na reutilização da solução da biopurga, os resultados mostram que as enzimas mantiveram sua atividade durante todo o tempo a que ficaram expostas às condições do processo prolongado. Houve a remoção constante de impurezas com o reuso do caldo enzimático em até seis vezes. Ocorreu suficiência de migração do corante para a fibra, demonstrando ganho satisfatório de hidrofiliidade, garantindo tingimento uniforme, reprodutível e sem perda da qualidade. Consumiu-se ao final do 6º ciclo apenas 29,2 % de solução de tratamento em comparação à biopurga de banho único, sem reuso do licor. Esta resposta demonstra melhorias econômicas e ambientais de forma conjunta com a diminuição considerável obtida no consumo de água, insumos, energia e tempo do processo.

Constatou-se que o processo de biopurga e bioalveamento simultâneos utilizando as enzimas celulase e pectinase para a purga, glicose oxidase para a formação de peróxido de hidrogênio e catalase para a remoção dos resíduos do peróxido de hidrogênio ao final do

alveijamento foi satisfatório. Obteve-se um processo com baixo consumo de água e tecidos de malha com grau de branco de  $54,00 \pm 0,10$  °Berger, valor inferior a 26 unidades em relação ao índice de alvura obtido no tratamento convencional de  $80,48 \pm 0,49$  °Berger.

A solução do *pool* enzimático utilizada para o beneficiamento primário e secundário apresentou maior quantidade de corante residual após o tingimento quando comparada à solução do processo de tingimento tradicional. A diferença total de cor  $\Delta E$  entre as amostras tingidas no banho de bioalveijamento e o padrão foi de  $14,33 \pm 0,69$ . Os valores de intensidade de cor K/S obtidos nas amostras tingidas em solução única ( $3,00 \pm 0,02$ ) foram menores do que os apresentados no método tradicional ( $8,10 \pm 0,02$ ). A quantidade de solução consumida no processo único foi de apenas 60 % daquela utilizada no processo tradicional.

No reaproveitamento da solução de tingimento no efluente de bioalveijamento, não se constatou diferença entre as amostras nos quatro ciclos. Os tecidos de malha apresentaram-se tingidos de maneira uniforme, homogênea, desprovidos de defeitos e ótima solidez à lavagem. O valor da diferença total de cor  $\Delta E$  apresentou-se próxima. Os valores de K/S apresentaram pequena variação da intensidade de cor. A diminuição colorística das amostras dos vários ciclos manteve-se, sendo imperceptível a olho nu detectar em qual ciclo de reaproveitamento foram tingidas.

Através dos resultados dos experimentos realizados verificou-se que a economia e o reuso da água e por consequência, a redução de energia, insumos e tempo, podem ser efetuados em diferentes partes dos processos dos beneficiamentos primário e secundário de têxteis de algodão. As respostas apresentam-se promissoras e têm potencial para que os esforços de pesquisa futuros sejam direcionados à exploração das possibilidades reais de aplicação na indústria. Para isto, torna-se necessário transferir os experimentos da fase de laboratório para a fase de escala piloto, aperfeiçoando a eficiência do processo e a minimização dos custos, e assim, transformando-se concreta em escala industrial.

## **6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- i. Ampliar o estudo realizado utilizando outros tipos de enzimas.
- ii. Estudar esses processos em diferentes substratos têxteis.
- iii. Avaliar o uso de outros corantes no tingimento em banho único.

## REFERÊNCIAS

ABDULRACHMAN, D. et al. Heterologous expression of *Aspergillus aculeatus* endopolygalacturonase in *Pichia pastoris* by high cell density fermentation and its application in textile scouring. **BMC Biotechnology**, v. 17, n. 1, p. 1–9, 2017.

**ABIT - Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confecção**, 2023.

ABNT, A. B. de N. T. NBR 13000: Material Têxtil - Determinação da Hidrofilidade de Tecidos. **Rio de Janeiro**, 1993.

ABRAPA. **Algodão no Mundo**. Disponível em:

<[https://www.abrapa.com.br/Paginas/Dados/Algodão no Mundo.aspx](https://www.abrapa.com.br/Paginas/Dados/Algodão%20no%20Mundo.aspx)>. Acesso em: 23 ago. 2022.

AGRAWAL, P. B. **The performance of cutinase and pectinase in cotton scouring**. [s.l.: s.n.], 2005a.

AGRAWAL, P. B. **The performance of cutinase and pectinase in cotton scouring**. [s.l.: s.n.]. v. Doctor

ALI, S. et al. Integrated desizing-bleaching-reactive dyeing process for cotton towel using glucose oxidase enzyme. **Journal of Cleaner Production**, v. 66, p. 562–567, 2014.

ANASTAS, P. T.; KIRCHHOFF, M. M. Origins, Current Status, and Future Challenges of Green Chemistry. **Accounts of Chemical Research**, v. 35, n. 9, p. 686–694, 2002.

ANDREAUS, J.; COLOMBI, B.L.; GONÇALVES, J.A.; SANTOS, K. A. Processing of Cotton and Man-made Cellulosic Fibers. In: **Advances in Textile Biotechnology (Second Edition)**. [s.l.: s.n.], p. 185–238.

ANDREAUS, J. et al. **Aplicação de Ciclodextrinas em Processos TêxteisQuim. Nova**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000400031>>.

ARAÚJO, R.; CASAL, M.; CAVACO-PAULO, A. Application of enzymes for textile fibres processing. **Biocatalysis and Biotransformation**, v. 26, n. 5, p. 332–349, 2008.

AZEVEDO, B. DE. Produção de celulasas e xilanases por uma nova espécie fúngica - *Achaetomium lippiae* URM 7547 - utilizando a fibra de coco verde pré-tratada por explosão a vapor Beatriz de Azevedo Produção de celulasas e xilanases por uma nova espécie fúngica - *Achaetomi*. 2022.

BESEGATTO, S. V. et al. Enzyme Treatment at Different Stages of Textile Processing: A Review. **Industrial Biotechnology**, v. 14, n. 6, p. 298–307, 2018.

BIORENDER. Biorender. 2022.

BUSCHLE-DILLER, G.; YANG, X. D.; YAMAMOTO, R. Enzymatic Bleaching of Cotton Fabric with Glucose Oxidase. **Textile Research Journal**, v. 71, n. 5, p. 388–394, 2001.

CANTERI, M. H. G. et al. Pectin: From raw material to the final product. **Polimeros**, v. 22, n. 2, p. 149–157, 2012.

CHEN, L. et al. Estimating the environmental and economic impacts of widespread adoption of potential technology solutions to reduce water use and pollution: Application to China's textile industry. **Environmental Impact Assessment Review**, v. 79, n. March, p. 106293, 2019.

CHOE, E. K. et al. Implementation of batchwise bioscouring of cotton knits. **Biocatalysis and Biotransformation**, v. 22, n. 5–6, p. 375–382, 2004.

CNI. **O Setor Têxtil e de Confecção e os Desafios da Sustentabilidade**. Brasília 2017. [s.l: s.n.].

COLOMBI, B. L. **Biopreparação enzimática de malha de algodão: avaliação de parâmetros processuais e reúso da solução enzimática**. Florianópolis: [s.n.]. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/229180>>.

COLOMBI, B. L. **Biopreparação enzimática de malha de algodão: avaliação de parâmetros processuais e reúso da solução enzimática**. [s.l: s.n.].

COLOMBI, B. L. et al. A sustainable approach for cotton bioscouring : reuse of the pectate lyase containing treatment bath. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 45, n. 8, p. 1391–1405, 2022a.

COLOMBI, B. L. et al. A sustainable approach for cotton bioscouring: reuse of the pectate lyase containing treatment bath. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 45, n. 8, p. 1391–1405, 2022b.

COLOMBI, B. L. et al. Understanding the effects of process parameters in the bioscouring of cotton and their interactions on pectate lyase activity by factorial design analysis. **Journal of the Textile Institute**, v. 113, n. 5, p. 857–868, 2022c.

CZYZEWSKA, K. et al. A catalytic membrane used for H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> decomposition. **Catalysis Today**, v. 331, n. June 2017, p. 30–34, 2019.

DARIA, M.; KRZYSZTOF, L.; JAKUB, M. Characteristics of biodegradable textiles used in environmental engineering: A comprehensive review. **Journal of Cleaner Production**, v. 268, 2020.

DE AGUIAR, C. R. L. **Engenharia Têxtil: Uma Abordagem Simplificada**. Florianópolis: [s.n.].

DE MELO DA SILVA, L. G. et al. Study and application of an enzymatic pool in bioscouring of cotton knit fabric. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 95, n. 7, p. 1253–1260, 2017.

DE SOUZA LIMA, J. et al. Cellulase immobilized on kaolin as a potential approach to improve the quality of knitted fabric. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 45, n. 4, p. 679–688, 2022.

DEMIR, A. G. et al. New Possibilities of Raw Cotton Pre-treatment before reactive dyeing. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 460, n. 1, 2018.

DO AMARAL, M. C. et al. Industrial textile recycling and reuse in Brazil: Case study and

considerations concerning the circular economy. **Gestao e Producao**, v. 25, n. 3, p. 431–443, 2018.

DOS SANTOS, V. L. V. F.; BARCELLOS, I. O.; PICCOLI, H. H. Pre-alveamento de materiais têxteis com ozônio e avaliação de suas propriedades de superfície, físicas e tintoriais. **Revista Materia**, v. 22, n. 1, p. 1–196, 2017.

EGBUTA, M. A. et al. **Biological importance of cotton by-products relative to chemical constituents of the cotton plant**. **Molecules**MDPI AG, , 1 jan. 2017.

EID, B. M.; IBRAHIM, N. A. Recent developments in sustainable finishing of cellulosic textiles employing biotechnology. **Journal of Cleaner Production**, v. 284, p. 124701, 2021.

EREN, H. A.; ANIS, P.; DAVULCU, A. Enzymatic One-bath Desizing — Bleaching — Dyeing Process for Cotton Fabrics. **Textile Research Journal**, v. 79, n. 12, p. 1091–1098, 2009.

ETTERS, J. N. Cotton preparation with alkaline pectinase: An environmental advance. **Textile Chemist and Colorist and American Dyestuff Reporter**, v. 1, n. 3, p. 33–36, 1999.

FARIAS, S. et al. Removal of Reactive Blue 21 and Reactive Red 195 dyes using horseradish peroxidase as catalyst. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 34, n. 3, p. 701–707, 1 jul. 2017.

FERREIRA, B. N.; MARJOTTA-MAISTRO, M. C. Cadeia produtiva do algodão no Brasil Cotton production chain in Brasil. v. 2022, p. 1–25, 2022.

FOULK, J. A.; AKIN, D. E.; DODD, R. B. Influence of pectinolytic enzymes on retting effectiveness and resultant fiber properties. **BioResources**, v. 3, n. 1, p. 155–169, 2008.

FREITAS, K. R. DE. **Estabilização enzimática para aplicação em biopurga de tecidos de malhas de algodão**. [s.l: s.n.].

FURLAN, F. R. Caracterização e aplicação de enzimas de forma combinada na biopreparação de tecidos felpudos de algodão. p. 151, 2012.

GHOSE, T. K. Measurement Of Cellulase Activities. v. 59, n. 2, 1987.

GUO, C. et al. Enzymatic treatment on cotton fibers: degradation kinetics of pectin and influence of shape change on adsorption. **Fibers and Polymers**, v. 18, n. 10, p. 1882–1890, 2017.

HARTZELL, M. M.; HSIEH, Y. LO. Enzymatic Scouring to Improve Cotton Fabric Wettability. **Textile Research Journal**, v. 68, n. 4, p. 233–241, 1998.

HASAN, M. M.; NABI, F.; MAHMUD, R. Benefits of Enzymatic Process in Textile Wet Processing. **International Journal of Fiber and Textile Research**, v. 5, n. 2, p. 16–19, 2015.

HASANBEIGI, A.; PRICE, L. A technical review of emerging technologies for energy and water efficiency and pollution reduction in the textile industry. **Journal of Cleaner Production**, v. 95, p. 30–44, 2015.

HEBEISH, A. et al. New development for combined bioscouring and bleaching of cotton-based fabrics. **Carbohydrate Polymers**, v. 78, n. 4, p. 961–972, 2009.

HOLMBERG, K. Interactions between surfactants and hydrolytic enzymes. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 168, p. 169–177, 2018.

HONG, R. et al. High-level expression of *Humicola insolens* cutinase in *Pichia pastoris* without carbon starvation and its use in cotton fabric bioscouring. **Journal of Biotechnology**, v. 304, n. August, p. 10–15, 2019.

HORROCKS, A. .; ANAND, S. . **Hand Book of Technical Textile Vol2.Pdf**. [s.l: s.n.].

HSIEH, Y.-L.; GORDON, S. **Chemical Structure and Properties of Cotton**. Cambridge: [s.n.].

HUANG, C. et al. A comprehensive investigation on cellulose nanocrystals with different crystal structures from cotton via an efficient route. **Carbohydrate Polymers**, v. 276, n. September 2021, p. 118766, 2022.

HUSSAIN, T.; WAHAB, A. A critical review of the current water conservation practices in textile wet processing. **Journal of Cleaner Production**, v. 198, p. 806–819, 2018.

IBRAHIM, N. A. et al. Environmentally benign Scouring of Cotton Knits Using Locally Produced Acid Pectinase Enzyme. **Fibers and Polymers**, v. 20, n. 4, p. 787–793, 2019.

ISO, I. O. FOR S. **ISO 12945-2 2020 Determination of Fabric Propensity to Surface Pilling, Fuzzing or Matting Modified Methods**. , 2020.

JIS, J. I. S. JIS L 1907: Testing Methods for Water Absorbency of Textiles. 2004.

JOHN, J. et al. Advances in upstream and downstream strategies of pectinase bioprocessing: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 162, p. 1086–1099, 2020.

KAKKAR, P.; WADHWA, N. Extremozymes used in textile industry. **Journal of the Textile Institute**, v. 113, n. 9, p. 2007–2015, 2022.

KALANTZI, S. et al. Effect of pectate lyase bioscouring on physical, chemical and low-stress mechanical properties of cotton fabrics. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 17, p. 8185–8192, 2008.

KALANTZI, S.; KEKOS, D.; MAMMA, D. Bioscouring of cotton fabrics by multienzyme combinations: application of Box–Behnken design and desirability function. **Cellulose**, v. 26, n. 4, p. 2771–2790, 2019.

KARAPINAR, E.; SARIISIK, M. O. Scouring of cotton with cellulases, pectinases and proteases. **Fibres and Textiles in Eastern Europe**, v. 12, n. 3, p. 79–82, 2004.

KARMAKAR, S. R. **Application of biotechnology in the pre-treatment processes of textiles**. [s.l: s.n.]. v. 45

KHANDUAL, A.; LUXIMON, A.; PATTANAYAK, A. K. Optimization of acid cellulose enzyme concentration to reduce pilling of bamboo fabric: An objective assessment approach.

**Fibers and Polymers**, v. 12, n. 6, p. 816–820, 2011.

KHATAMI, S. H. et al. Glucose oxidase: Applications, sources, and recombinant production. **Biotechnology and Applied Biochemistry**, v. 69, n. 3, p. 939–950, 2022.

KHATTAB, T. A.; ABDELRAHMAN, M. S.; REHAN, M. Textile dyeing industry: environmental impacts and remediation. v. 1, p. 3803–3818, 2020.

KOHLI, P.; GUPTA, R. Alkaline pectinases: A review. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 4, n. 3, p. 279–285, 2015.

KUASNE, A. Curso têxtil em malharia e confecção. p. 90, 2008.

KUMAR, D. et al. Application of enzymes for an eco-friendly approach to textile processing. **Environmental Science and Pollution Research**, n. Shen 2019, 2021.

LATTHE, S. S. et al. Superhydrophobic Surfaces Developed by Mimicking Hierarchical Surface Morphology of Lotus Leaf. p. 4256–4283, 2014.

LEWIN, M. **HANDBOOK OF FIBER CHEMISTRY**. third edit ed. [s.l: s.n.].

LEYLA ÇELİK. Biodegradation of reactive red 195 azo dye by the bacterium *Rhodopseudomonas palustris* 51ATA. **African Journal of Microbiology Research**, v. 6, n. 1, 2012.

LÓPEZ, C.; CAVACO-PAULO, A. In-situ enzymatic generation of hydrogen peroxide for bleaching purposes. **Engineering in Life Sciences**, v. 8, n. 3, p. 315–323, 2008.

MADHAV, S. et al. A review of textile industry: Wet processing, environmental impacts, and effluent treatment methods. **Environmental Quality Management**, v. 27, n. 3, p. 31–41, 1 mar. 2018.

MAHBUBUL BASHAR, M.; KHAN, M. A. An Overview on Surface Modification of Cotton Fiber for Apparel Use. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 21, n. 1, p. 181–190, 1 mar. 2013.

MELO, C. G. et al. Toxicidade do efluente têxtil com corante reactive blue 21 submetido à irradiação por feixe de elétrons / Toxicity of reactive blue 21 dye textile effluent subjected to electron beam irradiation. **Brazilian Journal of Development**, v. 8, n. 4, p. 31191–31199, 2022.

MELO, C. G. Otimização do tingimento de algodão com o corante Reactive Blue 21 e tratamento do respectivo efluente têxtil com acelerador de elétrons para a redução da cor e dos efeitos tóxicos agudos. p. 1–134, 2022.

MILLER, G. L. Determinação de Açúcares Redutores com ácido dinitrosalicílico. 1959a.

MILLER, G. L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. 1959b.

MOJSOV, K. Ezyme Scouring of Cotton Fabrics: A Review. v. 2, n. 9, p. 256–275, 2012.

MOJISOV, K. Enzymes in Textile Industry: A Review SSN : 2249-0558 ISSN : 2249-0558. v. 4, n. 12, p. 34–44, 2014.

MOJISOV, K. Bioscouring and bleaching process of cotton fabrics – an opportunity of saving water and energy. **Journal of the Textile Institute**, v. 107, n. 7, p. 905–911, 2016.

MOJISOV, K. Enzymatic desizing, bioscouring and enzymatic bleaching of cotton fabric with glucose oxidase. **Journal of the Textile Institute**, v. 110, n. 7, p. 1032–1041, 3 jul. 2019.

MOJISOV, K. et al. Production and application of glucose oxidase enzyme in textile technology. **Tekstilna industrija**, v. 69, n. 1, p. 21–27, 2021.

MOKHOTHU, T. H.; JACOB, M. Review on hygroscopic aging of cellulose fibres and their biocomposites. **Carbohydrate Polymers**, v. 131, p. 337–354, 2015.

MONTEIRO, P. A. Diagnóstico do Consumo de Água nos Processos de Beneficiamento de Jeans no Polo Confeccionista de Divinópolis/MG. 2018.

MORITA, T. **Manual de Soluções, reagentes e Solventes**. [s.l: s.n.].

NAKPATHOM, M. et al. High temperature dyeing of PET fabric with natural colourants extracted from annatto seeds. **Pigment and Resin Technology**, v. 48, n. 2, p. 129–136, 2019.

NERURKAR, M.; JOSHI, M.; ADIVAREKAR, R. Bioscouring of Cotton using Lipase from Marine Bacteria Bacillus sonorensis. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 175, n. 1, p. 253–265, 2015.

NIAZ, A. et al. Bioscouring of cellulosic textiles. **Coloration Technology**, v. 127, n. 4, p. 211–216, 2011.

OGEDA, T. L.; PETRI, D. F. S. Hidrólise Enzimática de Biomassa. **Química Nova**, v. 33, n. 7, p. 1549–1558, 2010.

OZTURK, E. et al. Minimization of water and chemical use in a cotton/polyester fabric dyeing textile mill. **Journal of Cleaner Production**, v. 130, p. 92–102, 2016.

PENG, M. et al. Establishing a Rapid Pad-Steam Process for Bleaching of Cotton Fabric with an Activated Peroxide System. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 6, n. 7, p. 8599–8603, 2018.

PEREIRA, P. H. F. et al. Vegetal fibers in polymeric composites: a review. **Polímeros**, v. 25, n. 1, p. 9–22, fev. 2015.

PIMENTEL, A. **Caracterização de uma Pectinase Comercial e sua Utilização no Processo de Purga na Indústria Têxtil**. [s.l: s.n.].

RAJA, A. S. M. et al. **Single bath enzymatic scouring and bleaching process for preparation of absorbent cotton** *Indian Journal of Fibre & Textile Research*. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<http://nopr.niscpr.res.in/handle/123456789/42058>>.

REIS, C. Z. et al. Bioscouring and bleaching of knitted cotton fabrics in one-step process using enzymatically generated hydrogen peroxide. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v.

95, n. 11, p. 2048–2055, 2017.

REIS, C. Z. DOS. **Bioalveamento Enzimático de Tecidos de Malha de Algodão**. Florianópolis: [s.n.]. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/171707>>.

ROSA, J. M. et al. Application of continuous H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/UV advanced oxidative process as an option to reduce the consumption of inputs, costs and environmental impacts of textile effluents. **Journal of Cleaner Production**, v. 246, 2020.

ROSA, J. M. et al. Reactive Blue 21 Exhaustion Degree Investigated Using the Surface Response Methodology as an Auxiliary Tool in Cotton Dyeing. **Journal of Natural Fibers**, v. 18, n. 4, p. 520–530, 2021.

SALEM, V. **Tingimento Têxtil Fibras, Conceitos e Tecnologia**. [s.l: s.n.].

SHAHBANDEH, M. **Principais Países Produtores de Algodão em Todo o Mundo em 2021/2022**. Disponível em: <<https://www.statista.com/statistics/263055/cotton-production-worldwide-by-top-countries>>.

SILVA, L. G. DE M. **Biopurga de Malha de Algodão Utilizando Processo Enzimático com Associação de Enzimas**. [s.l: s.n.].

TZANOV, T. et al. Bio-preparation of cotton fabrics. **Enzyme and Microbial Technology**, v. 29, n. 6–7, p. 357–362, 2001a.

TZANOV, T. et al. Bio-preparation of cotton fabrics. v. 29, p. 357–362, 2001b.

TZANOV, T. et al. Hydrogen peroxide generation with immobilized glucose oxidase for textile bleaching. **Journal of Biotechnology**, v. 93, n. 1, p. 87–94, 2002.

UDHAYAMARTHANDAN, S.; SRINIVASAN, J. Integrated enzymatic and chemical treatment for single-stage preparation of cotton fabrics. **Textile Research Journal**, v. 89, n. 19–20, p. 3937–3948, 2019.

VITOLO, M. Decomposition of hydrogen peroxide by catalase [11]. **Nature**, v. 10, n. 8, p. 47–56, 2021.

WAKELYN, P. J.; BERTONIERE, N. R.; FRENCH, A. D.; THIBODEAUX, D. P. .; TRIPLETT, B. A.; ROUSSELLE, M.-A.; JR., W. R. G.; EDWARDS, J. V.; HUNTER, L. .; MCALISTER, D. D.; GAMBLE, G. R. C. **Cotton Fiber Chemistry and Technology**. [s.l: s.n.].

WANG, H. **Science and Processing Technology**. [s.l: s.n.].

WANG, Q. et al. **Influence of combined enzymatic treatment on one-bath scouring of cotton knitted fabrics**. **Biocatalysis and Biotransformation**, 2007a.

WANG, Q. et al. Optimizing bioscouring condition of cotton knitted fabrics with an alkaline pectinase from *Bacillus subtilis* WSHB04-02 by using response surface methodology. **Biochemical Engineering Journal**, v. 34, n. 2, p. 107–113, maio 2007b.

WILSON, R. Glucose oxidase : An ideal enzyme Review article Glucose oxidase. **Biosensors t Biwleccronia**, v. 5663, n. November, p. 165–185, 2016.

WITT, S. et al. Conserved arginine-516 of *Penicillium amagasakiense* glucose oxidase is essential for the efficient binding of  $\beta$ -o-glucose. **Biochemical Journal**, v. 347, n. 2, p. 553–559, 2000.

XIAOKANG, Z.; HAITAO, R.; JIANYONG, L. Effects of different scouring methods on the catalytic efficiency of pectinase for cotton knitted fabrics. 2019.

ZARPELON, L. DE M. Caracterização Mecânica de Tecido Não-tecido (TNT) a Base de Polipropileno Exposto a Estágios de Saturação de Água. v. 3, n. March, p. 6, 2021.

ZHOU, J. et al. Textile Fiber Identification Using Near-Infrared Spectroscopy and Pattern Recognition. **Autex Research Journal**, v. 19, n. 2, p. 201–209, 1 jun. 2019.

ZOHDI, N. K.; AMID, M. Optimization of extraction of novel pectinase enzyme discovered in red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel. **Molecules**, v. 18, n. 11, p. 14366–14380, 2013.