



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

Isadora Bertini Martins Francisco

Avaliação do potencial tintorial do extrato de urucum em tecidos de viscose e poliamida tratados com alúmen e leite de soja como mordentes

Blumenau

2024

Isadora Bertini Martins Francisco

Avaliação do potencial tintorial do extrato de urucum em tecidos de viscose e poliamida tratados com alúmen e leite de soja como mordente

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Têxtil.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Cátia Rosana Lange de Aguiar

Coorientador: Prof. Dr. Carlos Rafael Silva de Oliveira

Blumenau

2024

FRANCISCO, Isadora Bertini Martins

Avaliação do potencial tintorial do extrato de urucum em tecidos de viscose e poliamida tratados com alúmen e leite de soja como mordente / Isadora Bertini Martins FRANCISCO ; orientadora, Catia Rosana Lange De Aguiar, coorientador, Carlos Rafael Silva De Oliveira, 2024.

137 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil, Blumenau, 2024.

Inclui referências.

1. Engenharia Têxtil. 2. Tingimento natural. 3. leite de soja. 4. urucum. 5. Mordentes. I. De Aguiar, Catia Rosana Lange. II. De Oliveira, Carlos Rafael Silva . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil. IV. Título.

Isadora Bertini Martins Francisco

Avaliação do potencial tintorial do extrato de urucum em tecidos de viscose e poliamida tratados com alumínio e leite de soja como mordentes

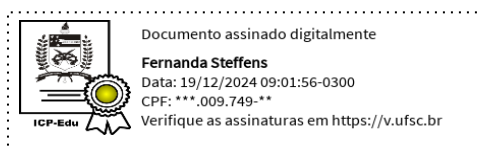
O presente trabalho em nível de Mestrado foi avaliado e aprovado, em 30 de outubro de 2024, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof.^a Andrea Cristiane Krause Bierhalz, Dr.^a
Universidade Federal de Santa Catarina

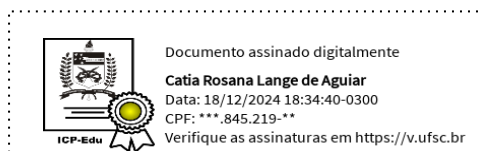
Prof. Brenno Henrique Silva Felipe, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Afonso Henrique da Silva Júnior, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

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



Coordenação do Programa de Pós-Graduação



Prof.^a Cátia Rosana Lange de Aguiar, Dr.^a
Orientadora

Blumenau, 2024.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil (PGETEX), pelo suporte acadêmico e pelas experiências únicas promovidas durante a realização deste mestrado.

À Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão de bolsa.

À minha família, sobretudo aos meus pais, pelo suporte desde sempre.

À minha estimada orientadora, Prof.^a Cátia Rosana Lange de Aguiar e meu querido coorientador, Prof. Carlos Rafael Silva de Oliveira, por toda a paciência, contribuição, orientação, incentivo e conhecimentos compartilhados. Sem vocês, essa trajetória não seria possível.

A todos os professores da UFSC, por compartilharem seus conhecimentos teóricos, experiências, e pela disponibilidade, em especial, ao professor Miguel Angelo Granato e à professora Lidiane Meier.

Ao Afonso Henrique da Silva Júnior, por tornar aulas de planejamento experimental leves e dinâmicas.

À Lissa Siqueira, Joziel Cruz, Raphael dos Santos Baraldi, Sarah Ferreira e Bruna Porto por me auxiliarem no laboratório e pelos cafés nos momentos de intervalo.

Por fim, a todos que contribuíram de alguma forma para meu desenvolvimento profissional e pessoal neste período.

“Cientistas são sempre curiosos, e eu vou ser um cientista. Sempre me pergunto ‘O que é isso?’ É alguma coisa. É impossível que seja nada!

Não sei o nome disso, então, chamo de magia.”

Frances Hodgson Burnett – O Jardim Secreto (1911)

RESUMO

Os efluentes da indústria têxtil, especialmente aqueles oriundos de processos de beneficiamento têxtil, são considerados como um dos mais poluentes da indústria em termos de volume e composição, o que contribui para a degradação do meio ambiente. Dessa forma, a busca por alternativas mais limpas e menos nocivas vem sendo cada vez mais estudadas. A semente de urucum é utilizada em diversas áreas, com elevado potencial tintorial. A soja é conhecida em diversas áreas, porém, com poucos estudos sobre seu uso como mordente para tingimento. Com isso, o presente trabalho tem como objetivo comparar o potencial tintorial do corante de extrato de semente de urucum em substratos de viscose e poliamida sob influência do mordente metálico alúmen de potássio e do mordente de leite de soja. Inicialmente, realizou-se a extração do corante de urucum em meio alcoólico, seguida da determinação da concentração do composto tintorial bixina, por meio de espectroscopia UV/Vis. Para o tingimento, foram testadas concentrações de corante a 100% s.p.m. em substratos preparados com os mordentes estudados e em substrato apenas purgado, em diferentes ajustes de pH (ácido, sem ajuste, neutro e básico) do extrato. As amostras após o tingimento foram avaliadas por colorimetria em termos de intensidade (K/S) e igualização de cor (ΔE). O alúmen de potássio, embora produza amostras com elevada intensidade colorística, apresentou os piores resultados em termos de igualização, sendo inviável industrialmente. A partir desse refinamento dos resultados, foram feitas análises de solidez à lavagem para alteração e transferência de cor para as amostras sem mordente e para as mordentadas com leite de soja. Os melhores resultados obtidos, considerando igualização e solidez a lavagem para alteração de cor, foram encontrados no tingimento de viscose com extrato em pH neutro, sem uso de mordente ($K/S=10,19\pm0,95$, $\Delta E=0,73$ e nota 5 para alteração de cor) e no tingimento de poliamida com o extrato em pH alcalino com pré-tratamento de mordente de leite de soja ($K/S=39,29\pm1,33$, $\Delta E=0,77$ e nota 5 para alteração de cor). A partir disso, foram conduzidos análises de cinética de tingimento, isotermas de adsorção, MEV, FTIR, solidez à fricção e uma breve caracterização do efluente final desses dois tingimentos. Diante dessas caracterizações e análises, foi determinado que um tingimento feito a partir de matérias-primas naturais produz resultados muito satisfatórios em termos de intensidade, igualização e solidez de cor quando é associado a um mordente adequado, embora ainda demande de algum tratamento do efluente final.

Palavras-chave: urucum; leite de soja; alúmen de potássio; viscose; poliamida.

ABSTRACT

Effluents from the textile industry, especially those originating from textile processing processes, are considered one of the most polluting in the industry in terms of volume and composition, which contributes to environmental degradation. Therefore, the search for cleaner alternatives is being increasingly studied. Annatto seed is used in several areas, with high dye potential. Soybean is known in several areas, however, there are few studies on its use as a natural mordant. Therefore, the present work aims to compare the dyeing potential of annatto seed extract dye on viscose and polyamide under the influence of potassium alum mordant and the soy milk mordant. Firstly, the annatto dye was extracted with ethyl alcohol, followed by the determination of the concentration of the dye compound bixin, using UV/Vis spectroscopy. For the dyeing process, dye concentrations of 100% o.w.f. were tested on substrates prepared with mordants and on substrates that were just purged. Also, was tested the annatto extract dye at different pH adjustments (acidic, unadjusted, neutral and basic). The samples after dyeing were evaluated by colorimetry in terms of intensity (K/S) and color equalization (ΔE). Potassium alum, although it produces samples with high coloristic intensity, presented the worst results in terms of equalization, being industrially unviable. From this refinement of the results, wash fastness analyzes were carried out for color change and color transfer for samples without mordants and for those mordanted with soy milk. The best results obtained, considering equalization and fastness to washing for color change, were found in dyeing viscose with extract at neutral pH, without using mordant ($K/S=10.19\pm0.95$, $\Delta E=0.73$ and grade 5 for color change) and in dyeing polyamide with the extract at alkaline pH with pre-treatment of soy milk mordant ($K/S=39.29\pm1.33$, $\Delta E=0.77$ and score 5 for color change). From this, analyzes of dyeing kinetics, adsorption isotherms, SEM, FTIR, rubbing fastness and a brief characterization of the final effluent of these two dyes were conducted. In view of these characterizations and analyses, it was determined that dyeing made from natural raw materials produces very satisfactory results in terms of intensity, equalization and color fastness when associated with a suitable mordant, although it still requires some treatment of the final effluent.

Keywords: annatto seed; soy milk; alum; viscose; polyamide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Classificação das fibras têxteis	22
Figura 2 – Fórmula estrutural da celulose regenerada (viscose).....	23
Figura 3 – Seção longitudinal e transversal da viscose.....	24
Figura 4 - Fórmulas estruturais da poliamida 6 e 6.6	25
Figura 5 – Mecanismo de tingimento	28
Figura 6 – Etapas do tingimento.....	29
Figura 7 – Curva de esgotamento do tingimento.....	30
Figura 8 – Classificação das isotermas segundo Giles <i>et al.</i>	34
Figura 9 – Curva da Isoterma de Langmuir	35
Figura 10 – Curva da Isoterma de Freundlich	36
Figura 11 – Urucum como a) arbusto, b) variedade de frutos c) fruto e, d) e e), como sementes.....	42
Figura 12 – Fórmulas estruturais da Z-bixina, E-bixina e norbixina.....	43
Figura 13 – Espaço tridimensional de cores do sistema CIELAB.....	50
Figura 14 – Fluxograma indicativo das etapas do estudo	60
Figura 15 –Curva de tingimento para PA e CV utilizando urucum	64
Figura 16 – Banhos de tingimento em pH básico, neutro e ácido	65
Figura 17 – Pontos medidos no espectro para análise colorística	66
Figura 18 – Tecido multifibras antes de ser cortado e costurado nos corpos de prova para o teste de solidez à lavagem.....	69
Figura 19 – Gráfico dos valores observados em função dos resíduos para o modelo 1 (a) e o modelo 2 (b).....	74
Figura 20 – Gráfico dos valores observados e valores preditos.....	76
Figura 21 – Superfície de resposta para o tingimento em poliamida mais igualizado com mordente de leite de soja com região ótima indicada.....	76
Figura 22 – Gráfico dos valores observados em função dos resíduos para o modelo 1 (a) e o modelo 2 (b).....	78
Figura 23 – Curva normal do modelo 1	78
Figura 24 - Curva mostrando os valores observados e preditos	80
Figura 25 – Superfície de resposta para o tingimento de poliamida com maior intensidade de cor com mordente de leite de soja com região ótima indicada	81

Figura 26 – Tecidos de viscose tintos sem adição de mordente (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)	83
Figura 27 – Tecidos de viscose tintos e pré-tratados com mordente de alúmen de potássio (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)	84
Figura 28 – Tecidos de viscose tintos e pré-tratados com mordente de leite de soja (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH alcalino (12).....	85
Figura 29 – Tecidos de poliamida tintos sem uso de mordente nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12).....	88
Figura 30 – Tecidos de poliamida tintos e com uso de mordente alúmen de potássio nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH alcalino (12).....	89
Figura 31 – Tecidos de poliamida tintos e com uso de mordente leite de soja nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12).....	90
Figura 32 – Efeito do tempo de contato na adsorção de bixina no substrato de viscose sem adição de mordente e extrato em pH neutro	100
Figura 33 – Linearização dos modelos de pseudo-primeira ordem (a) e pseudo-segunda ordem (b) para viscose	101
Figura 34 – Comparativo entre os valores experimentais e calculados pela cinética de pseudo-segunda ordem para a viscose	101
Figura 35 – Efeito do tempo de contato na adsorção de bixina no substrato de poliamida com mordente de leite de soja e extrato em pH alcalino.....	102
Figura 36 – Linearização dos modelos de pseudo-primeira ordem (a) e pseudo-segunda ordem (b) para poliamida.....	102
Figura 37 – Comparativo entre os valores experimentais e calculados pela cinética de pseudo-primeira ordem para a poliamida	103
Figura 38 – Concentração média de bixina no banho de tingimento (a) e concentração média de bixina na fibra para o tingimento de viscose (b)	104
Figura 39 – Concentração média de bixina no banho de tingimento (a) e concentração média de bixina na fibra para o tingimento de poliamida (b)	105

Figura 40 - Isoterma de Langmuir para a viscose sem mordente e com extrato em pH neutro	107
Figura 41 - Isoterma de Freundlich para a viscose sem mordente e com extrato em pH neutro	107
Figura 42 - Isoterma de Langmuir para a poliamida com mordente de leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico	108
Figura 43 - Isoterma de Freundlich para a poliamida com mordente de leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico	108
Figura 44 – Isoterma de tingimento da viscose	109
Figura 45 – Isoterma de tingimento da poliamida.....	110
Figura 46 - Análise FTIR para a viscose purgada e tinta, com a fórmula estrutural do monômero da celulose regenerada	112
Figura 47 - Análise FTIR para a poliamida apenas purgada, mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH alcalino, e fórmula estrutural da PA	113
Figura 48 - Resultado da análise FTIR para o extrato alcóolico de sementes de urucum	114
Figura 49 - Resultado da análise FTIR para o leite de soja	115
Figura 50 - Análise MEV para o substrato de viscose purgada sem mordente (a, b) e purgada e mordentada com leite de soja (c, d) em aumentos de 500x e 1000x	116
Figura 51 - Análise MEV para poliamida purgada sem mordente (a, b) e purgada e mordentada com leite de soja (c, d) em aumentos de 500x e 1000x	116
Figura 52 - Análise MEV para viscose com extrato de urucum em pH neutro (a, b) e poliamida pré-mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico (c, d) em aumentos de 500x e 1000x.....	117

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Classes de corantes, fibras aplicadas e características	38
Quadro 2 – Pesquisas relevantes referente aos corantes naturais e mordentes	56
Quadro 3 - Dados específicos dos substratos têxteis	58
Quadro 4 – Materiais utilizados no estudo	59
Quadro 5 – Equipamentos e <i>Software</i> utilizados.....	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Experimentos base dos ensaios de tingimento	63
Tabela 2 – Ensaios de tingimento de poliamida com extrato de sementes de urucum e mordente de leite de soja visando igualização	72
Tabela 3 – R^2 de cada modelo	73
Tabela 4 – Efeitos estimados considerando os efeitos, desvio padrão, p e limites de confiabilidade de 95%	74
Tabela 5 - Análise de variância para o modelo matemático simplificado proposto (Modelo 1).	75
Tabela 6 - Ensaios de Tingimento com Urucum para o Tecido de Poliamida.	77
Tabela 7 – Comparação entre os três modelos.....	77
Tabela 8 – Efeitos e seus respectivos parâmetros estatísticos para a avaliação de K/S das amostras tingidas.	79
Tabela 9 - Análise de variância para o modelo matemático simplificado proposto (Modelo 2).	79
Tabela 10 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, sem adição de mordente.....	82
Tabela 11 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, com adição de mordente alúmen de potássio.....	83
Tabela 12 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, com adição de mordente leite de soja.....	85
Tabela 13 – Avaliação colorística das amostras de tecido de viscose tingida com extrato de urucum em diferentes mordentes e faixas de pH	86
Tabela 14 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, sem adição de mordente	87
Tabela 15 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, com uso de mordente alúmen de potássio.....	88
Tabela 16 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, com uso de mordente leite de soja.....	89
Tabela 17 - Avaliação colorística das amostras de tecido de poliamida tingida com extrato de urucum em diferentes mordentes e faixas de pH	91

Tabela 18 - Percentual de esgotamento e massa de bixina por grama de fibra para o tingimento sem mordente	92
Tabela 19 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de alúmen de potássio.....	92
Tabela 20 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de leite de soja	93
Tabela 21 – Notas de alteração de cor para poliamida e viscose tingidas com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja.....	95
Tabela 22 – Notas de alteração de cor para poliamida e viscose tingidas com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja.....	96
Tabela 23 – Notas de solidez à lavagem para viscose tingida com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja.....	97
Tabela 24 – Notas de solidez à lavagem para poliamida tingida com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja.....	98
Tabela 25 – Notas de solidez da cor à fricção a seco dos tecidos de viscose e poliamida tingidos com o corante extraído das sementes de urucum	99
Tabela 26 – Valores obtidos no experimento de cinética para o tingimento de viscose com extrato de urucum sem mordente.....	104
Tabela 27 – Valores obtidos no experimento de cinética para o tingimento de poliamida com extrato de urucum com mordente de leite de soja	105
Tabela 28 - Comparação dos modelos cinéticos de pseudo-primeira e pseudo-segunda ordem para o tingimento de viscose e poliamida com extrato de urucum	106
Tabela 29 - Comparação para os modelos isotérmicos de Langmuir e de Freundlich nos substratos têxteis.....	109
Tabela 30 – Resultados da caracterização para o efluente do tingimento de viscose	118
Tabela 31 – Resultados da caracterização para o efluente do tingimento de poliamida	119

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AATCC	Associação Americana de Químicos e Coloristas Têxteis
Abiquim	Associação Brasileira da Indústria Química
ABIT	Associação Brasileira da Indústria Têxtil e Confecção
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
CA	Acetato
CO	Algodão
CV	Viscose
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
DQO	Demanda Química de Oxigênio
FTIR	Espectrofotometria de Infravermelho com Transformada de Fourier
K/S	Força Colorística
LABENE	Laboratório de Beneficiamento
LABMAM	Laboratório de Meio Ambiente
LCME	Laboratório Central de Microscopia Eletrônica
LANAE	Laboratório de Análises de Águas e Efluentes
LTE	Laboratório de Análise Térmica e Espectroscopia
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PA	Poliamida
PAC	Poliacrilonitrila
PES	Poliéster
RPM	Rotações por minuto
SK	Seda
SMWW	Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater
SST	Sólidos suspensos totais
ST	Sólidos totais
WO	Lã

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	19
1.1	OBJETIVOS.....	21
1.1.1	Objetivo geral	21
1.1.2	Objetivos específicos	21
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	22
2.1	FIBRAS TÊXTEIS	22
2.1.1	Fibras de viscose	23
2.1.2	Fibras de poliamida	25
2.2	BENEFICIAMENTO TÊXTIL	26
2.2.1	Tingimento por esgotamento.....	27
2.2.2	Tingimento por impregnação.....	29
2.3	TERMODINÂMICA DOS PROCESSOS DE TINGIMENTO	29
2.3.1	Fase cinética.....	30
2.3.2	Equilíbrio de tingimento	32
2.3.3	Fase termodinâmica	33
2.3.3.1	<i>Isoterma de Langmuir</i>	<i>34</i>
2.3.3.2	<i>Isoterma de Freundlich</i>	<i>36</i>
2.4	CORANTES TÊXTEIS	37
2.4.1	Definição e classificação.....	37
2.4.2	Corantes naturais.....	40
2.5	URUCUM	41
2.6	MORDENTES	44
2.6.1	Mordentes metálicos	45
2.6.2	Mordente de leite de soja	47
2.7	COLORIMETRIA.....	49
2.8	PARÂMETROS UTILIZADOS NA ANÁLISE DE EFLUENTES TÊXTEIS ...	50
2.9	ESTUDOS SOBRE A APLICAÇÃO DE CORANTES NATURAIS EM SUBSTRATOS TÊXTEIS	52
3	MATERIAIS E MÉTODOS	58
3.1	MATERIAIS.....	58
3.1.1	Substratos têxteis	58

3.1.2	Reagentes e equipamentos.....	58
3.2	MÉTODOS.....	60
3.2.1	Extração de bixina e norbixina	61
3.2.2	Curva de calibração de bixina.....	61
3.2.3	Processo de purga dos substratos têxteis	62
3.2.4	Preparo do mordente de leite de soja	62
3.2.5	Aplicação dos mordentes nos substratos têxteis.....	62
3.2.5.1	<i>Aplicação do mordente leite de soja</i>	<i>62</i>
3.2.5.2	<i>Planejamento experimental para a aplicação do mordente de leite de soja sobre o tecido de poliamida.....</i>	<i>63</i>
3.2.5.3	<i>Aplicação do mordente de alúmen de potássio</i>	<i>63</i>
3.2.6	Tingimento por esgotamento.....	64
3.2.7	Caracterização dos substratos tingidos	65
3.2.7.1	<i>Intensidade e igualização de cor por meio da avaliação da força colorística</i>	<i>65</i>
3.2.7.2	<i>Espectroscopia no Infravermelho por Transferência de Fourier (FTIR)</i>	<i>67</i>
3.2.7.3	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	<i>68</i>
3.2.7.4	<i>Determinação da solidez de cor à lavagem</i>	<i>68</i>
3.2.7.5	<i>Determinação da solidez à fricção</i>	<i>70</i>
3.2.8	Cinética dos tingimentos	70
3.2.9	Isoterma de tingimento.....	71
3.2.10	Caracterização do efluente gerado.....	71
4	RESULTADOS	72
4.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA MORDENTAGEM COM LEITE DE SOJA NA POLIAMIDA.....	72
4.2	AVALIAÇÃO DA INTENSIDADE E IGUALIZAÇÃO DE COR POR MEIO DA AVALIAÇÃO DA FORÇA COLORÍSTICA	81
4.2.1	Tingimento das amostras de viscose	81
4.2.2	Tingimento das amostras de poliamida	86
4.3	ANÁLISE DO TINGIMENTO COM EXTRATO DE URUCUM	91
4.4	TESTES DE SOLIDEZ A LAVAGEM	94
4.4.1	Avaliação da solidez das amostras quanto à alteração da cor.....	94
4.4.2	Avaliação da solidez das amostras quanto à transferência da cor	96
4.5	SOLIDEZ A FRICÇÃO	99

4.6	CINÉTICA DE ADSORÇÃO	100
4.7	ISOTERMAS DE ADSORÇÃO.....	107
4.8	CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	111
4.9	CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	115
4.10	CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE FINAL DO TINGIMENTO	118
5	CONCLUSÕES.....	120
	REFERÊNCIAS	122
	APÊNDICE A – CURVA DE CALIBRAÇÃO DE BIXINA	133
	ANEXO A – RELATÓRIO ANÁLISE DE EFLUENTES PARA TINGIMENTO DE VISCOSE	134
	ANEXO A – RELATÓRIO ANÁLISE DE EFLUENTES PARA TINGIMENTO DE POLIAMIDA	136

1 INTRODUÇÃO

Na indústria têxtil são usados diversos corantes sintéticos, os quais também podem ter aplicação na indústria farmacêutica, de cosméticos, de plásticos, de couros, fotográfica, automobilística, de papel e alimentícia. Esses compostos sintéticos são utilizados amplamente desde 1856, após a síntese do primeiro corante artificial por William Perkin, na Inglaterra, porém, são considerados perigosos devido à sua alta toxicidade e baixa taxa de degradabilidade (Zanoni e Yamanaka, 2016).

Os efluentes da indústria têxtil são apontados como os um dos mais poluentes da indústria em termos de volume e composição de efluentes (Lopez *et al.*, 2006). Além do efeito visual e no impacto da Demanda Química de Oxigênio (DQO) de corpos d'água, muitos corantes são tóxicos, mutagênicos e carcinogênicos. Estudos indicam que a presença de metais pesados e compostos nitrogenados (azo) usados na síntese e produção de alguns corantes são os principais responsáveis por efeitos nocivos ao meio ambiente (Salem, 2010). Ademais, o fato de os efluentes têxteis conterem outros componentes, como surfactantes, dispersantes, mordentes, dentre outros aditivos o tornam ainda mais poluente (Peixoto *et al.*, 2013).

A composição dos efluentes varia de acordo com a sua origem. Muitas das substâncias empregadas nos banhos de tingimento apresentam elevadas quantidades de álcalis e alta concentração de cloreto de sódio, o que pode provocar desequilíbrios em ecossistemas aquáticos em decorrência da mudança de pH e salinidade das águas caso não seja efetuado o tratamento adequado (Balamurugan *et al.*, 2011).

O beneficiamento têxtil convencional, sem o devido tratamento, gera poluentes sólidos, gasosos e líquidos, no entanto, são esses últimos que ocasionam a maior contaminação ambiental. Efluentes líquidos oriundos da indústria têxtil geralmente são tóxicos e não biodegradáveis, o que se deve ao uso de corantes e químicos auxiliares, por vezes de estruturas químicas complexas (Ledakowicz e Gonera, 1999).

O uso predominante dos corantes sintéticos ao invés dos corantes naturais é justificado por diversos fatores, tais como menor custo de produção, maior variedade de cores e tonalidades, controle da fidelidade da cor e pela melhor solidez (Zanoni e Yamanaka, 2016). Embora o Brasil produza grandes quantidades de corantes, o

mercado nacional não é autossuficiente, isto promove elevada demanda por importações de corantes (ABIT, 2023).

A moda atual tem permeado novos caminhos do consumo a produção, devido ao novo perfil de consumidores que buscam por priorizar o uso consciente de recursos naturais e a preservação do meio ambiente. Dessa forma, o uso de corantes naturais pode ser uma oportunidade para tornar a cadeia têxtil mais sustentável, visando diminuir o uso de corantes tóxicos e seus efluentes, uma vez que utiliza colorantes produzidos a partir de caules, folhas, sementes e frutos de plantas biodegradáveis e, portanto, não poluentes (Balan, 2017).

Os corantes naturais podem ser classificados de várias maneiras, a depender de sua tonalidade, sua fonte de obtenção, suas estruturas químicas e suas aplicações (Shahid-ul-Islam *et al.*, 2019; Yusuf *et al.*, 2017). Tais corantes podem ser considerados menos nocivos em comparação aos sintéticos, contudo, devido à sua menor substantividade às fibras, durabilidade e menor gama de tonalidades, necessita-se de avanços na forma como esses corantes são aplicados para a coloração e acabamento de materiais têxteis. Tais desvantagens dos corantes naturais podem ser minimizadas com o uso de mordentes apropriados (Shabbir *et al.*, 2016).

Idealmente, um mordente deve promover o rendimento da cor sem afetar negativamente as propriedades físicas da fibra ou de solidez dos corantes assim como não deve causar efeitos nocivos tanto durante o processo quanto durante o uso do material têxtil tingido (Samanta & Konar, 2011). Mordentes metálicos em geral, com exceção do alumínio de potássio e os a base de ferro, são considerados tóxicos, portanto, seu uso demanda cuidados para não ultrapassar os limites ecotoxicológicos (Vankar, 2007).

O extrato líquido oriundo das sementes de soja, popularmente conhecido como “leite de soja” apresenta cerca de 40% de proteínas, sendo as mais abundantes as proteínas de reserva glicinina e β -conglucina (Hill & Breidenbach, 1974). As proteínas da soja podem servir como ponte entre a fibra celulósica e o corante natural, produzindo uma maior intensidade de cor (Zhang, 2022). O leite de soja, como mordente natural no processo de tingimento, conferiu uma maior solidez da cor e absorção do corante em tecidos de seda, fibra proteica composta de aminoácidos (Balakrishnan, 2024).

Pesquisas na base de dados Scopus (Elsevier), utilizando as palavras-chave “*natural dyes*”, retornaram que no período de 1902 até janeiro de 2014, a plataforma continha 9959 resultados. Já abrangendo esse período até setembro de 2024, os resultados são de 25414 documentos. Isso significa um aumento de 155,2% na quantidade de documentos científicos que tratam de corantes naturais em têxteis na última década. Já a busca por mordentes naturais, utilizando as palavras-chave “*natural mordants*”, teve um aumento de 126% nos últimos 10 anos, uma vez que de 1954 a 2014 havia apenas 860 documentos e na década seguinte os resultados dispararam a 1946. Diante disso, buscar novas matérias-primas para o tingimento de substratos têxteis, com características menos nocivas ao meio ambiente, foi um motivador deste trabalho.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Aplicar o corante natural extraído de sementes de urucum para tingir malhas de viscose e poliamida pré mordentadas com alúmen de potássio e leite de soja, obtendo uma alternativa sustentável de tingimento.

1.1.2 Objetivos específicos

- a) Avaliar o comportamento dos mordentes alúmen de potássio e leite de soja em diferentes condições de pH de tingimento;
- b) Investigar o potencial de tingimento dos substratos de viscose e poliamida com extrato de urucum pelo método de esgotamento;
- c) Determinar a concentração de bixina no banho de tingimento;
- d) Estudar o comportamento de tingimento com o pigmento de urucum empregando modelos matemáticos de cinética e isothermas de adsorção;
- e) Avaliar os níveis de pH, DBO, DQO, alumínio, sólidos sedimentáveis e suspensos e a presença de óleos e graxas no efluente gerado no tingimento;
- f) Identificar a morfologia e os grupos funcionais presentes no substrato após o tingimento com extrato de sementes de urucum por meio de caracterizações;
- g) Verificar a solidez à lavagem e à fricção das amostras tingidas.

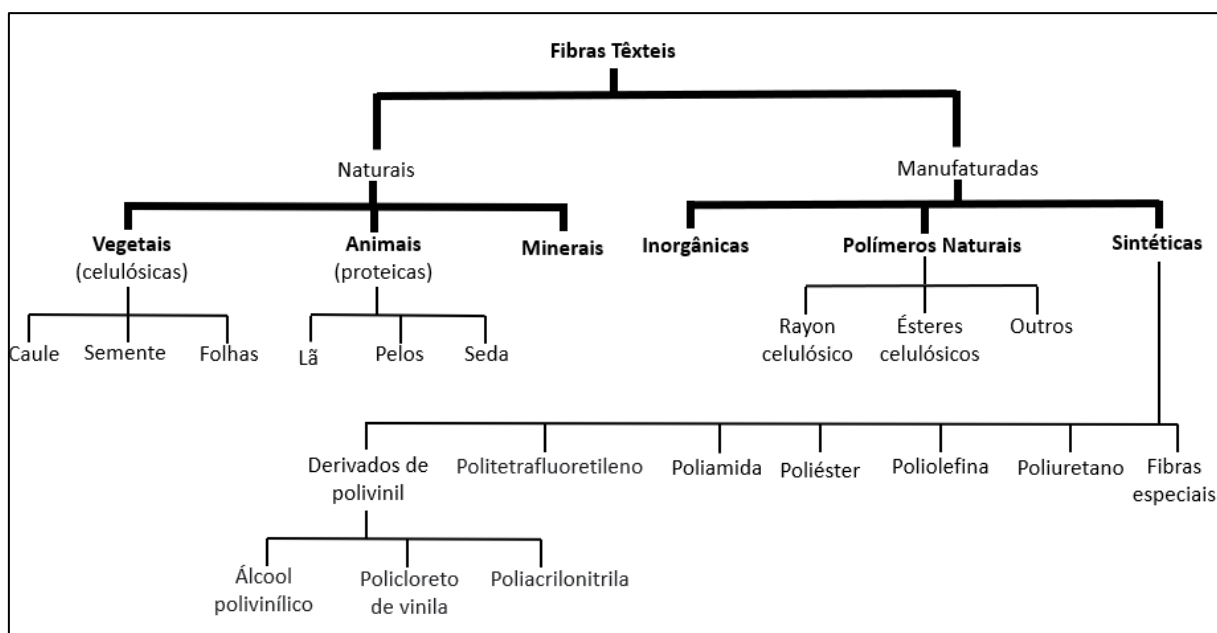
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 FIBRAS TÊXTEIS

De acordo com a Portaria Inmetro nº 118, de 11 de março de 2021, em seu capítulo III, da Denominação das Fibras Têxteis e dos Filamentos Têxteis, define-se fibra têxtil como qualquer matéria originária de vegetais, minerais, animais, bem como materiais de origem artificial e sintética que, devido a relação entre o comprimento e diâmetro, juntamente com as características de resistência, tenacidade, elasticidade, flexibilidade, finura e suavidade, podem ser aplicadas em áreas têxteis (Brasil, 2021).

A classificação das fibras têxteis se dá de diferentes formas, porém, cabe separá-las em dois grupos: naturais e manufaturadas. Dentro desses grupos, pode-se separá-las de acordo com as suas características químicas (Mather e Wardman, 2011). A classificação pode ser observada na Figura 1.

Figura 1 – Classificação das fibras têxteis



Fonte: adaptado de Mather e Wardman (2011)

Dentre os polímeros naturais manufaturados, a Viscose, o Modal e o Lyocell são exemplos de Rayon celulósico (Mather e Wardman, 2011). O que diferencia um polímero natural de um polímero sintético é que o primeiro é originado de uma matéria-prima natural, entretanto, ambos requerem o uso de produtos químicos para sua produção (Murthy, 2016). Já o segundo, é oriundo de uma matéria-prima totalmente

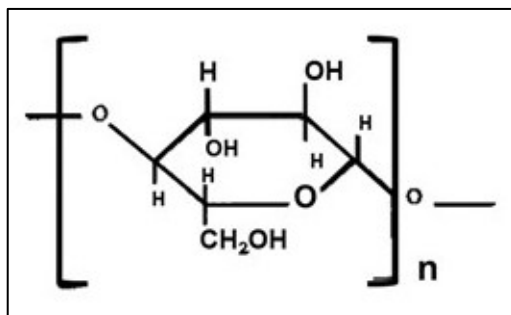
sintética, oriunda do petróleo, e processadas por meio de polimerização e transformada em filamentos na sequência (Romero *et al.*, 1995).

2.1.1 Fibras de viscose

A viscose (Cotton Viscose - CV) é uma fibra de celulose regenerada criada no início da década de 1890 por Charles Cross, Edward Bevan e Clayton Beadle, na Inglaterra. Obtida a partir de uma solução viscosa, daí a origem de seu nome, mediante o tratamento químico da celulose. Como toda fibra regenerada de celulose, a viscose advém de vegetais não fibrosos (madeiras, resíduos de algodão, bambu, dentre outros) (Chen, 2015).

Tendo em vista que a viscose é composta essencialmente de celulose, ao entrar em contato com a água, esta fibra produzirá uma carga negativa devido à ionização de grupos hidroxila presentes em sua cadeia molecular (Acharya *et al.*, 2014). A Figura 2 ilustra a fórmula estrutural do polímero da celulose regenerada, o qual compõe a fibra de viscose.

Figura 2 – Fórmula estrutural da celulose regenerada (viscose)



Fonte: Adaptado de Alcântara e Daltin (1996)

Dentre as suas propriedades, é importante ressaltar seu comprimento ilimitado, brilho opaco a brilhoso, alongamento de 15%, regain de 12 a 14%, baixa resistência à álcalis e ácidos, perda de resistência quando exposta a raios ultravioletas (UV), sensível a fungos quando molhada, encolhe e amarrota com facilidade e sua seção transversal pode ser controlada durante a produção (Immich *et al.*, 2022).

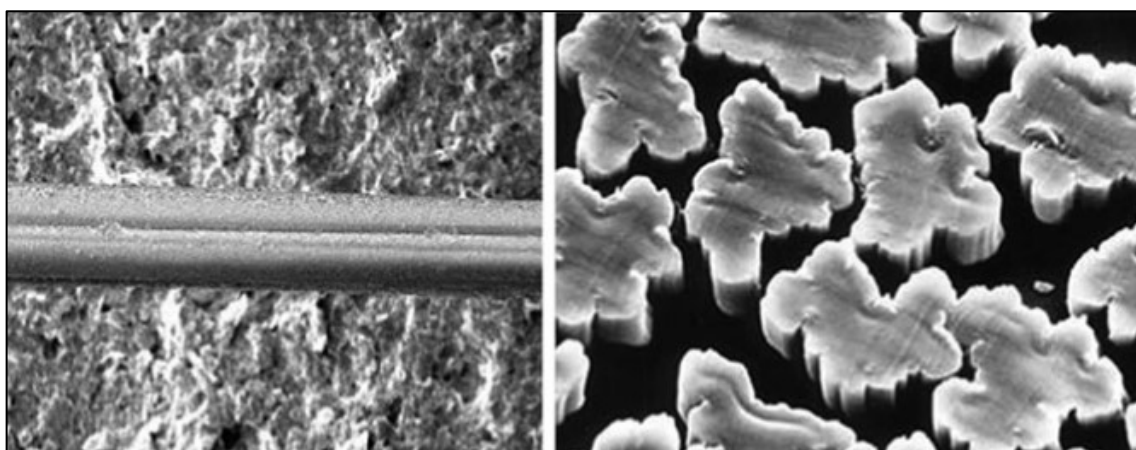
Em termos de impactos ambientais, embora seja de uma fonte renovável, o uso de produtos como soda cáustica, dissulfeto de carbono, ácido sulfúrico, dentre outros durante o processo de fiação são preocupantes. Porém, por meio da reciclagem e reutilização do dissulfeto de carbono e conversão em ácido sulfúrico, a principal

preocupação de sustentabilidade existente para a viscose é o elevado consumo de energia e o uso de combustíveis fósseis na sua produção (Rana *et al.*, 2014).

A viscose, também conhecida como Rayon viscose, tem ampla utilização em segmentos diversos, como de vestuário, lingerie, têxteis para lar como cortinas, cobertores e na indústria em cintos, cordas, fitas etc. Toda essa diversidade advém de sua utilização como pura ou na forma mista de fibras como o elastano (ou *spandex*), poliéster, linho, entre outras (Pezzolo, 2013).

Na Figura 3, observa-se o comprimento longitudinal e a seção transversal, respectivamente, da fibra de viscose, por meio de microscopia eletrônica.

Figura 3 – Seção longitudinal e transversal da viscose



Fonte: Rana *et al.* (2014)

As estrias formadas ao longo da fibra decorrem do seu processo de obtenção, uma vez que a regeneração da celulose ocorre em velocidades diferentes nas camadas da fibra. Por conta do efeito do alinhamento das fieiras, as moléculas de celulose se arranjam deixando o centro levemente encolhido e assim formando essa configuração estriada na superfície longitudinal (Mather e Wardman, 2011).

Sendo a viscose uma fibra celulósica, pode-se efetuar seu tingimento com corantes diretos, reativos e sulfurosos. Essas fibras, em imersão de água, adquirem um caráter aniônico, repelindo assim os íons negativos da molécula de corante (Salem, 2010). A carga negativa acaba por repelir algumas classes de corantes utilizadas no tingimento do algodão, como os corantes diretos e reativos, uma vez que são aniônicos quando dissolvidos em água. Para contornar esta situação, são adicionados eletrólitos (como sulfato ou cloreto de sódio ou álcali) (Acharya *et al.*, 2014).

2.1.2 Fibras de poliamida

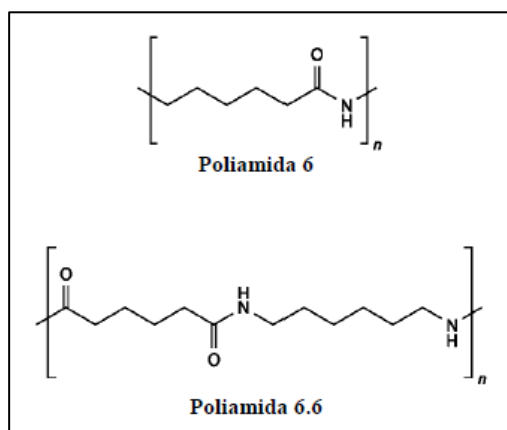
A Poliamida (PA) é formada por macromoléculas lineares, com repetição do grupo amida (-NH-CO-) na cadeia carbônica, geralmente alifática. Caso possua uma cadeia aromática, passa a ser chamada de aramida, e apresenta propriedades particulares (Mather e Wardman, 2011).

Há diferentes tipos de poliamida, classificados como: PA 6, PA 12, PA 11 e PA 6.6, as quais possuem diferentes densidades, resistências e higroscopicidade, porém, todas essas variações possuem bom alongamento e elasticidade, baixa resistência à ácidos, resistência moderada à álcalis, baixa resistência à luz solar e controle sob a sua seção transversal durante a produção. Seus usos estão em artigos de vestuário e aplicações industriais, desde o segmento automotivo até de eletrodomésticos, paraquedas, redes e guarda-chuvas, embora as poliamidas do tipo 6 e 6.6 sejam as mais usadas na área têxtil, em geral. A PA do tipo 6.6 é o comumente conhecido como *Nylon* (Immich *et al.*, 2022; FCEM, 2019).

Esses dois tipos de poliamidas classificados como isômeros, o que confere a essas a mesma fórmula molecular, mas com arranjos espaciais distintos, resultando em propriedades diferenciadas. Enquanto a poliamida 6 é polimerizada a partir de um aminoácido (ácido ϵ -aminocapróico ou caprolactama), a poliamida 6.6 é originada da reação entre uma diamina (hexametilenodiamina) e um diácido (ácido adípico). Os números em sua nomenclatura advêm da quantidade de átomos de carbono presentes no aminoácido, para a PA 6 ou diamina e diácido (para a PA 6.6), os quais compõe a cadeia molecular original (Brites, 2010).

As fórmulas estruturais das poliamidas 6 e 6.6 podem ser observadas na Figura 4.

Figura 4 - Fórmulas estruturais da poliamida 6 e 6.6



Fonte: Salem (2010)

Apesar de ser uma fibra sintética, a poliamida se assemelha às fibras naturais em termos de características. Por ter um toque semelhante ao do algodão, acaba tendo destaque para usos no vestuário, especialmente para roupas íntimas (FCEM, 2019). Este uso pode ser justificado pelo fato deste polímero ser altamente higroscópico devido à presença de grupos oxigenados (carbonila e hidroxila) em sua cadeia polimérica, o que favorece a permeabilidade de moléculas de água entre as cadeias. Em geral, os produtos têxteis não são compostos de 100% de PA, ocorre uma mistura de elastano (também conhecido como Spandex) para conferir maior durabilidade e resistência. Difere-se principalmente do poliéster em relação às características físicas, pois este geralmente é mais grosso, firme, e sem muita elasticidade (Kondo *et al.*, 2022; Mather e Wardman, 2011).

O caráter iônico da fibra de poliamida é catiônico, ou seja, essa fibra terá maior afinidade com corantes ácidos, complexos metálicos e cromo. Para que seja efetuado o seu tingimento, é necessário que os grupos aminos terminais estejam em quantidade e distribuição favorável para a ocupação dos grupos ligantes do corante (Salem, 2010).

Como a maioria das fibras sintéticas, este polímero apresenta regiões amorfas e cristalinas, além de fases intermediárias que são dependentes da estrutura química do tipo e das condições de processo em que a poliamida em questão foi fabricada. Para o *Nylon* 6.6 a cristalização ocorre mais rapidamente após a extrusão do que a poliamida 6, sendo assim, este último apresenta mais estruturas abertas (Mather e Wardman, 2011).

As fibras de *Nylon* podem ser recicladas por fusão e remoldagem, transformando-as em novas fibras de comprimento e resistência apropriados. Os resíduos podem ser aplicados em tapetes e redes de pesca. Também pode ser feita a reciclagem química, em que a PA 6 é despolimerizada para recuperar seu monômero, a caprolactama. Este processo não é mais caro do que a produção de uma caprolactama virgem, e muito mais ecológica (Harmsen, *et al.*, 2021).

2.2 BENEFICIAMENTO TÊXTIL

O beneficiamento têxtil é uma etapa da cadeia de produção têxtil que abrange processos empregados em substratos têxteis crus, em materiais brancos ou tingidos, estampados e acabados, visando alterar o toque, a cor, a resistência, a capacidade de absorção de água, dentre outras características (Ramos *et al.*, 2020).

Pode ser dividida em três grandes grupos: primário, secundário e terciário. Esses grupos possuem conexões entre si e outros subgrupos, dependendo da natureza e propósito do artigo têxtil (De Aguiar *et al.*, 2022).

No beneficiamento primário é onde ocorrem os processos de preparação do substrato têxtil, ou seja, a remoção de impurezas remanescentes no substrato por processos mecânicos, físicos, químicos, bioquímicos e físico-químicos, tais como escovagem, chamuscagem, desengomagem, mercerização, purga, pré-alveamento e alveamento (Vigo, 1994).

O beneficiamento secundário corresponde a etapa de tingimento e estamparia, conferindo cor distinta da original, por meio de corantes, pigmentos e auxiliares como mordentes, dispersantes e igualizantes. Aqui são utilizados, além de produtos químicos, equipamentos necessários para o tipo de tingimento ou estampagem desejado, tais como Foulard para tingimento contínuo, cilindros rotativos para estamparia, dentre outros (De Aguiar *et al.*, 2022; Salem, 2010).

Já o beneficiamento terciário contempla as operações de acabamento das características, tanto funcionais quanto estéticas, após a coloração. Estas operações podem ser físicas, químicas, biológicas, e/ou tecnológicas como calandragem (aumento de brilho, relevo etc.), flanelagem (efeito felpudo), amaciamento, biopolimento (por meio de enzimas), tratamentos com plasma para acabamentos antimicrobianos, antiestáticos, antichama e outros (Alcântara e Daltin, 1996; De Aguiar *et al.*, 2022).

2.2.1 Tingimento por esgotamento

Tingimento pode ser definido como o processo de interação do substrato têxtil com a substância que produz uma percepção de cor sob a influência de luz. Essa interação é influenciada por fatores físico-químicos, conta a estrutura química do corante e da fibra, de como estão dispostas as moléculas e onde e como estão orientadas as regiões amorfas e cristalinas. São essas regiões amorfas da fibra que irão ser responsáveis por adsorver o corante para que daí toda a substância corada seja difundida pelas demais regiões, menos acessíveis. É importante ressaltar que para que seja possível essa adsorção, primeiro deve-se aproximar, por polaridade da molécula, o corante da fibra (Salem, 2010).

O tingimento, geralmente, é feito em meios aquosos, podendo ser feito por dois métodos: esgotamento e sistema contínuo. No esgotamento, o corante se desloca do

banho para a fibra pelo movimento do líquido e do substrato, sendo o banho de tingimento mais volumoso que o peso do substrato. Já no sistema contínuo, a solução de corante é aplicada por impregnação sobre o substrato e espremida mecanicamente (foulardagem). Uma boa equalização do tingimento neste método depende diretamente das instalações e configurações mecânicas do maquinário (Piccoli, 2008).

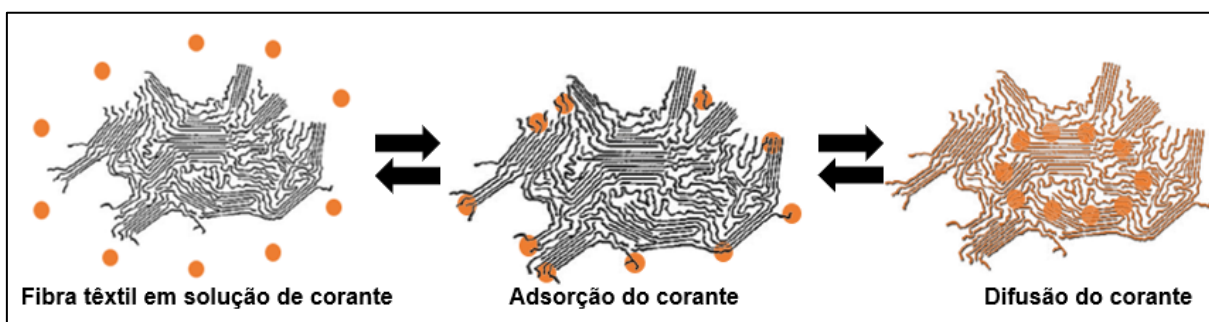
O tingimento por esgotamento tem seu processo dividido por etapas. Antes da interação entre o corante e o substrato, o corante é dissolvido ou disperso e então difundido no banho. A aproximação do corante da superfície da fibra ocorre devido à movimentação do banho de tingimento pelo substrato, ou movendo o substrato no banho, ou ambos (Salem, 2010; Aspland, 1998).

Após esse contato com a fibra, ocorre a adsorção do corante pelas zonas amorfas da fibra. A adsorção consiste em um material sólido adsorvente concentrar em sua superfície determinadas substâncias existentes em soluções líquidas, essa união pode ser tão forte de modo a apresentar características de uma reação química, entretanto, em caso de ligações fracas, o processo pode ser invertido com facilidade, liberando a substância adsorvida (Gomide, 1991 *apud* Giacomini, 2014).

A terceira e última etapa é a difusão do corante na fibra, que ocorre de forma molecular, uma vez que a molécula de corante já foi penetrada na fibra, essas moléculas espalham-se e fixam-se firmemente à fibra pelas mesmas forças de atração que ocasionaram a adsorção na superfície do substrato têxtil (Aspland, 1998).

A Figura 5 ilustra o mecanismo de tingimento de uma fibra têxtil ao entrar em contato com o corante disperso no banho. Os círculos na cor laranja representam as moléculas de corante, com a fibra têxtil no centro, com suas regiões amorfas e cristalinas. Conforme decorre o tempo no banho, as moléculas se aproximam até a adsorção e por fim, a difusão total, representada pela fibra colorida.

Figura 5 – Mecanismo de tingimento



Fonte: Adaptado de Salem (2010)

É ampla a gama de tamanhos de moléculas, configurações, cargas iônicas e caráter hidrofílico/hidrofóbico dos corantes e das fibras, e, portanto, o que garante que algumas cores se difundam mais rapidamente do que outras e que algumas sejam atraídos e mantidos mais fortemente do que outras (Aspland, 1998).

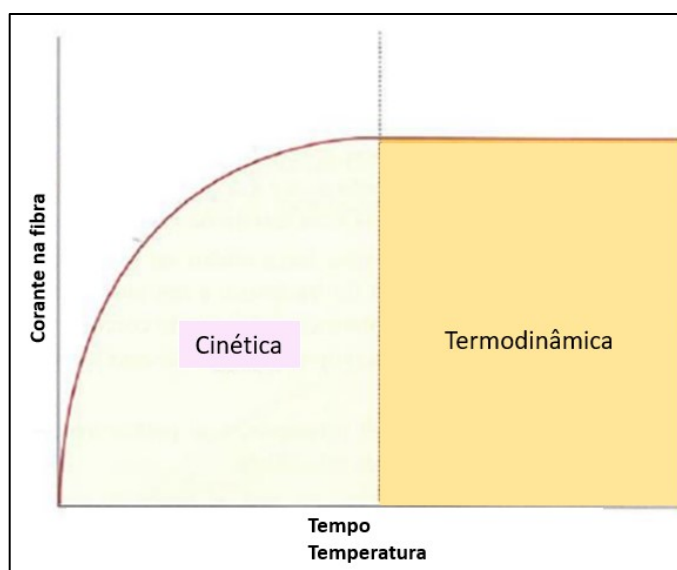
2.2.2 Tingimento por impregnação

O processo contínuo, caracteriza-se pelo banho de tingimento ser difundido para o interior do substrato têxtil por compressão, uma ação mecânica. Este tipo de tingimento possui esta denominação porque a operação inicia e termina em uma mesma máquina industrialmente, ou seja, o substrato têxtil é alimentado continuamente pela substância corante, geralmente, é utilizado nos casos em que são processados longas metragens de tecido. Neste método, a solução de impregnação a qual contém o corante permanece parada enquanto o substrato passa continuamente, sendo fixado por meio de calor seco ou vapor ou por repouso prolongado (De Aguiar *et al.*, 2022; Salem, 2010).

2.3 TERMODINÂMICA DOS PROCESSOS DE TINGIMENTO

O processo de tingimento costuma ser dividido em duas etapas: a cinética e a termodinâmica, conforme apresentado na Figura 6. Na etapa cinética ocorre a montagem do corante na fibra, enquanto na termodinâmica, a fixação do corante sobre ela (Salem, 2010).

Figura 6 – Etapas do tingimento



Fonte: Adaptado de Salem (2010).

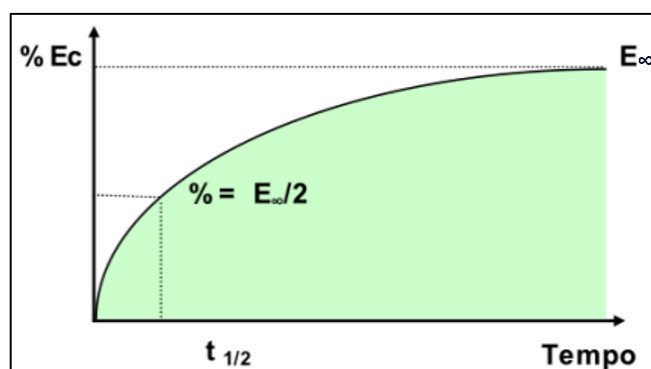
O esgotamento do tingimento depende de fatores como a relação de banho, a velocidade com que se adere a fibra, temperatura, pH, eletrólitos e aditivos necessários para cada tipo de fibra e de corante. Na etapa cinética, ocorre a transferência do corante em solução no tingimento para a fibra, ou seja, a adsorção dele na fibra para posteriormente ser difundido para o interior. A cinética de adsorção relaciona-se com o efeito do tempo nas interações entre o adsorvente e o adsorvato. Estudar este tópico busca encontrar uma correlação matemática dos dados experimentais, elucidando os mecanismos de adsorção envolvidos e suas hipóteses (Silva, 2013; Giacomini, 2014).

2.3.1 Fase cinética

Na fase cinética ocorre uma maior probabilidade de ocorrer problemas no tingimento, uma vez que a taxa de adsorção do corante pela fibra é um ponto crucial para um tingimento bem equalizado, ou seja, livre de manchas. Para se estabelecer a cinética de tingimento, deve-se construir gráficos dessa taxa de tingimento, em que são inseridas a quantidade de corante adsorvida em função do tempo de tingimento (Trotman, 1970).

Tal gráfico é representado em forma de uma curva, considerando o substrato, os produtos e o maquinário utilizado. É importante que se expresse o tempo de tingimento em função da percentagem total de corante que montará na fibra ao se alcançar o equilíbrio (E_c), assim como o tempo necessário para alcançar meio esgotamento ($E_\infty/2$). A forma desta curva depende das condições de tingimento, variações de temperatura, pH, eletrólitos, entre outros fatores, conforme a Figura 7 (Salem, 2010).

Figura 7 – Curva de esgotamento do tingimento



Fonte: Adaptado de Salem (2010).

Os modelos cinéticos mais encontrados na literatura para descrever quantitativamente o processo de adsorção na interface sólido-líquido em relação ao tempo sob condições não estabelecidas, são o modelo de pseudo-primeira ordem e o modelo de pseudo-segunda ordem (Silva, 2013; Giacomini, 2014).

A equação que descreve a cinética de pseudo-primeira ordem é expressa conforme a Equação 1 e refere-se a taxa de sorção dos solutos a partir de uma solução líquida.

$$\frac{dq}{dt} = k_1(q_e - q) \quad (1)$$

Integrando a Equação 1 para as condições de contorno, de $t=0$ a $t=t$ e $q=0$ a $q=q$, e posterior rearranjo, obtém-se a sua forma linearizada, conforme a Equação 2.

$$\ln(q_e - q_t) = \ln(q_e) - k_1 t \quad (2)$$

Em que q_e e q_t representam as capacidades de adsorção (mg g^{-1}) em equilíbrio e no tempo t , e k_1 a constante de velocidade de pseudo-primeira ordem (min^{-1}) (Ho e McKay, 1999).

A partir do gráfico de $\ln(q_e - q_t)$ em função de t , obtém-se uma reta em que o coeficiente angular é o valor de $-k_1$ e o coeficiente linear é o de $\ln(q_e)$. Com isso, a constante cinética (k_1) e a massa do soluto que foi adsorvida em equilíbrio (q_e) são determinadas pelo coeficiente angular e pelo coeficiente linear, respectivamente (Ho e McKay, 1999; Azizian, 2004).

Já o modelo de pseudo-segunda ordem refere-se ao comportamento cinético contemplando todo o processo de adsorção, considerando a reação do adsorvato no sítio ativo do adsorvente pela quimissorção como uma etapa determinante da taxa de adsorção, e a lei de velocidade para este sistema é expressa pela Equação 3 (Ho e McKay, 1999).

$$\frac{dq}{dt} = k_2(q_e - q)^2 \quad (3)$$

Em que k_2 é a constante cinética de adsorção de pseudo-segunda ordem ($\text{g mg}^{-1} \text{ min}^{-1}$). Da mesma forma que a pseudo-primeira ordem, ao integrar para as condições

de contorno $t=0$ a $t=t$ e $q=0$ a $q=q$, e após o rearranjo da equação, obtêm-se a equação de forma linear, como apresenta a Equação 4.

$$\frac{t}{q} = \frac{1}{k_2 q_e x^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (4)$$

O gráfico de t/q versus t fornece uma reta em que o coeficiente angular é $1/k_2 q_e^2$ e o coeficiente linear é $1/q_e$. Portanto, a massa de soluto adsorvida por grama de sólido em equilíbrio (q_e) e a constante cinética (k_2) podem ser determinadas a partir do coeficiente angular e do coeficiente linear, respectivamente (Ho e McKay, 1999; Azizian, 2004).

2.3.2 Equilíbrio de tingimento

Durante o tingimento, as moléculas de corante estão em movimento constante, sendo que uma parte delas será adsorvida e difundida pela fibra, enquanto outras retornarão ao banho. A quantidade de moléculas do corante na fibra aumenta conforme o tempo, até que a quantidade de moléculas que entre e saia da fibra seja equivalente. Quando isto ocorrer, o tingimento entrou em equilíbrio e o banho está esgotado, ou seja, mesmo que haja um tempo adicional do banho de tingimento, a quantidade de corante na fibra não será alterada, visto que a quantidade de moléculas corantes já foi totalmente transportada do banho para o substrato (Salem, 2010; Khattab *et al.*, 2020).

O corante não fixado pela fibra pode ser resultado da falta de afinidade da molécula do corante com a fibra, o que ocasiona aumento de custos de matéria prima e na quantidade de corante nas águas residuais. Em consequência, este deve ser posteriormente removido no tratamento de efluentes, aumentando ainda mais os custos com processos. Logo, deseja-se que o esgotamento seja maximizado, e por isso, é crucial o estudo da otimização do processo de fixação do corante nas fibras, determinando as condições ideais do processo (temperatura, tipo de corante, tipo de fibra, presença ou não de produtos auxiliares e outros) (Bechtold e Mussak, 2009; Salem, 2010).

2.3.3 Fase termodinâmica

Após a fase cinética, o tingimento entra em equilíbrio, assim, há concentrações de corante residual no banho (C_e) e concentrações de corante adsorvido na fibra (q_e), o que constitui a fase termodinâmica (Salem, 2010; Aspland, 1998).

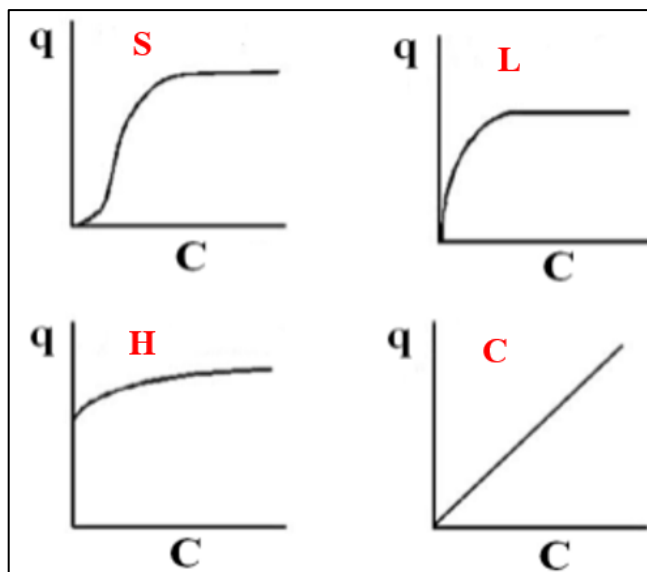
Fatores como a vibração da estrutura molecular das fibras, as quais adquirem uma nova configuração constantemente, e o aumento da temperatura do sistema, que aumenta a vibração das moléculas da fibra e o bombardeio das moléculas da água podem afetar a permanência das moléculas de corante em um substrato têxtil. Ou seja, esses fatores influenciam no esgotamento e justificam porque o rendimento não é total, nem a solidez aos tratamentos úmidos absoluta (Salem, 2010).

Se for realizado uma série de tingimentos nas mesmas condições, porém em diferentes concentrações iniciais de corante no banho, valores de (C_e) e (q_e) serão obtidos. Ao plotar esses valores, um contra o outro, em um gráfico, obtém-se uma isoterma de adsorção (Aspland, 1998).

No equilíbrio, a relação entre o corante na fibra e o corante no banho é expressa por uma constante de equilíbrio (K). A relação entre C_e e q_e , quando obtidos sempre na mesma temperatura, é dada por uma correlação ou na forma gráfica. Em ambos os casos, esta relação é denominada de isoterma. Sua importância é devida às informações que fornecem sobre o mecanismo de tingimento (Salem, 2010; Aspland, 1998).

Uma classificação detalhada das isotermas de adsorção é a de Giles *et al.* (1960). Nela as isotermas são divididas em quatro classes (S, L, H e C) conforme a Figura 8, em que C representa a concentração de soluto em solução e q representa a quantidade adsorvida por quantidade de adsorvente. As isotermas do tipo S (Sigmoidal) apresentam uma inclinação linear e convexa em relação à abcissa. Isto porque a adsorção inicial é baixa e aumenta à conforme o número de moléculas adsorvidas também aumenta. Ou seja, ocorre uma associação entre moléculas adsorvidas chamadas de adsorção cooperativa. Já as isotermas do tipo L (de Langmuir) possuem curvatura inicial voltada para baixo tendendo a um platô devido à diminuição progressiva da disponibilidade dos sítios ativos (Falone e Vieira, 2004).

Figura 8 – Classificação das isotermas segundo Giles *et al.*



Fonte: Adaptado de Giles *et al* (1960).

As isotermas do tipo H (*High affinity*) aparecem quando a superfície do adsorvente possui alta afinidade pelo soluto adsorvido e as isotermas do tipo C (*Constant partition*) correspondem a uma partição constante do soluto entre a solução e o adsorvente, dando à curva um aspecto linear (Falone e Vieira, 2004).

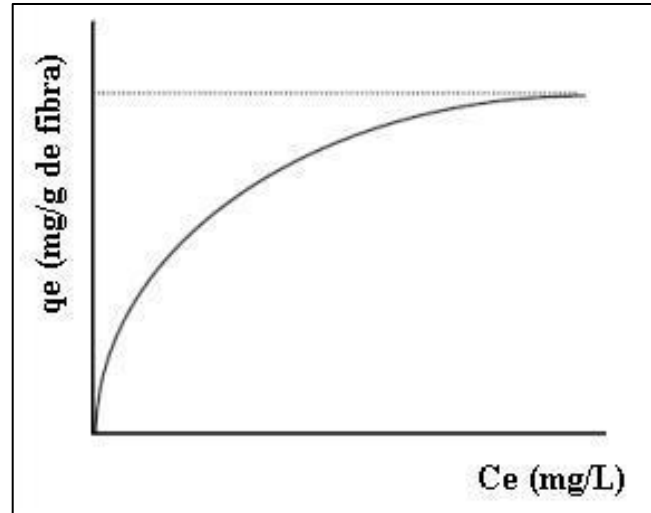
Para representar os processos de tingimento das fibras naturais existem dois tipos principais de isotermas de adsorção, indicando que há basicamente dois grandes tipos de comportamento de equilíbrio do tingimento. Essas isotermas são conhecidas como isotermas de Langmuir e de Freundlich. Além disso, existe ainda o modelo de três parâmetros de Langmuir-Freundlich, capaz de descrever tanto o comportamento característico de adsorção do tipo Langmuir como o de Freundlich. As isotermas de adsorção podem ser afetadas por diferentes valores de pH, eletrólitos, auxiliares de tingimento e temperatura (Aspland, 1998; Broadbent, 2001).

2.3.3.1 *Isoterma de Langmuir*

A teoria de Langmuir pode ser aplicada em muitos processos de tingimento, e presume que os adsorventes possuem uma estrutura homogênea, com sítios semelhantes de sorção energeticamente idênticos. De acordo o modelo, o corante e a fibra interagem fortemente devido a polaridade ser oposta e o corante ter uma afinidade específica e sítios limitados (Broadbent, 2001; Wang e Gou, 2020).

A curva representando, como exemplo, o equilíbrio entre corantes ácidos e fibras de lã e poliamida, assim como corantes catiônicos aplicados em fibras acrílicas, conforme ilustrado na Figura 9 (Salem, 2010).

Figura 9 – Curva da Isoterma de Langmuir



Fonte: Adaptado de Salem (2010).

Essa isoterma baseia-se na existência de uma concentração de corante na fibra suficiente para formar uma monocamada sobre a superfície da fibra e é expressa pela Equação 5 (Wang e Gou, 2020; Langmuir, 1918).

$$q_e = \frac{q_{max}K_L C_e}{(1 + K_L C_e)} \quad (5)$$

Em que q_{max} (mg g^{-1}) representa a quantidade máxima de corante por unidade de massa de fibra de modo a formar uma cobertura da monocamada na superfície, C_e a concentração de corante em equilíbrio na fase líquida (mg L^{-1}), q_e a quantidade de corante adsorvido por grama de fibra ($\text{mg g de fibra}^{-1}$) no estado de equilíbrio, e K_L , a constante de Langmuir relacionada com a afinidade dos sítios de ligação (L mg^{-1}) (Chairat *et al.*, 2005).

O modelo de Langmuir linearizado pode ser expresso conforme a Equação 6.

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_{max}} + \frac{1}{q_{max}K_L C_e} \quad (6)$$

O gráfico linear de $1.C_e^{-1}$ versus $1.q_e^{-1}$ permite calcular q_{max} a partir do coeficiente linear e, K_L a partir do coeficiente angular. O parâmetro de equilíbrio R_L é calculado pela Equação 7, e permite presumir se a isoterma de adsorção será favorável ou desfavorável. Valores de $R_L > 1$ indicam que a adsorção é desfavorável, já $R_L < 1$ representam uma adsorção favorável (Wang e Gou, 2020).

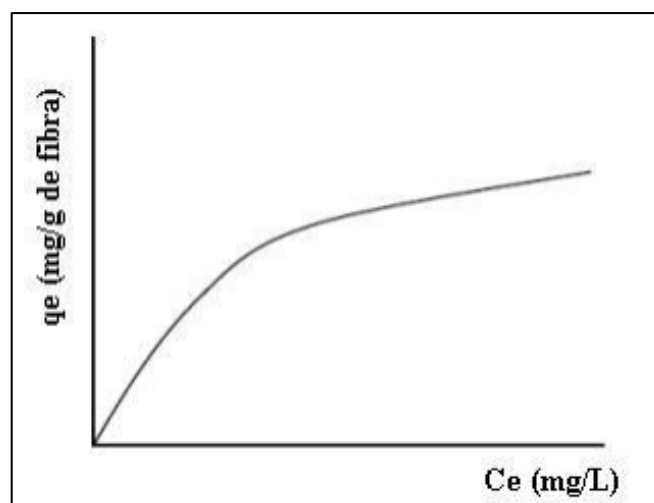
$$R_L = \frac{1}{1 + K_L q_{max}} \quad (7)$$

2.3.3.2 *Isoterma de Freundlich*

A isoterma de Freundlich é a mais utilizada em situações em que a adsorção dos corantes na fibra não é limitada pelos sítios específicos de adsorção e a fibra não se torna saturada com o corante, ou seja, quanto maior a concentração de corante na solução de tingimento, mais corante é aderido pela fibra (Broadbent, 2001; Wang e Gou, 2020).

Como exemplo, a curva de equilíbrio entre corantes diretos e fibras celulósicas, em que o corante e a fibra possuem a mesma polaridade e a interação entre eles é fraca, decorrendo em ligações de hidrogênio e forças de Van der Waals, como apresenta a Figura 10 (Salem, 2010).

Figura 10 – Curva da Isoterma de Freundlich



Fonte: Adaptado de Salem (2010)

O modelo de Freundlich assume uma superfície de adsorção heterogênea, com sítios que têm diferentes energias de adsorção e não são igualmente disponíveis. A

isoterma de Freundlich não fornece nenhuma informação sobre a capacidade de adsorção de monocamada em contraste com o modelo de Langmuir. Além disso, pode estar relacionada com um processo de adsorção de multicamadas. Ela pode ser escrita como a Equação 8 (Ruthven, 1984).

$$q_e = K_F C_e^n \quad (8)$$

Em que K_F representa a constante de equilíbrio de adsorção de Freundlich ($L \cdot g^{-1}$) e n , o fator de heterogeneidade, sendo valores de n na faixa de $1 < n < 10$ indicativos de uma adsorção favorável (Namane *et al.*, 2005).

A Equação 9 representa a forma linearizada da equação de Freundlich.

$$\ln q_e = \ln K_F + n \ln C_e \quad (9)$$

Por meio desta é possível determinar o valor de K_F pelo coeficiente linear e n pelo coeficiente angular (Wang e Gou, 2020).

Nos estudos sobre tingimento de fibras proteicas com corantes naturais, o modelo de Freundlich é utilizado para o ajuste dos dados de equilíbrio. Entretanto, em alguns casos ele é capaz de representar adequadamente o processo e, mesmo nestes casos, ocorre também um bom ajuste do modelo de Langmuir. Esse comportamento pode ser observado nos trabalhos de Farizadeh *et al.* (2009) e Chairat *et al.* (2005). Considerando que além das ligações iônicas formadas entre corantes e fibras proteicas, ocorrem ligações mais fracas, tais como pontes de hidrogênio e ligações de Van der Waals não iônicas entre as partes hidrofóbicas do corante e da fibra. Isto explicaria a possibilidade do ajuste ao modelo de Freundlich que representa o equilíbrio de fibras e corantes com mesma polaridade, entre os quais a interação é fraca (Silva, 2013).

2.4 CORANTES TÊXTEIS

2.4.1 Definição e classificação

Corantes podem ser definidos como substâncias coradas, solúveis e que conferem cor a um substrato, podendo ser classificados de acordo com sua origem: sintética ou natural. Os corantes naturais advêm de animais ou vegetais e são

divididos segundo sua natureza química, em que cada classe possui um comportamento próprio no tingimento fibras têxteis, por meio de processos físico-químicos ou bioquímicos (Araújo, 2005).

Já os corantes sintéticos possuem uma estrutura química semelhante, porém são obtidos por reações químicas (orgânicas ou inorgânicas) ou mediante a processos tecnológicos, não encontrados naturalmente. São os corantes mais utilizados industrialmente e podem ser classificados de acordo com a origem, aplicação industrial e estrutura (Vigo, 1994).

A classificação, padronização e registro de corantes é realizada principalmente pela AATCC (American Association of Textile Chemists and Colorists) e pela SDC (Society of Dyers and Colourists) desde 1924 no Colour Index – banco de dados referência no assunto. A AATCC diferencia corantes de pigmentos de forma que, os primeiros são solúveis e/ou passam por algum processo em que, pelo menos temporariamente, qualquer estrutura cristalina é destruída. Os últimos são sólidos particulados, orgânicos ou inorgânicos, coloridos, pretos, brancos ou fluorescentes, que são insolúveis em geral e não são quimicamente afetados pelo veículo ou substrato no qual são incorporados, assim, alteram a aparência do substrato por absorção seletiva ou espalhamento da luz. São dispersos em seus veículos de aplicação pois retêm a estrutura cristalina ou particulada durante o processo de coloração (Rather e Shabbir, 2021).

O Quadro 1 mostra as principais classes de corantes de acordo com o tipo de fibra em que são aplicados e suas principais características.

Quadro 1 – Classes de corantes, fibras aplicadas e características

(continua)

Corantes	Aplicação	Características
Ácidos	Seda, lã, acrílico e poliamida	Aniônicos, muito solúveis em água. Cromóforos principais: azo, antraquinonas e alguns trifenilmetano.
Básicos	Seda, lã, acrílico e poliamida	Catiônicos, cores intensas e brilhantes. Grupos azo e antraquinona com sais quartenários de amônio ou fosfônico; triarilmetano e xantenos são alguns dos representantes.
Diretos	Algodão	Substantivos, solúveis em água e se ligam às fibras por forças de Van der Waals em adição de eletrólitos. Possuem grupos azo e sulfônicos.

Quadro 1 – Classes de corantes, fibras aplicadas e características

(conclusão)

Corantes	Aplicação	Características
Dispersos	Acrílico, poliamida, poliéster e acetato	Pouco solúveis em água, ligados à fibra por forças de Van der Waals, boa solidez em fibras hidrofóbicas. Grupos monoazo em sua maioria.
Naftol (azóicos)	Algodão	Com cores brilhantes, boa solidez e baixo custo, porém são tóxicos e com cores limitadas.
Reativos	Algodão, seda e lã	Reagem com a celulose em meio alcalino, tendo alta solidez, mas podem sofrer hidrólise, nem sempre possuindo bom rendimento.
Enxofre	Algodão	Insolúveis em água, apresentam uma forma leuco, tendo alta solidez e sendo utilizado para cores escuras, porém, é um poluidor potencial, sendo necessários alguns processos para torná-los biodegradáveis.
Mordente	Algodão	Sais de cromo, cobre ou ferro que auxiliam os corantes a se fixarem na fibra, melhorando assim a sua solidez. Capaz de alterar a tonalidade de um mesmo corante.

Fonte: Adaptado de De Aguiar *et al.* (2022).

Para as fibras celulósicas são empregados corantes diretos, reativos e sulfurosos. Para que um corante direto tenha boa substantividade em uma fibra celulósica, esta precisa ter uma estrutura linear, de modo que estabeleça ligações de hidrogênio com a celulose e que, em posição oposta a essas ligações, haja grupos sulfônicos (solubilizantes). Além disso, deve-se estar coplanar à fibra e ter disponibilidade de realizar duplas ligações (grupos azo) e ligações de hidrogênio (grupos amínicos, fenólicos, azóicos ou amídicos) (Salem, 2010).

Os corantes sulfurosos são comumente usados para tingimento de algodão em tonalidades médias a escuras, devido a sua boa solidez à lavagem e luz. Isto ocorre porque este corante não iônico é insolúvel em água, sofrendo uma reação de redução para se solubilizar e, após tingido, o tecido sofre uma reação de oxidação a fim de restaurar a sua insolubilidade. Já os corantes reativos, também indicados para celulose, apresentam boa solidez à lavagem e alguns deles apresentam boa solidez à luz. Estes corantes reagem com grupos hidroxílicos do polissacarídeo por meio de ionização em meio alcalino. Essa mudança de pH cessa a migração do corante para a fibra, fazendo com que as moléculas do corante reajam com as moléculas da fibra

celulósica. O corante que reagiu com a água, ou seja, que não foi fixado, é lavado a seguir (Clark, 2011).

Em geral, o tingimento de fibras poliamídicas é feito, no Brasil, com corantes ácidos, complexos metálicos e cromo. Há ainda a possibilidade de utilizar corantes dispersos e básicos, porém, necessita-se de aditivos e/ou tratamentos para melhor rendimento do tingimento. Isto ocorre devido à natureza da fibra de poliamida ser catiônica, o que facilita a adsorção de corantes aniônicos (Salem, 2010).

2.4.2 Corantes naturais

Corantes naturais, derivados da flora e fauna, são considerados mais seguros porque são atóxicos, não carcinogênicos e biodegradáveis, embora forneçam, geralmente, menores quantidades de componentes com potencial para colorir materiais têxteis. Assim, o rendimento desses corantes afeta seu custo de produção, restringindo seu uso em comparação aos corantes sintéticos (Ali *et al.*, 2009).

De acordo com Saxena e Raja (2014), corantes naturais são considerados ecologicamente corretos por serem biodegradáveis e renováveis. Além disso, os autores apontam que diversas pesquisas que têm sido realizadas para resolver as desvantagens dos corantes naturais, tendo em vista a os benefícios ao meio ambiente que oferecem.

Ao cogitar a reintrodução do uso de corantes naturais, deve-se pensar que a produção atual ocorre em escala industrial, ou seja, devem ser assegurados certos parâmetros, controles e padrões que minimizem os efeitos da variação natural da matéria-prima. Além disso, o processo de tingimento com corante natural deve ser realizado nos equipamentos disponíveis nas indústrias têxteis modernas, sem a necessidade de grandes investimentos (Leitner *et al.*, 2012; Souza *et al.*, 2021).

Em um cenário de substituição dos corantes sintéticos por naturais, deve-se assegurar-se que não se transformará um tecido/produto industrializado em algo artesanal, mas a uma cadeia de produção menos prejudicial ao meio ambiente, com o mesmo padrão alcançado anteriormente com os corantes sintéticos (Bechtold *et al.*, 2006).

Estima-se que apenas 1% do mercado têxtil utiliza de corantes naturais devido a questões técnicas envolvidas na produção e aplicação destes corantes, tais como na indisponibilidade de uma fórmula pronta a ser utilizada, a inadequação para

utilização em máquinas tradicionais e as tonalidades limitadas e com baixa reprodutividade (Saxena e Raja, 2014).

Além de fibras celulósicas, mais comumente utilizadas nos estudos com corantes naturais, diferentes fibras sintéticas como poliamida e poliéster podem ser tingidas com corantes naturais com ou sem mordente. No caso do tingimento de fibras sintéticas, geralmente é realizado em pH ácido e técnica utilizando altas temperatura e pressão (*High temperature – High pressure*), para melhor desempenho em termos de solidez da cor, desde que o corante natural em questão seja estável à alta temperatura. Além disso, o consumo de energia é maior no caso do método de tingimento HT-HP do que no caso do método de tingimento frio (Samanta e Konar, 2011).

Pesquisas de Lokhande e Dorugade (1999) apontam que a poliamida tingida com três corantes naturais diferentes (Cúrcuma, laca e cascas de cebola) usando diversos mordentes por duas técnicas diferentes, dos quais o tingimento a alta temperatura e alta pressão é considerado melhor em comparação com o banho frio.

Nos últimos anos, a demanda de corantes naturais, no mundo, está por volta de 10 mil toneladas, o que equivale a, aproximadamente, 1% do consumo de corantes sintéticos. Estima-se que nos próximos anos, haja um crescimento, uma vez que com a emergência da pandemia, houve uma necessidade maior de repensar e redesignar não apenas a ecoeficiência do setor industrial, mas também a forma com que o próprio sistema econômico impacta no meio ambiente (Souza *et al.*, 2021).

2.5 URUCUM

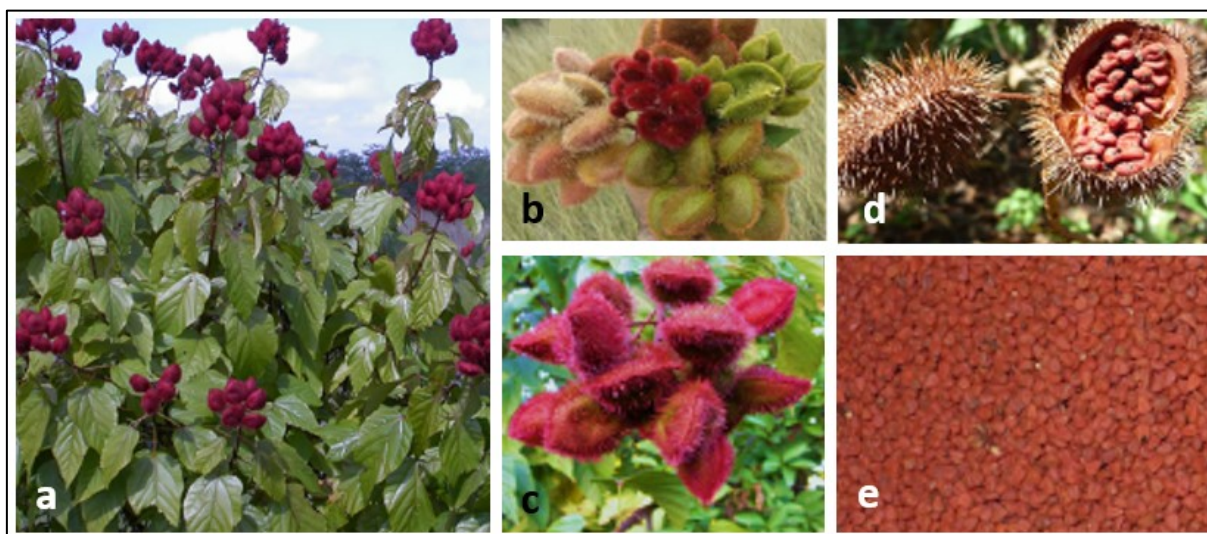
Fruto do urucunzeiro, *Bixa orellana*, ou mais conhecido como urucum, pertence à família *Bixaceae* e é originário da América, encontrada em países de clima tropical, tais como Colômbia, México, Equador e Peru (Raddatz-Mota *et al.*, 2017). Sendo encontrado na macrorregião amazônica, seu nome é originário da língua tupi, “uru-ku” que significa “vermelho” (Diniz *et al.*, 2011).

Trata-se de um arbusto de 2 a 5 metros, mas que pode chegar até 10 metros, com inflorescências brancas ou rosadas e sementes de forma piramidal abrigadas pela cachopa, o fruto propriamente dito, de formato ovalado, espinhoso e de coloração vermelho – arroxeado quando maduro. Pode haver de 30 a 60 sementes por fruto e, estas são, a parte do vegetal com maior interesse comercial dada às concentrações

de pigmentos encontradas em seu pericarpo (Diniz *et al.*, 2011; Vilar, 2014; Silva, 2007)

Na Figura 11 estão representadas as formas de apresentação da *Bixa orellana*. As letras b), c) e d) e e) representam, respectivamente a diversidade biológica dos frutos, os frutos e as sementes, enquanto a) representa o arbusto.

Figura 11 – Urucum como a) arbusto, b) variedade de frutos c) fruto e, d) e e), como sementes



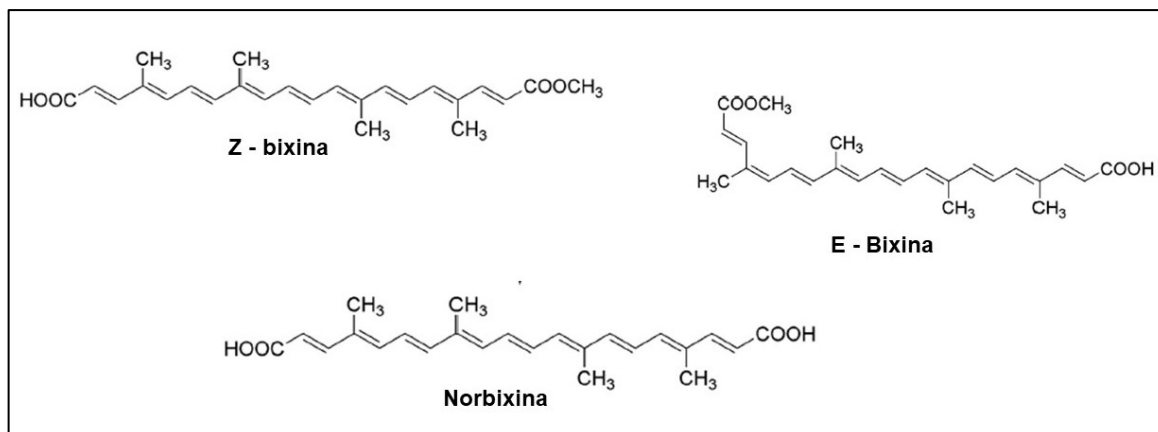
Fonte: Adaptado de Raddatz-Mota *et al.*, 2017

Em média, cerca de 80% das sementes são compostas pela bixina, um carotenóide com propriedades pigmentantes, composta de uma cadeia de 25 carbonos, fórmula molecular $C_{25}H_{30}O_4$, peso molecular de 394,51 g/mol e possui dois grupos funcionais: um ácido carboxílico e um éster metílico nas extremidades da cadeia (Vilar, 2014).

Esse carotenóide vermelho escuro se apresenta de forma natural como 16-Z (cis) e durante a extração, se transforma por isomerização em 16-E (trans), ou então isobixina (Vilar, 2014). Quando ocorre uma extração em meio alcalino, ocorre uma nova transformação pela retirada do grupo éster metílico, formando então um éster dicarboxílico, a norbixina (Raddatz-Mota *et al.*, 2017).

A Figura 12 mostra a fórmula estrutural da Z-bixina e da E-bixina e, após a transformação, a norbixina.

Figura 12 – Fórmulas estruturais da Z-bixina, E-bixina e norbixina



Fonte: Adaptado de Raddatz-Mota *et al.*, 2017

Em razão disto, a bixina é solúvel em óleos, enquanto a norbixina é hidrossolúvel. A bixina, embora solúvel em soluções apolares, na forma cis não apresenta grande lipossolubilidade em razão da polaridade provida pelos grupos situados no mesmo lado da cadeia. Já a forma trans apresenta maior solubilidade em óleos e proporciona coloração vermelha, diferente do isômero cis, alaranjada (Garcia *et al.*, 2012).

Para a indústria farmacêutica, a utilização da bixina se dá pelas suas propriedades laxativas, cardiotônicas, expectorantes e antibióticas, agindo como anti-inflamatório para contusões, feridas e até na cura de bronquites e queimaduras externas. Os constituintes químicos do urucum são: os carotenóides bixina, metilbixina, norbixina, trans-bixina, b-caroteno, criptoxantina, luteína, zeaxantina; os flavonóides apigenina-7-bissulfato, cosmosiina, hipoaletina-8-bissulfato, luteolin-7-bissulfato, luteolin-7-O-b-D-glucosídeo, isoscutelareína; os diterpenos farnesilacetona, geranil geraniol, geranil formato, geranil octadeconoato e o benzenóide ácido gálico. Além destes, contém ácidos graxos saturados e insaturados, açúcares, cálcio, celulose, ferro, fosfolipídeos, fósforo, monoterpenos, óleo fixo, orelina, potássio, proteínas, saponinas, sesquiterpenos, taninos e as vitaminas A, B2 e C (Diniz *et al.*, 2011).

Em termos de caracterização desse corante por FTIR, os espectros de extratos de sementes de urucum apresentam distinções entre os espectros das substâncias isoladas de bixina e de norbixina, uma vez que os primeiros contêm outros derivados, bem como carotenóides em menores teores (Aluko, 2024; Puri *et al.*, 2024).

Sendo a norbixina a forma saponificada da bixina, ao se adicionar ácido, aumentar a temperatura de extração, a concentração do solvente e o tempo de extração, pode levar a formação de mais norbixina. No entanto, sugere-se que a temperatura de extração não ultrapasse 70°C para evitar degradação da bixina/norbixina (Witono *et al.*, 2022).

Considerando os aspectos de sustentabilidade e propriedades tintoriais, o urucum apresenta elevado potencial a ser explorado no segmento têxtil. Desta forma, pretende-se estudar as propriedades tintórias deste sobre diferentes substratos têxteis.

2.6 MORDENTES

Mordentes são compostos indispensáveis nos casos em que os corantes não se fixam à fibra isoladamente. Isto pode ocorrer tanto com as fibras vegetais quanto animais. O mordente pode ser aplicado previamente, antes do tingimento com corante ou em conjunto. Tipos diferentes de mordentes podem produzir cores e tonalidades diferentes, mesmo quando usadas para o mesmo corante natural. Portanto, a cor final, o brilho e a solidez da cor não dependem apenas do corante em si, mas também são determinados pela concentração variável e pela escolha dos mordentes. Nesse sentido, a escolha do mordente é tão importante quanto a escolha do próprio corante (Araújo, 2006).

O mordente ideal deve produzir um rendimento de cor apreciável em condições de tingimento praticáveis e com baixo custo, sem afetar negativamente as propriedades físicas da fibra ou de solidez dos corantes. Além disso, não deve causar nenhum efeito nocivo durante o processo e o material têxtil tingido não deve ter nenhum efeito tóxico durante o uso (Samanta e Konar, 2011).

A utilização desses compostos é antiga, uma vez que se tem registro de populações da América, Roma e da Grécia utilizando mordentes como a urina, no tingimento com púrpura de Tiro e com índigo. Sabe-se que o povo asteca também a utilizou no tingimento com índigo. O leite de búfala, pelos hindus, no tingimento com a raiz de xajá (ou ruiva indiana) e no tingimento com o vermelho da Turquia fora usado e até uma mistura de diversos mordentes com azeite rançoso com o objetivo de obter uma laca aderente ao tecido, formada por alizarina, alumínio e cálcio para manter os materiais uniformemente distribuídos sobre a fibra (Araújo, 2006).

De acordo com Samanta e Konar (2011), os mordentes podem ser classificados em seguintes categorias: mordentes metálicos, taninos e mordentes a base de óleos.

Já Adeel *et al.* (2017) encontrou na literatura os tipos de mordentes divididos em mordentes químicos, mordentes ácidos (biomordentes) e menciona mordentes recém-descobertos, ainda sem um consenso definido quanto à classificação.

Işmal (2017) afirma que algumas plantas que possuem taninos e íons metálicos podem ser usadas como biomordentes. Os efeitos desses biomordentes variam conforme sua estrutura química, concentração e tipo de íon metálico. Os grupos cromóforos inerentes e os íons metálicos presentes em suas estruturas são os responsáveis pela mudança nas coordenadas de cores e nas propriedades de solidez do material têxtil tingido. O rendimento da cor pode ser alcançado dependendo da intensidade da cor do biomordente utilizado. A concentração do composto mordente afeta positiva ou negativamente a solidez do tingimento. Este autor ainda afirma que não há uma regra para o correlacionar a concentração do mordente com a força da cor. Isto porque pode haver uma proporção direta ou inversa entre eles, a depender do tipo de corante e mordente utilizado.

As abordagens dos autores consultados diferem entre si quanto à forma de classificação dos tipos de mordente, mas também em relação ao que seria exatamente um biomordente.

De acordo com Bechtold e Mussak (2009), os processos de pré-mordentagem (antes do tingimento com o corante natural) e pós-mordentagem (após o tingimento com o corante) também podem coexistir com uma etapa de tratamento adicional, o processo de mordentagem simultânea é realizado através da adição de uma solução concentrada de mordente junto ao banho de tingimento.

O estudo de Singh *et al.* (2014) reforça que a busca por métodos de fixação que não agredam ao meio ambiente na interação entre corantes e fibra tem se mostrado fator determinante, essencial no estudo com corantes naturais.

2.6.1 Mordentes metálicos

Historicamente, o mordente mais popular foi o alúmen, um material constituído de sulfatos duplos, formados a partir de sulfatos de alumínio, ferro e crômio; com sulfatos de potássio, sódio e amônio. O alúmen era na época extraído de jazidas e seu comércio, na época do Renascimento, foi importante economicamente para os estados italianos de Florença e Gênova. A comercialização e extração exclusiva do

alúmen natural terminou no século XVIII, quando foi iniciada a produção de alúmen sintético, muito mais barato, em Liège, na atual Bélgica (Delamare e Guineau, 2000).

De acordo com Damasceno *et al.*, 2010, o corante de extrato de sementes de urucum não é alterado em contato com ácido ou alúmen, por isso, pode ser utilizado industrialmente para colorir tecidos.

Sais metálicos de alumínio, cromo, ferro, cobre e estanho são alguns dos mordentes metálicos, os quais são divididos em dois tipos: os brilhantes e os opacos. O alumínio, cromo e o estanho promovem, geralmente, uma cor mais clara, enquanto o ferro e o cobre costumam escurecer as tonalidades, tornando-as marrons ou pretas. O alúmen de potássio tem um baixo custo em comparação aos demais tipos de alúmen, tem fácil disponibilidade e é ecologicamente mais seguro (Samanta e Konar, 2011).

Na obra de Vankar (2007), exprime-se que os mordentes metálicos, com exceção do alúmen de potássio e dos mordentes a base de ferro, são considerados tóxicos. Apesar disso, o autor afirma que ainda estes citados devem ser cuidadosamente usados e sempre dentro dos limites ambientais permitidos.

O alumínio é considerado neurotóxico, geralmente por acumulação no organismo por meio de exposição ocupacional em alguns ambientes industriais. Esses efeitos neurotóxicos foram observados em soldadores com concentrações de alumínio na urina em torno de $100 \mu\text{g.L}^{-1}$, sendo que o limite superior de referência entre indivíduos não expostos é de $16 \mu\text{g.L}^{-1}$ de urina (Sjögren *et al.*, 2015).

De acordo com o Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA), não há um limite tolerável no descarte de efluentes que contém alumínio. Porém, para classificação de uso da água, os limites estabelecidos estão entre 0,1 a $1,5 \text{ mg L}^{-1}$, dependendo da classe.

Após a aplicação do mordente, os sais metálicos que estão ligados às fibras atraem as moléculas de corante, criando ligações entre eles, através da formação de complexos metálicos. Assim, os mordentes metálicos ancorados às fibras, combinam-se quimicamente com grupos funcionais presentes nos corantes naturais, formando ligações dativas/covalentes ou ligações de hidrogênio e outras forças de interação (Samanta e Konar, 2011).

Dois tipos de ligações estão envolvidos na interação entre o corante e o mordente. Uma delas é a ligação covalente com o oxigênio, envolvendo normalmente

um íon hidroxila e um átomo de metal. O outro tipo é uma ligação coordenada do metal com o oxigênio duplamente ligado, também conhecido como quelação (Vankar, 2007).

A aplicação de mordentes metálicos, como o alúmen aumentou a força colorística e a solidez da cor do corante de urucum em tecidos de algodão. O sulfato ferroso teve uma intensidade colorística maior que o alúmen para o tingimento de algodão com extrato de urucum (Witono *et al.*, 2022).

O sulfato ferroso e o alúmen de potássio, foram considerados os mordentes mais adequados para tingimento com corante natural de urucum, apresentando os melhores rendimentos de cor e de solidez, em comparação com o cloreto de estanho (Prabhavathi *et al.*, 2018).

2.6.2 Mordente de leite de soja

A soja (*Glicine Max L.*) é um vegetal de originário do nordeste da China e passou a ser domesticada por volta do século XI a.C. Durante séculos o cultivo da soja permaneceu no oriente, sendo usada na preparação uma variedade de alimentos, mas chegou ao Brasil somente no século XX, com maior propagação na década de 1970, quando diversos produtores deixaram de cultivar o café para investir na soja (Moraes e Silva, 1996; Dall'Agnol, 2016).

Um quilo de soja fornece cerca de seis a nove litros de extrato hidrossolúvel de soja (conhecido popularmente como leite de soja), restando aproximadamente 700 g de resíduo com alto teor proteico. Esse resíduo, denominado no oriente como "okara", contém um teor expressivo de nutrientes, que pode variar conforme o método de extração (Dutra De Oliveira, 1982; Tashima e Cardello, 2003; Bowles, 2005).

Um grupo de componentes importantes presente no leite de soja são as isoflavonas, compostos bioativos com diversas atividades biológicas, em quatro formas químicas. Durante as etapas de processamento dos produtos à base de soja, algumas perdas ou mudanças no perfil das isoflavonas podem ocorrer (Barbosa, 2006).

Sementes de soja contêm cerca de 40% de proteína e 20% de óleo com base na matéria seca, dependendo da variedade que foi cultivada. As proteínas mais abundantes são as proteínas de reserva glicinina (também conhecida como 11S globulina) e β -conglícinina (também denominada 7S globulina), seguidas de lipoxigenases, inibidor de tripsina Kunitz, inibidores de protease de baixo peso molecular, lectina e urease. Dessas, a glicinina e β -conglícinina são as predominantes,

somando um total de 80% das proteínas da semente (Hill e Breidenbach, 1974; Kinney, 2003).

A glicinina é um hexâmetro (união de seis moléculas idênticas em forma cíclica) de massa molecular entre 320×10^3 a 375×10^3 . Cada hexâmero é composto de dois trímeros, ou seja, união de três monômeros, conferindo interações hidrofóbicas (Yaklich *et al.*, 2001). Cada subunidade é composta de uma cadeia ácida e uma corrente de base, ligados uns aos outros através de uma ligação dissulfeto (Xu *et al.*, 2010).

A β -conglícinina é rica em aspartato, glutamato, leucina e arginina. Todas as subunidades da β -conglícinina são glicoproteínas e estas subunidades são classificadas como α' , α e β (Yaklich *et al.*, 2001).

A composição das subunidades da glicinina varia dentre os diferentes cultivos, podendo afetar a função das proteínas da soja. Isto porque as subunidades de glicina, formada por suas cadeias de ácidos e bases e ligações de dissulfeto apresentam combinações específicas, formando subunidades intermediárias. Com isso, algumas subunidades podem ter um maior agrupamento de regiões ácidas ou básicas, formando assim pelo menos 5 grupos de subunidades (Mori *et al.*, 1980).

Silva *et al.* (2006) relatam em sua pesquisa que o grão de soja apresenta 40% de proteína em sua composição, apresentando assim os aminoácidos histidina, isoleucina, leucina, lisina, metionina, cistina, fenilalanina, tirosina, treonina, triptofano e valina.

De acordo com Zhang *et al.* (2022), diante de uma interação química entre a proteína da soja com a celulose e o corante natural, forma-se o complexo soja-celulose durante a aplicação do mordente (que pode ser acelerado pela aplicação de irradiação ultrassônica) e, no tingimento, uma conexão do corante com a soja aplicada. A proteína de soja atua como uma ponte entre a fibra de celulose e o corante natural, por isso, em níveis mais altos de concentração, produz um maior número de moléculas de proteína, que pode resultar em uma taxa mais alta de absorção de corante no tecido refletida pelo valor K/S medido.

Já de acordo com Desnos (2016), o leite de soja em si não é propriamente um mordente, mas sim um aglutinante, pois não forma uma ligação química com os corantes e fibras. Isto porque o leite de soja forma uma camada de proteína sobre as fibras de celulose, e as proteínas acabam por absorver o corante melhor do que a celulose. Isso significa que, se esfregado ou lavado vigorosamente, a camada proteica

será desfeita. É também por esse fato que as cores dos tingimentos naturais são mais intensas na lã e na seda do que no algodão e no linho (Desnos, 2016).

Para Saxena e Raja (2014), uma vez que a lã e a seda são fibras proteicas, composta de aminoácidos, e que apresentam cores vibrantes ao serem tintas com corantes naturais, a mordentagem em substratos celulósicos é uma etapa importante para simular as características dessas fibras, promovendo um aumento de grupos amino e ácidos carboxílicos que irão facilitar a ligação da fibra celulósica mordentada com o corante.

No estudo de Periyasamy (2022), no qual foi tinto tecido plano de algodão com frutos de jamelão, os valores de K/S aumentaram conforme o mordente de proteína de soja tem sua concentração aumentada, o que justificaria um aumento na interação do corante com o complexo celulose - proteína de soja no processo.

Para Balakrishnan (2024), o uso do leite de soja como mordente para tecidos de seda aumentou a solidez e a absorção do corante extraído do fruto da *Basella alba*.

2.7 COLORIMETRIA

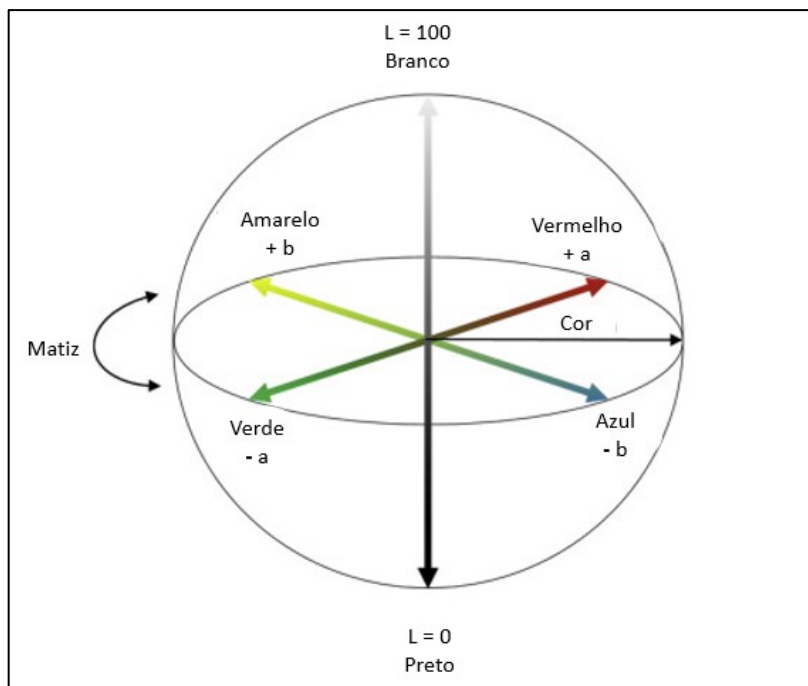
O estudo das cores é denominado Colorimetria, e visa determinar e especificar a cor, atribuindo-lhe números ao invés de descrevê-las somente por meio de adjetivos (Salem, 2010). A força colorística a qual resulta o tingimento de um substrato relaciona-se com a quantidade de corante que foi absorvida pela fibra, e, a partir disto, pela equação de Kubelka-Munk, é possível estabelecer a intensidade da cor conforme a equação 10 (Giacomini, 2015).

$$\frac{K}{S} = \frac{(1 - R)^2}{2R} \quad (10)$$

Em que K representa o coeficiente de absorção, S o coeficiente de difusão da luz e R a fração de reflectância.

O espectrofotômetro permite quantificar a cor em diferentes coordenadas definidas pelo sistema de Comissão Internacional de Iluminação (CIE), denominadas CIELab cujos eixos são designados por a* (vermelho-verde), b* (amarelo-azul) e L* (luminosidade), conforme a Figura 13 (Choudhury, 2015).

Figura 13 – Espaço tridimensional de cores do sistema CIELAB



Fonte: Adaptado de Ly *et al*, 2020

A partir das coordenadas colorimétricas, determina-se, pela Equação 11, o quão distante uma determinada cor se encontra de outra, denominada diferença da cor, o ΔE (Gulrajani, 2010).

$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2} \quad (11)$$

Em que ΔL representa a diferença entre coordenadas L^* , Δa a diferença entre coordenadas a^* e Δb a diferença entre coordenadas b^* .

2.8 PARÂMETROS UTILIZADOS NA ANÁLISE DE EFLUENTES TÊXTEIS

Dentre as características mais comumente monitoradas para efluentes têxteis, há a DQO (demanda química de oxigênio), DBO (demanda bioquímica de oxigênio), pH, turbidez, cor aparente e sólidos totais. Tanto os valores de DQO, quanto os de DBO são exigidos por órgãos ambientais, sendo os indicadores de matéria orgânica mais monitorados. O teor de sólidos dissolvidos totais (SDT) é considerado um parâmetro relevante, uma vez que são utilizados sais na indústria e essa quantidade de sal na água residuária pode afetar o equilíbrio osmótico de organismos aquáticos (Ramos, 2020; Brasil, 2011; Kumar e Saravanan, 2017).

Em relação aos dados de turbidez, os quais são muito relacionáveis aos sólidos suspensos totais (SST), assim como a cor aparente (atribuída geralmente devido ao uso dos corantes), estes podem ser apresentados sob diferentes unidades, devido às distintas metodologias analíticas adotadas. Tanto a turbidez quanto a cor não são exigidos pelo Conama para descarte, mas são muito utilizados como indicadores da eficiência de tratamentos propostos (Brasil, 2011; Ramos, 2020).

Outro parâmetro que influencia no tratamento de efluentes é o pH, uma vez que nos processos de beneficiamento ocorre uma ampla variação neste parâmetro de acordo com o tipo de tingimento empregado. De acordo com a legislação federal, os valores exigidos estão entre 5,0 e 9,0 para descarte (Salem, 2010; Brasil, 2011).

Segundo a Resolução do CONAMA nº 430, os valores de DBO₅ (5 dias) para descarte de esgotos sanitários devem ser inferiores a 120 mg.L⁻¹. A legislação federal não menciona valor limite para DBO₅ de efluentes industriais, porém, exige uma remoção mínima de 60% desse parâmetro para essa classe de efluentes (Brasil, 2011).

Já a DQO, por se tratar de uma medição indireta da quantidade de matéria orgânica na amostra e não demanda o uso de microrganismos para se realizar a medição, pode gerar resultados imprecisos ao ser analisada isoladamente. Isso porque para realizar o teste de DQO são oxidadas, tanto a fração biodegradável, quanto a fração inerte do efluente, o que pode superestimar o oxigênio consumido, não fornecer a taxa de consumo da matéria orgânica ao longo do tempo e o fato de certos constituintes inorgânicos podem ser oxidados e interferir na análise (Von Sperling, 2011).

A partir disso, o mais recomendado para a avaliação de esgotos domésticos brutos é analisar a relação DQO/DBO₅, a qual deve se enquadrar na faixa entre 1,7 a 2,4. Já para os esgotos industriais, essa relação possui um espectro mais amplo, permitindo conclusões sobre a biodegradabilidade dos despejos da forma que caso a relação DQO/DBO₅ obtiver um valor baixo, pode-se concluir que a fração biodegradável é elevada, sugerindo que a utilização de um tratamento biológico será mais eficiente. Já para uma relação DQO/DBO₅ com valor elevado, significa que a fração inerte, ou seja, não biodegradável é expressiva, sendo então indicado um tratamento físico-químico (Brasil, 2011; Braile e Cavalcanti, 1993).

A Resolução nº 430 do CONAMA ainda apresenta diretrizes a respeito de substâncias solúveis em hexano (óleos e graxas), as quais são permitidas até 100

mg.L⁻¹ e, ausência de materiais flutuantes, temperatura de até 40 °C e concentrações específicas para outros parâmetros inorgânicos.

2.9 ESTUDOS SOBRE A APLICAÇÃO DE CORANTES NATURAIS EM SUBSTRATOS TÊXTEIS

O processo de extração e tingimento da semente de urucum, assim como a aplicação desta em diferentes substratos têxteis foi investigado. Em geral, as publicações acadêmicas abrangem formas de extração lipossolúvel e hidrossolúvel, o potencial de tingimento em substratos têxteis e a associação com mordentes e fixadores de cor. Além disso, há pesquisas nas áreas de engenharia de alimentos, biotecnologia e bioquímica.

São apresentados alguns resultados de estudos encontrados de 2011 até 2023. As pesquisas foram realizadas em 2022 e 2023 na base de dados *Web of Science* e *Science Direct*.

Na pesquisa de Witono *et al.* (2022), foi desenvolvido um corante natural derivado de sementes de urucum. Sendo o composto ativo (bixina) insolúvel em água, saponifica-se usando NaOH para se solubilizar. Este composto é a norbixina. As variáveis de extração sólido-líquido foram o tempo e a temperatura, além da concentração de NaOH. O processo de extração do corante das sementes de urucum foi utilizando solução de hidróxido de sódio (a concentrações de 0,25 M e de 0,5 M) como solvente para hidrolisar a bixina em sal de sódio de norbixina. Os tempos de extração foram de 2 e 5 horas, enquanto as temperaturas a temperatura ambiente, 40 °C, e 60 °C. O extrato foi filtrado e então neutralizado por uma solução de ácido clorídrico (a 3 M) para atingir pH = 7. A adição de ácido transforma o sal de norbixina em norbixina solúvel em água. Os resultados mostraram que a mais alta concentração de norbixina (0,82 g em 100 mL) foi obtida por extração a 60 °C em 5 h, com NaOH a 0,5 M. No processo de tingimento, esta apresentou bom poder de ligação, força de cor e solidez para testes realizados apenas com água e com água e detergente. Dessa forma, conclui-se que a norbixina é um corante natural promissor, principalmente com o uso de mordentes adequados.

Na obra de Zaman *et al.* (2018), foi estudado o tingimento de malha de algodão com sementes de urucum. A extração do corante foi com água fervente (500 mL) e NaOH (2 g) a 100 °C por 60 min. Após resfriado, adicionou-se mais 500 mL de água para ser coado. A ação pré-mordente de amostras de tecido de algodão foi

realizada com vários sais metálicos. As amostras foram tingidas com e sem Sal de Glauber, lavagem em água quente com detergente. A intensidade da cor das amostras tingidas para diferentes a condição de tingimento foi avaliada por meio do valor K/S, e o efeito dos agentes mordentes foram avaliados. A melhor força de colorística foi com o mordente de CuSO_4 . O impacto desse eletrólito também investigado por meio do valor K/S. Solidez da cor das amostras tingidas para água, lavagem, transpiração e fricção foram avaliados. O impacto dos mordentes, lavagem a quente e eletrólito foram avaliados intensivamente. Em todos os casos amostras mordentes com CuSO_4 apresentam melhor resultado.

Diniz, Franciscatti e Silva (2011) estudaram o efeito do tingimento de substratos de algodão cru com sementes de urucum em diferentes mordentes e soluções (etanol, água e água fervente), sendo o melhor resultado obtido com 100ml de álcool etílico 92,8 INPM, em temperatura ambiente, em banho com as amostras de urucum nas massas de 4 g, 6 g e 8 g, por trinta minutos. Adicionou-se as amostras de tecidos de algodão cru, deixadas em banho por mais trinta minutos onde, com auxílio do bastão de vidro, foram mexidas. Foram testados três mordentes (vinagre, sal de cozinha e erva mate), nas concentrações de 40 mL de vinagre com 100 mL de água destilada fervente, 0,5 g de NaCl em 100 mL de água e, finalmente, 0,5 g de erva mate com 100 mL de água. Todas estas amostras foram deixadas nos mordentes em banho por trinta minutos, e após os tecidos foram lavados em água corrente e detergente, e postas para secarem em estufa em temperatura de 80 a 90 °C. O mordente de erva-mate ocasionou manchas nas amostras, os demais tiveram bons resultados de fixação, igualização e solidez à lavagem. Para uma amostra de NaCl com massa de urucum de 4 g, a coloração laranja ficou mais intensa do que a amostra de 8 g.

Na pesquisa de Desai *et al.* (2023), o comportamento do tingimento utilizando cártamo é investigado, utilizando método aquoso e diferentes mordentes em fibras de linho, algodão e seda. Foram utilizados os mordentes CuSO_4 com ácido acético glacial, FeSO_4 , soluções de alúmen (puro, em mistura de barrilha com ácido acético e em mistura com a erva *Terminalia chebula*) e leite de soja. Com as pétalas do cártamo, foram produzidos 2 corantes, um amarelo e outro rosado (o corante amarelo, mas com pH 11 com adição da barrilha) em que foram feitos os tingimentos com os diferentes mordentes e medidas as absorbâncias no comprimento de 420 nm. Para o corante amarelo, o mordente de leite de soja apresentou maiores porcentagens de absorção do que os demais mordentes, sobretudo no linho e na seda. Este mordente foi feito

obedecendo a razão de banho de 1:5 e adiciona-se o tecido que estará, em repouso, por 24 horas imerso e, posteriormente, seco a temperatura ambiente por 1 semana. Este processo é repetido cerca de 3 vezes.

No estudo de Vithanage *et al.* (2022), leite de soja e alúmen como mordente foram utilizados e obtiveram os melhores resultados. Alúmen é mais rápido na obtenção do resultado desejado enquanto o leite de soja leva semanas e diversas aplicações para obter o resultado.

Periyasamy (2022) estudou o tingimento de tecidos de algodão com cascas de jamelão. A extração pelo método *Soxhlet* utilizou-se de cascas secas à sombra (20 g) embrulhada em papel filtro e inserida em uma pipeta acoplada ao condensador e balão contendo 500 mL de etanol a 60 °C por 3 h. Com um evaporador rotativo remove-se o solvente para e extrair o corante. Foi testado a proteína de soja em pó solúvel como mordente, em diferentes concentrações (0, 1, 2, 3, 4, 5, 7, 9 % s.p.m.) sob ambiente ultrassônico com as seguintes condições (300 W, a 80 °C por 60 min). No banho de tingimento, a amostra mordente foi submersa em tempos, temperaturas e pH diferentes para ambos os métodos (ou seja, banho convencional e ultrassônico). O algodão foi mordentado por meia hora com 5% de solução de CuSO₄ para comparação com mordente de proteína de soja. Após o processo com mordente de CuSO₄, foi realizado o enxague e secagem. Os corantes foram aplicados em cinco temperaturas diferentes (50 °C, 60 °C, 70 °C, 75 °C, 85 °C) e por três diferentes tempos de processamento (30, 50, 60 min) para cada experimento. Foi avaliado os padrões de intensidade de cor, FTIR, solidez à lavagem e proteção UV. Concluiu-se que os valores de K/S aumentam conforme a concentração do mordente de proteína de soja. O tingimento ultrassônico obteve melhores resultados, aumentando o esgotamento do corante sobre a fibra de algodão, além de melhorar a solidez.

No estudo de Gonçalves *et al.* (2020), foi utilizado o extrato de urucum obtido em meio alcalino e purificação em meio ácido para tingir tecidos de poliamida. Em pH ácido e sem a adição de qualquer mordente ou fixador, foram obtidos tingimentos próximos a 99% e índices máximos para a solidez à fricção e notas aceitáveis para a solidez à lavagem.

Para Zlatev (2022), o leite de soja foi utilizado como um fixador do tingimento (que utilizou farinhas de abóbora, amêndoas, linhaça e rosa mosqueta), e foi obtido através de farinha de soja dissolvida em água fervente. Após resfriado, 150 ml do leite

de soja é diluído em 300 ml de água. Nesta solução amostras de algodão purgado foi mantido por 4 h para ser tinto utilizando método convencional e banho ultrassônico.

No Quadro 2 encontra-se um compilado dos artigos discutidos a fim de ressaltar as diferenças e semelhanças entre os métodos utilizados, assim como os resultados obtidos.

Diante do exposto, nota-se que as pesquisas envolvendo o tingimento com sementes de urucum permanecem em relevância nos últimos anos, com a maior parcela delas, realizada visando o estudo em fibras naturais, como é uma tendência observada nos estudos de outros corantes naturais. Diante disso, é interessante comparar o corante de urucum em uma fibra de polímero natural e outra de polímero sintético.

No que se diz respeito ao uso de mordentes, as pesquisas utilizam geralmente mordentes metálicos, com poucos estudos sobre o uso de leite de soja ou proteínas em geral. É interessante avaliar como a interação do mordente proteico ocorre nas fibras têxteis uma vez que os dados na literatura são escassos, principalmente em relação a existência ou não de uma ligação química entre as proteínas da soja com a celulose.

Não foi encontrada nenhuma pesquisa, dentre o período de realização do referencial teórico do presente trabalho, que tenha utilizado um mordente a base de soja em fibras de polímeros sintéticos.

Quadro 2 – Pesquisas relevantes referente aos corantes naturais e mordentes

(continua)

Corante	Método de Extração	Substrato	Técnica de Aplicação	Resultado/Conclusão	Referência
Sementes de urucum	Extração a 60 °C em 5 h, com NaOH a 0,5 M. No processo de tingimento, esta apresentou bom poder de ligação, intensidade de cor e solidez a água e lavagem com detergente.	Algodão.	Aplicação de mordente de $KAl(SO_4)_2$ e $FeSO_4$.	O sulfato ferroso teve a melhor intensidade de cor (K/S de 25,4) e os melhores resultados em termos de solidez.	Witono <i>et al.</i> (2022)
	Em água fervente e NaOH a 100 °C por 60 min. Após resfriado, adicionou-se mais água para ser coado.	Algodão (malha).	Aplicação de mordentes metálicos como $FeSO_4$, $FeCl_3$, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ e $Al_2K_2(SO_4)_4$.	A melhor intensidade de cor foi com $FeCl_3$ e sem sal de Glauber. O $CuSO_4$ teve a melhor solidez, logo, é o melhor mordente. Apenas a solidez da cor à fricção foi considerada de razoável a boa.	Zaman <i>et al.</i> (2018)
	Extração em água a temperatura ambiente, água fervente e álcool etílico.	Algodão cru.	Testes utilizando mordentes de solução de vinagre, NaCl e erva mate.	Melhor e mais rápida extração com etanol, melhor resultado da combinação água fervente e vinagre. Todas as amostras com erva mate ocasionaram manchas.	Diniz, Franciscatti e Silva (2011)

Quadro 2 – Pesquisas relevantes referente aos corantes naturais e mordentes

(conclusão)

Corante	Método de Extração	Substrato	Técnica de Aplicação	Resultado/Conclusão	Referência
Pétalas de cártamo	Extração para o amarelo (25 g de pétalas secas em 1500 mL de água à 60 °C por 2 h e filtrado) e rosa (10 g de pétalas em solução de carbonato de sódio a 1%) com pH 11 por 2 h a 60 °C e após filtrado, foi neutralizado em pH 7.	Linho, algodão e seda.	Mordentagem com CuSO_4 e ácido acético, FeSO_4 , $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$, $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ com barrilha e ácido acético, leite de soja e $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ com <i>T. chebula</i> .	Para todos os mordentes, o linho tingido com amarelo apresenta cor mais intensa que o algodão. A seda também produziu bons resultados no alúmen puro e no leite de soja. Para o tingimento rosa, apenas o leite de soja, barrilha e <i>T. chebula</i> tiveram bons resultados.	Desai <i>et al.</i> (2023)
Casca de Jamelão (<i>Syzygium cumini</i>)	Pelo método de extração Soxhlet utilizando cascas secas (20 g). Em etanol a 60 °C por 3 h. Com um evaporador rotativo remove-se o solvente para e extrair o corante.	Algodão.	Aplicação de mordente de proteína de soja (em pó solúvel) a 0, 1, 2, 3, 4, 5, 7, 9 % s.p.m. em banho ultrasônico a 300 W e 80 °C por 60 min.	O K/S aumenta conforme a concentração do mordente. O tingimento por ultrassom teve melhores resultados, aumentando o esgotamento do corante sobre o algodão, além da solidez.	Periyasamy (2022)
Urucum (sementes e pó)	Em solução de NaOH 5% por 5 min, NaHCO_3 10% por 30 min, em agitação. Adicionou-se HCl até pH 4, lavou-se com água destilada até pH neutro e secou-se a 70°C.	Poliamida.	Tingimento sem adição de mordente e/ou fixador. Temperatura de 100°C por 60 min e pH do banho ajustado para 4.	O corante extraído das sementes e do pó foi similar, com esgotamentos próximos a 99%. A solidez à fricção atingiu valores máximos e para a solidez à lavagem foram aceitáveis, com um pouco mais de transferência na fibra de algodão.	Gonçalves <i>et al.</i> (2020)

Fonte: elaborado pela autora

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os experimentos foram conduzidos nos Laboratórios de Beneficiamento (LABENE) e de Meio Ambiente (LABMAM) do curso de Engenharia Têxtil da UFSC do Campus Blumenau - SC. A caracterização por FTIR foi feita no Laboratório de Análise Térmica e Espectroscopia (LTE). A caracterização por MEV foi realizada no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME), da UFSC Florianópolis. Os ensaios que caracterizam o efluente final do tingimento foram realizados no Laboratório de Análises de Águas e Efluentes (LANAE), do Instituto SENAI de Tecnologia, em Blumenau.

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Substratos têxteis

Foram empregados tecidos de viscose e poliamida sem tratamento prévio. Anterior ao processo de tingimento, a fim de obter total controle das características do substrato, foi realizada a purga e aplicação dos mordentes. Os tecidos foram caracterizados por estrutura, gramatura e composição. O Quadro 3 expõe os dados específicos dos substratos utilizados.

Quadro 3 - Dados específicos dos substratos têxteis

Substrato	Estrutura	Composição	Gramatura
Viscose	Malha	Viscose comercial com percentual entre 4% e 6% de elastano	255,4 g/m ²
Poliamida	Malha	95% Poliamida e 5% elastano	302,81 g/m ²

Fonte: elaborado pela autora.

3.1.2 Reagentes e equipamentos

Para a realização dos experimentos deste estudo foram utilizados os materiais e reagentes químicos descritos no Quadro 4. Os tecidos de viscose e de poliamida foram adquiridos no mercado têxtil local.

Quadro 4 – Materiais utilizados no estudo

Reagentes/Materiais	Fabricante
Álcool etílico 96%	Alphatec
Sementes de urucum	Chamel Produtos Naturais
Detergente aniônico	Colorquímica
Carbonato de sódio	NEON
Água deionizada	Marte Deionizadores
Tecido de poliamida	-
Tecido de viscose	-
Soja em grãos	Armazém Jade
Alúmen de potássio dodecahidratado	Dinâmica
Bixina 100%	Sigma-Aldrich
Sabão em pó comercial	Unilever
Ácido acético (85%)	-
Hidróxido de sódio (85%)	-

Fonte: elaborado pela autora.

O Quadro 5 contempla os equipamentos utilizados nos experimentos e os *softwares* também utilizados nesta pesquisa.

Quadro 5 – Equipamentos e *Software* utilizados

(continua)

Equipamento/<i>Software</i>	Fabricante	Modelo
Balança analítica	Shimadzu	ATX
Espectrofotômetro de absorbância UV/visível	BEL Photonics	UV – M51
Espectrofotômetro de reflectância UV/Visível	Datacolor	500
Máquina de tingir em canecos aquecida com infravermelho	Texcontrol	TC-2200
Estufa para secagem	Lucadema	LUCA 80-100
pHmetro	Even	PHS-3E
Espectrofotômetro de Infravermelho	PerkinElmer	FT-IR Frontier

Quadro 5 – Equipamentos e *Software* utilizados

(conclusão)

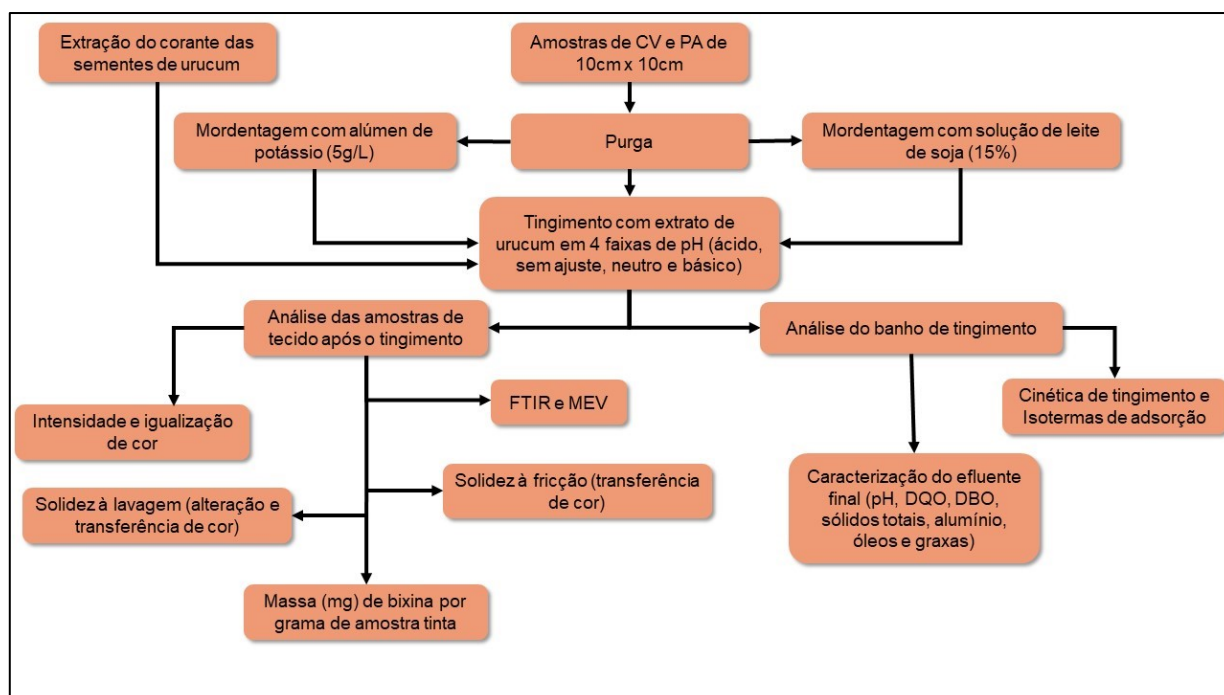
Equipamento/ <i>Software</i>	Fabricante	Modelo
Crockmeter	Kimak	CA-11
Escala de cinza	James Heal	-
Statistica®	StatSoft	13.3
Espectrofotômetro FTIR	PerkinElmer	FT-IR Frontier
SpectraGryph®	Friedrich Menges Software-Entwicklung	1.2
Microscópio eletrônico de varredura	JEOL	JSM-6390LV
Equipamento metalizador	LEICA	EM SCD 500

Fonte: elaborado pela autora.

3.2 MÉTODOS

As etapas de execução do estudo estão indicadas conforme o fluxograma indicado pela Figura 14.

Figura 14 – Fluxograma indicativo das etapas do estudo



Fonte: elaborado pela autora.

O esquema busca resumir e elucidar todas as etapas da metodologia. Ressalta-se que para as caracterizações das amostras (FTIR, MEV, solidez à lavagem e à fricção, cinética, isothermas e estudo do efluente final), foram selecionados apenas os melhores resultados em termos de intensidade colorística e igualização, características fundamentais para um tingimento ser viável.

3.2.1 Extração de bixina e norbixina

A fim de extrair os compostos tintoriais da semente de urucum, utilizou-se uma metodologia adaptada de Diniz, Franciscatti e Silva (2011). Nessa metodologia, foram adicionados 10 g de sementes de urucum, pesadas em balança analítica, em 100 mL de álcool etílico 96%. Colocou-se essa mistura no equipamento de tingimento por canecos com aquecimento HT IR a uma temperatura de 60 °C por 60 minutos, com taxa de aquecimento a 1 °C.min⁻¹ e rotação de 35 RPM. O extrato foi peneirado com auxílio de uma peneira de inox com malha de aproximadamente 1 mm para a separação do sólido. A armazenagem foi feita em frasco ambarado e em local sem a incidência de luz.

3.2.2 Curva de calibração de bixina

Para determinar a concentração de um dos compostos tintoriais do extrato de urucum, foi medido, pela técnica de espectrofotometria de absorbância na região do UV/VIS, o comprimento de onda da bixina, conforme Witono *et al.* (2022). Para isto, um padrão de bixina pura proveniente da Sigma-Aldrich foi utilizado na construção de uma curva de calibração de absorbância em função de concentrações conhecidas.

Neste procedimento, a ampola de bixina pura (1 mg) foi dissolvida em 10 mL de álcool etílico (solução mãe) para que, em seguida, fossem elaboradas as seguintes concentrações nas concentrações de 2 mg.L⁻¹, 4 mg.L⁻¹, 6 mg.L⁻¹, 8 mg.L⁻¹, 10 mg.L⁻¹, 15 mg.L⁻¹ e 20 mg.L⁻¹. Para identificação do comprimento de onda da bixina foi realizada a varredura no espectrofotômetro, com comprimento de onda encontrado de 461 nm. Para cada concentração, foi medida a absorbância e, em seguida, por meio de regressão linear, foi obtida a equação da reta para a determinação das concentrações de bixina no extrato. A curva de calibração pode ser observada no Apêndice A.

3.2.3 Processo de purga dos substratos têxteis

A fim de preparar os substratos têxteis para a mordentação e o tingimento, foi realizada a purga, processo que busca eliminar possíveis sujidades nos tecidos. Utilizou-se detergente aniônico Colors wet DTU-M a uma concentração 2 g.L^{-1} , juntamente com carbonato de sódio (Na_2CO_3), também a 2 g.L^{-1} . O procedimento foi realizado por esgotamento em máquina de tingimento HT IR Dyer. A temperatura escolhida para este processo foi de 80°C durante 30 minutos, com aquecimento a $3,0^\circ\text{C min}^{-1}$ e rotação de 35 RPM. A relação de banho empregada foi de 1:20, com amostras de CV e de PA, previamente pesadas em balança analítica, de massa 2 g cada.

Após realizada a purga, as amostras foram enxaguadas com água destilada a 60°C e seguidas de mais dois enxagues com água destilada a temperatura ambiente. Por fim, as amostras foram completamente secas em estufa à 60°C por 2 horas e armazenadas em sacos plásticos.

3.2.4 Preparo do mordente de leite de soja

O preparo do leite de soja consistiu em adicionar uma massa de 100 g de soja em grãos, pesada em balança analítica, em 1 L de água a 60°C onde permaneceu, em repouso, durante 24 horas. Após esse período foram removidas as películas externas dos grãos de soja que ficaram sobrenadantes. Os grãos de soja hidratados e sem pele foram adicionados com mais 750 mL de água morna (60°C) em um misturador (com aproximadamente 2000 RPM) e foram triturados por 5 minutos. Após esta etapa, o extrato obtido foi filtrado em peneira de náilon de malha de 1 mm e aquecido em temperatura inferior a 100°C , para retirar a espuma que se forma, com o auxílio de uma colher. Assim que cessar a formação dessa espuma, o leite de soja está pronto e pode ser armazenado em frasco de vidro, em refrigeração, por até 3 semanas.

3.2.5 Aplicação dos mordentes nos substratos têxteis

3.2.5.1 *Aplicação do mordente leite de soja*

Amostras de 2 g de substrato têxtil purgado foram deixadas em repouso em uma solução de 15% de extrato de soja durante 18 horas. Após esse período, as amostras foram levadas à estufa para secarem a 40°C por 4 horas.

3.2.5.2 *Planejamento experimental para a aplicação do mordente de leite de soja sobre o tecido de poliamida*

O planejamento experimental buscou validar a metodologia utilizada no emprego do leite de soja como mordente para o pré-tratamento das fibras de poliamida. Foi definido a partir de alguns ensaios base, usando análise estatística. Na Tabela 1 estão elencados os fatores e os níveis codificados que foram usados.

Foram avaliadas duas variáveis respostas, por meio do *software* Statistica® 13, o parâmetro K/S e a igualização (ΔE) do tingimento. Os experimentos foram conduzidos de modo a variar a concentração do mordente de leite de soja na solução aquosa a qual as amostras foram imersas e na variação do pH do extrato de urucum o qual foi utilizado como corante líquido no banho de tingimento.

Foi utilizado um planejamento experimental 2² com triplicata no ponto central. Os fatores escolhidos para avaliar as respostas foram concentração de leite de soja e pH. Essas variáveis foram escolhidas pois, na literatura, é avaliada a intensidade de cor de um tingimento com base em seu K/S, e, em nível industrial, além da intensidade de cor busca-se um padrão igualização em que o ΔE deve ser inferior a 2 para que seja viável de ser comercializado. A Tabela 1 relaciona esses fatores com os níveis codificados para a realização da modelagem matemática.

Tabela 1 – Experimentos base dos ensaios de tingimento

Fator	Unidade	Níveis Codificados		
		-1	0	+1
Concentração de leite de soja	%	15	25	35
pH	-	3	7	11

Fonte: elaborado pelos autores

A partir desses dados, foram conduzidas modelagens para avaliar a intensidade de cor e a igualização em cada amostra.

3.2.5.3 *Aplicação do mordente de alúmen de potássio*

As amostras de 2 g de substrato têxtil purgado foram mordentadas seguindo a metodologia de Witono *et al.* (2022), em que $KAl(SO_4)_2$ a 5 g.L⁻¹ em 200 mL de água

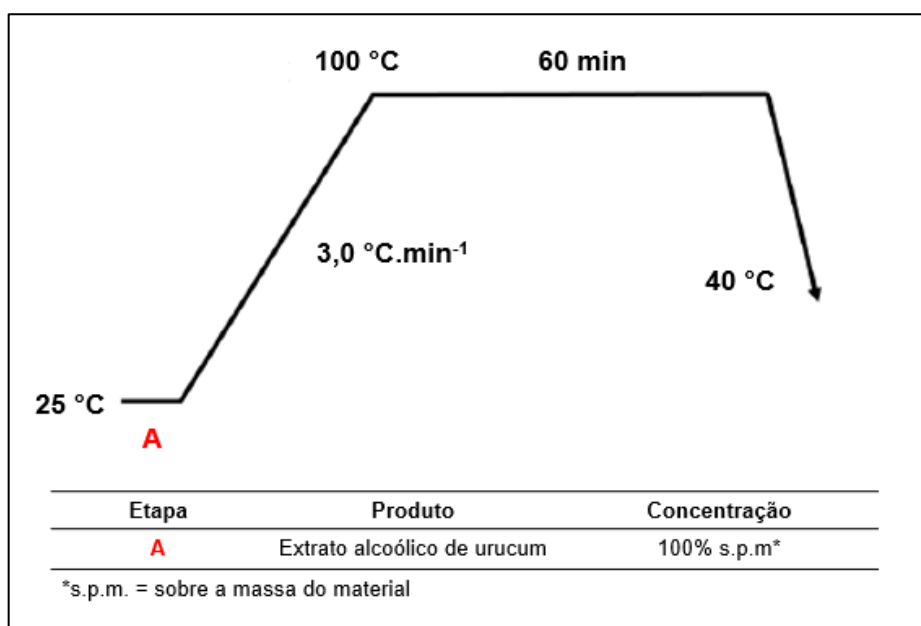
deionizada é submetida ao aparelho HT Dyer, a um programa de 60 °C por 30 minutos, com aquecimento a 3 °C.min⁻¹ e 35 RPM.

Após a conclusão do processo, as amostras foram lavadas em três etapas, uma em água deionizada a 60 °C e as outras duas em água deionizada a temperatura ambiente até total remoção dos resíduos e neutralização das amostras. Depois de lavadas, as amostras foram secas em estufa a 60 °C durante 3 horas

3.2.6 Tingimento por esgotamento

O processo de tingimento foi realizado por esgotamento em máquina de tingimento HT IR Dyer. A temperatura escolhida para este processo foi de 100 °C durante 60 minutos, com aquecimento a 3 °C.min⁻¹ e rotação de 35 RPM. A relação de banho empregada também foi de 1:20. A Figura 15 exibe o gráfico de tingimento.

Figura 15 –Curva de tingimento para PA e CV utilizando urucum



Fonte: elaborado pela autora.

Foram repetidas essas condições de tingimento, mas variando o pH entre ácido (2,5), neutro (7), natural do extrato (5,5) e básico (12) para cada um dos mordentes utilizados, assim como as amostras que não passaram pelo processo de mordentagem, apenas a purga. Os ajustes de pH foram feitos utilizando soluções de ácido acético e de hidróxido de sódio, ambos a 0,85 mol.L⁻¹. O extrato de urucum apresenta sensibilidade ao pH do meio, se tornando mais avermelhado em pH alcalino

e mais alaranjado em pH neutro, natural e ácido. A Figura 16 ilustra as diferentes tonalidades do banho de tingimento, nos ajustes de pH básico, neutro e ácido, respectivamente.

Figura 16 – Banhos de tingimento em pH básico, neutro e ácido



Fonte: elaborado pela autora.

Ao término do processo, as amostras de tecido foram submetidas a três enxágues em água deionizada, um a temperatura de 60 °C e os dois subsequentes a temperatura ambiente. Posteriormente, as amostras foram secas em estufa a temperatura de 60 °C e armazenadas ao abrigo da luz.

3.2.7 Caracterização dos substratos tingidos

As amostras foram submetidas aos seguintes ensaios e caracterizações a fim de determinar o comportamento dos substratos de viscose e poliamida após a mordentagem e tingimento por esgotamento.

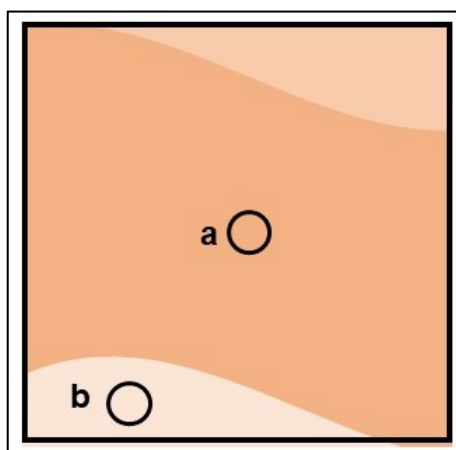
3.2.7.1 *Intensidade e igualização de cor por meio da avaliação da força colorística*

Foram medidas a intensidade de cor e as demais coordenadas colorimétricas através do espectro Datacolor®, calculado a partir daí a igualização de cada amostra, visando determinar as melhores condições em termos de coloração e de manchamento para assim prosseguir com demais ensaios.

A leitura de cor das amostras em espectrofotômetro foi realizada em dois pontos de cada amostra tinta, para que fosse possível calcular um valor de ΔE para cada, conforme a Equação 11. Foram escolhidos dois pontos: o predominante na amostra (definido como o padrão) e a área com a coloração mais discrepante na amostra para efetuar esse cálculo.

A Figura 17 exemplifica esses dois pontos de medição, marcados pelo círculo indicado por a) a tonalidade predominante na amostra tinta e b) a tonalidade mais discrepante da mesma amostra.

Figura 17 – Pontos medidos no espectro para análise colorística



Fonte: elaborado pela autora.

Ressalta-se que o quadrado exprime a área da amostra tinta que foi analisada a coloração para medição e os pontos de escolha foram selecionados uma vez que o central (a) apresenta a área predominante da amostra e a definição como o padrão e o ponto abaixo (b), a coloração mais discrepante do padrão adotado, classificada como a mancha. A cor intermediária não teve sua área medida individualmente e foi desconsiderada dessa análise. Valores de ΔE superiores a 2 são considerados comercialmente inviáveis.

O percentual de esgotamento foi investigado, uma vez que representa a quantidade de corante que foi absorvida pelo tecido, e foi determinado através das medições de absorbância das amostras do banho em espectrofotômetro UV-VIS no comprimento de onda do carotenóide bixina (461 nm).

Para o cálculo do esgotamento, foram realizadas as leituras de absorbância das amostras da solução de tingimento (inicial) e amostra após o término do processo

de tingimento com o corante residual na solução (final), conforme a Equação 14 (Gonçalves *et al.*, 2020).

$$\% \text{ Esgotamento} = \frac{(\text{Inicial} - \text{Final})}{\text{Inicial}} \times 100 \quad (14)$$

Conforme a análise das variáveis de tingimento, para efeito de comparação, as amostras tingidas serviram para avaliar a influência do pH do extrato no rendimento do tingimento. A partir disso, foi estudado o mecanismo de tingimento com o extrato de urucum nas diferentes fibras têxteis e condições de pré-tratamento.

Além disso, foi calculada a quantidade, em mg, de bixina incorporada por grama de fibra têxtil. Para isso, foi utilizada a equação encontrada na curva de calibração, dada pela Equação 15 (a qual consta no Apêndice – A) em que:

$$Y = 0,1148 \cdot x \quad (15)$$

Sendo que Y representa a absorvância dada pelo espectrofotômetro e x a concentração de bixina, em mg/L.

Os valores medidos nos banhos inicial e final de cada amostra foram submetidos a essa equação e assim foi possível encontrar a quantidade total de bixina que foi absorvida pela amostra tinta.

3.2.7.2 *Espectroscopia no Infravermelho por Transferência de Fourier (FTIR)*

A espectroscopia no infravermelho fornece evidências da presença de grupos funcionais na estrutura dos materiais devido a interação das moléculas ou átomos com radiação eletromagnética em um processo de vibração molecular (Paul; Genescà, 2013; Ramlow, 2018).

Dessa forma, para verificar a presença de bixina e norbixina incorporados nas fibras de viscose e poliamida, o uso da Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) é uma metodologia adequada para este estudo. As análises foram realizadas no Laboratório de Análise Térmica e Espectroscopia (LTE) da UFSC Blumenau, utilizando o método por transmitância e varredura em números de onda entre 4000 e 400 cm⁻¹ em equipamento Perkin Elmer Frontier.

Foram avaliados os substratos têxteis apenas purgados, purgados e mordentados, além de formulações após os tingimentos nos diferentes pH. Assim, pode-se observar a variação de transmitância ao longo de diferentes etapas do processo.

3.2.7.3 *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*

Por meio da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura é possível obter a microfotografia da estrutura física da superfície das amostras de viscose e poliamida após o tingimento com o extrato de sementes de urucum.

Este ensaio foi realizado no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME), da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) em Florianópolis. Nesta análise buscou-se revelar se a superfície da malha de viscose e a malha de poliamida apresentam ou não corante cristalizado e/ou aglomeração de mordente na superfície das fibras.

Foram avaliadas as amostras em ambas as fibras apenas purgadas, purgadas e mordentadas com leite de soja e após os tingimentos, para o melhor resultado de cada substrato. Para este ensaio, foram cortados círculos de 1 mm de diâmetro das amostras selecionadas e colocadas nos suportes metálicos, ou *stubs*, com fitas de carbono para fixar. Em seguida, é feito o recobrimento com uma fina camada de ouro a fim de obter a condutividade elétrica requerida.

3.2.7.4 *Determinação da solidez de cor à lavagem*

As amostras tingidas sem uso de mordente e com uso de mordente de leite de soja foram submetidas aos testes de solidez a cor à lavagem para verificar a fixação do corante na fibra.

O teste foi feito conforme uma adaptação da norma ABNT NBR ISO 105-C06 - Ensaio de solidez da cor parte C06: Solidez da cor à lavagem doméstica – Ensaio A1S. Para este ensaio, costuraram-se as amostras tingidas entre dois tecidos testemunha purgados e sem branqueador óptico, com dimensões de 10 cm por 4 cm.

A composição dos tecidos testemunha foi de 100% algodão (para as amostras de viscose) do tipo morim e, para a poliamida, o mesmo tecido utilizado no tingimento para essa fibra em questão, apenas purgado. Além disso, a adaptação da norma consistiu em costurar uma tira de tecido multifibras em todas as amostras, a fim de

testar o grau de transferência em diversos substratos têxteis. A composição deste tecido multifibras é de lã penteada, viscose, seda, poliacrilonitrila (*Orlon 75*), poliéster (*Dacron 54*), poliamida (*Nylon 6.6*), algodão alvejado e acetato.

Também foi conduzida uma sequência de 5 lavagens das amostras tintas que obtiveram notas excelentes (5) na escala de cinza, a fim de verificar apenas o grau de alteração de cor. Essas amostras são, para a fibra celulósica, sem uso de mordente e tintas com extrato em pH natural e neutro e, para as mordentadas com leite de soja, tintas com extrato em pH natural, neutro e básico. Já para a fibra sintética, foram utilizadas somente as amostras pré-tratadas com leite de soja e tintas com extrato em pH natural, neutro e básico. Para essa análise foi adaptada a norma ABNT NBR ISO 105-C06 - Ensaio de solidez da cor parte C06: Solidez da cor à lavagem doméstica – porém, sem o emprego dos tecidos testemunha em ambas as fibras.

A Figura 18 representa o tecido multifibras utilizado no teste de transferência de cor com as respectivas fibras indicadas.

Figura 18 – Tecido multifibras antes de ser cortado e costurado nos corpos de prova para o teste de solidez à lavagem



Fonte: elaborado pela autora.

Na Figura 18 observa-se as diferentes fibras presentes no tecido multifibras, sendo elas a lã (WO), viscose (CV), seda (SK), acrílico (PAC), poliéster (PES), poliamida (PA), algodão alvejado (CO) e acetato (CA).

Preparou-se uma solução de detergente em pó comercial em água deionizada sob concentração de 4 g.L^{-1} , que serão despejados 150 mL nos canecos junto com a amostra de substrato têxtil e seus respectivos tecidos testemunha, além de 10 esferas

de aço para maior atrito e circulação do banho. No equipamento de tingimento HT IR Dyer, deverão ser mantidos sob agitação por 30 minutos em temperatura de 40 °C.

Após esta etapa, as amostras foram secas em estufa a 40 °C e submetidas à avaliação em escala de cinza para verificar a alteração de cor e a migração desta para os tecidos testemunha.

Para o teste de 5 ciclos de lavagens, foi seguida a mesma metodologia, porém, sem o uso dos tecidos testemunha, e com o volume de solução reduzido para 60 mL. Após cada lavagem, os tecidos foram secos em estufa a 60 °C e colocados em uma nova solução de detergente para repetir o processo.

3.2.7.5 *Determinação da solidez à fricção*

O ensaio de solidez a fricção a seco e a úmido seguiu uma adaptação dos procedimentos descritos na norma ABNT NBR ISO 105-X12 – Ensaio de solidez da cor parte X12: solidez da cor à fricção. Por meio do equipamento Crockmeter, utilizando tecido testemunha de algodão (para amostras de CV) e poliamida (para amostras de PA). Foi escolhido apenas a melhor condição de tingimento para cada fibra (CV sem mordente e extrato em pH neutro e PA com mordente de leite de soja e extrato em pH básico), em amostras de dimensões 14 cm por 5 cm, com tecidos testemunha secos. Após o ensaio, as amostras tingidas e suas respectivas testemunhas foram submetidas à avaliação colorimétrica utilizando escala de cinza para o grau de transferência de cor dos tecidos testemunha.

3.2.8 Cinética dos tingimentos

Nesta etapa da metodologia buscou-se compreender o modo de deslocamento dos compostos tintoriais do banho de tingimento para o substrato têxtil. Para isto, foi realizada uma rodada de tingimentos de mesma formulação, 100% de corante sobre a massa de material têxtil. Essa formulação foi, para a fibra de viscose sem aplicação de mordente e com extrato das sementes de urucum em pH neutro. Para a fibra de poliamida, foi utilizada a formulação pré-mordentada com leite de soja e para o tingimento, utilizado o extrato de urucum em pH alcalino. Durante o processo, realizado na máquina de tingimento laboratorial, foram feitas retiradas estratégicas de canecos para coleta do banho residual, sendo estas coletadas do banho de tingimento antes de se iniciar o processo, em temperatura de 25 °C, bem como nos instantes de

tempo 15 min, 30 min, 45 min e 60 min. Após o tingimento finalizar, também foi retirado alíquotas do banho residual.

Para verificar o mecanismo do processo de adsorção do corante na fibra, os modelos cinéticos empregados de pseudo-primeira ordem e pseudo-segunda ordem foram estudados, conforme as Equações 2 e 4.

A concentração de corante nos banhos residuais coletados foi determinada por leitura da absorbância em espectrofotômetro UV/Vis, utilizando como base as curvas de absorbância obtidas na quantificação da concentração de bixina (padrão adquirido). Após a leitura das absorbâncias, plotou-se um gráfico da relação entre o tempo e a concentração de corante no banho, permitindo analisar o comportamento da fase cinética.

3.2.9 Isoterma de tingimento

As amostras de poliamida (com mordente de leite de soja e extrato com pH alcalino) e viscose (sem mordente e extrato com pH neutro) foram colocadas nos canecos no equipamento de tingimento, para dar início ao processo de tingimento por esgotamento previamente elucidado. Uma curva foi construída a partir da análise da concentração inicial do extrato de urucum em 25%, 50%, 75%, 100% s.p.m. e a sua concentração final em relação ao final do tingimento.

Na determinação do modelo de isoterma que melhor se ajusta ao processo, as soluções de tingimentos foram analisadas antes e depois do processo de tingimento por espectrofotometria UV-Vis.

Com os dados obtidos, calculou-se os valores de C_e (concentração final no banho), e q_e (quantidade adsorvida no equilíbrio por unidade de massa de substrato), de acordo com os modelos de Langmuir (Equação 5) e de Freundlich (Equação 6).

3.2.10 Caracterização do efluente gerado

Após os processos, foi escolhido o melhor resultado de tingimento de cada fibra, assim como nas análises anteriores, para analisar o banho residual dos tingimentos de viscose sem mordente (e tinta com extrato neutro) e poliamida com mordente de leite de soja (e tinta com extrato alcalino) a fim de caracterizar brevemente o efluente gerado ao final da etapa de tingimento. As análises contemplam o teor de alumínio, o pH, a DQO, a DBO, os sólidos suspensos totais e

os sólidos sedimentáveis. As análises foram realizadas no SENAI Blumenau, conforme a Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (SMWW), referência em métodos analíticos validados e parâmetros de controle de qualidade, tanto para o laboratório geral quanto para métodos específicos.

4 RESULTADOS

São apresentados os resultados dos experimentos para a realização do planejamento experimental, o qual foi justificado para avaliar o comportamento do leite de soja como mordente para as fibras de poliamida.

Também são apresentados e discutidos os resultados obtidos para avaliação colorística nos diferentes mordentes e ajustes de pH para os tingimentos utilizando extrato alcóolico de sementes de urucum. Exibem-se também os resultados das caracterizações complementares das amostras de viscose e poliamida por MEV, FTIR, solidez à lavagem e à fricção. Além disso, apresenta-se uma breve caracterização dos efluentes gerados, bem como a cinética de tingimentos selecionados e qual modelo de isoterma expressam esses tingimentos.

4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA MORDENTAGEM COM LEITE DE SOJA NA POLIAMIDA

A Tabela 2 compila os resultados obtidos após os tingimentos e as leituras feitas no espectro Datacolor®. Foi medido diferentes valores de K/S de uma mesma amostra e, a partir das coordenadas CIE, foi calculado o ΔE (conforme equação 11). A medição das coordenadas colorimétricas do espaço CIE Lab, para o K/S e o ΔE foram feitas conforme mostra a Figura 16.

Tabela 2 – Ensaio de tingimento de poliamida com extrato de sementes de urucum e mordente de leite de soja visando igualização

(continua)

Ensaio	Fatores		Resposta
	% leite de soja	pH	ΔE
1	-1 (15)	-1 (3)	7,69
2	+1 (35)	-1 (3)	5,35
3	-1 (15)	+1 (11)	0,84

Tabela 2 – Ensaio de tingimento de poliamida com extrato de sementes de urucum e mordente de leite de soja visando igualização

(conclusão)

Ensaio	Fatores		Resposta
	% leite de soja	pH	ΔE
4	+1 (35)	+1 (11)	0,57
5	0 (25)	0 (7)	2,31
6	0 (25)	0 (7)	1,93
7	0 (25)	0 (7)	4,01

Fonte: elaborado pela autora.

Primeiramente, avaliou-se a relevância dos parâmetros para três modelos, considerando efeitos principais (modelo 1), efeitos principais e secundários (modelo 2) e efeitos principais, secundários e terciários (modelo 3). Os parâmetros foram nomeados da seguinte forma: (A) Porcentagem de leite de soja utilizado na etapa de aplicação do mordente (%) e (B) pH do extrato de urucum na etapa do tingimento.

A Tabela 3 apresenta o resultado encontrado para os três modelos e seu coeficiente de determinação (R^2).

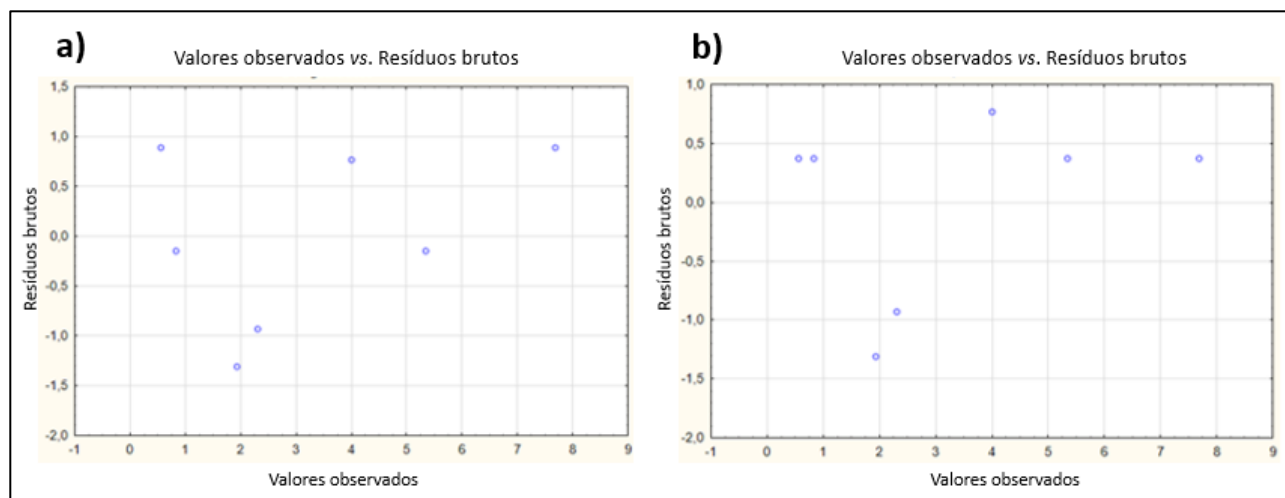
Tabela 3 – R^2 de cada modelo

Modelo Empírico	R^2
Modelo 1	0,88094
Modelo 2	0,90751
Modelo 3	0,90751

Fonte: elaborado pela autora.

Os valores dos modelos 2 e 3 são idênticos e superiores ao valor encontrado para o modelo 1. Foram comparados os dois modelos (1 e 2) nos valores observados e residuais, a fim de ver qual dos dois mostraria maior grau de aleatoriedade dos pontos, conforme Figura 19.

Figura 19 – Gráfico dos valores observados em função dos resíduos para o modelo 1 (a) e o modelo 2 (b)



Fonte: elaborado pela autora.

De acordo com Dean, Voss e Draguljić (2017), os resíduos com distribuição aleatória em torno de zero e espalhados entre -3 e +3 são uma boa tendência para o modelo. De acordo com a Figura 18, os resíduos do Modelo 1 estão distribuídos de forma mais aleatória em torno de zero, portanto, foi escolhido. Essa escolha é dada levando em conta o princípio da homoscedasticidade, isto é, os dados regredidos encontram-se mais homogeneamente e menos dispersos (concentrados) em torno da reta de regressão do modelo. Na Tabela 4 estão dispostos os efeitos estimados que consideram a porcentagem de leite de soja no banho não tão significativo quanto o pH dentre as concentrações utilizadas no experimento base.

Tabela 4 – Efeitos estimados considerando os efeitos, desvio padrão, p e limites de confiabilidade de 95%

Fatores	Efeito	Desvio padrão	p	-95% limite de confiança	+95% limite de confiança
Média	3,242	0,414	0,001	2,093	4,392
% Leite de soja	-1,305	1,095	0,299	-4,346	1,736
pH	-5,815	1,095	0,006	-8,856	-2,773

Fonte: elaborado pela autora.

A Equação 12 representa o modelo matemático obtido através dos coeficientes de regressão encontrados pelos efeitos da estatística ANOVA.

$$Y = 9,962 - 0,065.(A) - 0,726.(B) \quad (12)$$

Em que Y representa a igualização da amostra tinta por esgotamento; A representa o percentual de leite de soja utilizado no banho do mordente e B representa o pH do extrato utilizado no tingimento.

O modelo selecionado foi validado por meio da análise do R^2 , do estudo dos resíduos e da análise de variância (ANOVA).

Na Tabela 5 se estabelece os índices avaliados (regressão e resíduos) e os fatores de soma quadrática, grau de liberdade, média quadrática, $F_{\text{calculado}}$ e F_{tabelado} – obtido através da distribuição de Fisher-Snedecor ao nível de significância de 5%. Como se é trabalhado com uma confiabilidade de 95%, busca-se na literatura uma tabela com fatores de 5%.

Tabela 5 - Análise de variância para o modelo matemático simplificado proposto (Modelo 1).

Índice	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	$F_{\text{calculado}}$	F_{tabelado}
Regressão	35,51	2	17,75	14,79	6,94
Resíduos	4,8	4	1,2	-	-
Total	40,31	6	-	-	-

Fonte: elaborado pela autora.

Para o campo de regressão da soma quadrática e graus de liberdade, é feita a subtração dos resíduos do total da soma quadrática.

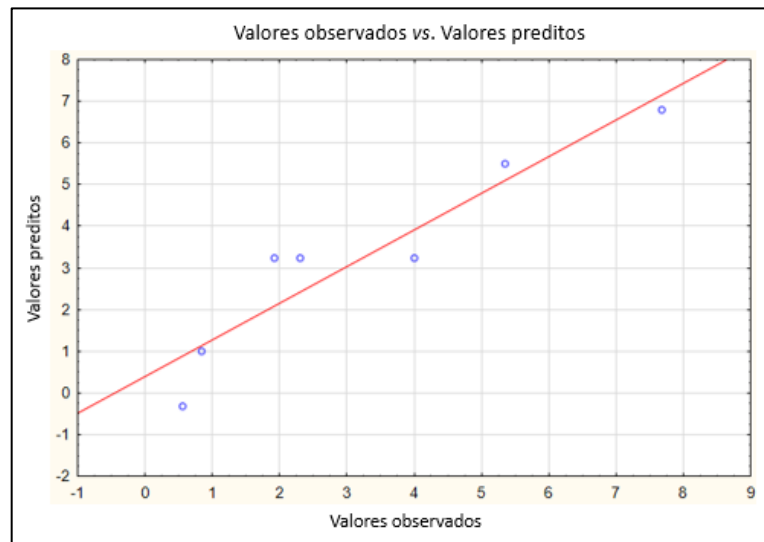
Para a média quadrática, deve-se dividir o resultado encontrado na regressão da soma quadrática pelos graus de liberdade da mesma linha. Isso vale para a linha dos resíduos. Com isso, chega-se ao valor de $F_{\text{calculado}}$, em que é dividido a média quadrática da regressão pela dos resíduos.

Idealmente, o F_{tabelado} deve ser de 2 a 3 vezes menor do que o $F_{\text{calculado}}$, para indicar um desempenho satisfatório do modelo. Neste caso, o $F_{\text{calculado}}$ é 2 vezes maior que o tabelado. Isso valida o modelo utilizado de acordo com esta análise estatística. Ou seja, rejeita-se a hipótese nula em que afirma que o modelo preditivo não possui poder explicativo. Portanto, isso significa que o modelo explica uma parte substancial

da variabilidade dos dados, e essa explicação não se dá por acaso, mas sim por um relacionamento real entre as variáveis.

A Figura 20 revela que, embora siga a tendência da linha provida pelo modelo, apresenta pontos que não correspondem exatamente ao previsto, o que revela a veracidade do experimento e suas diferenças.

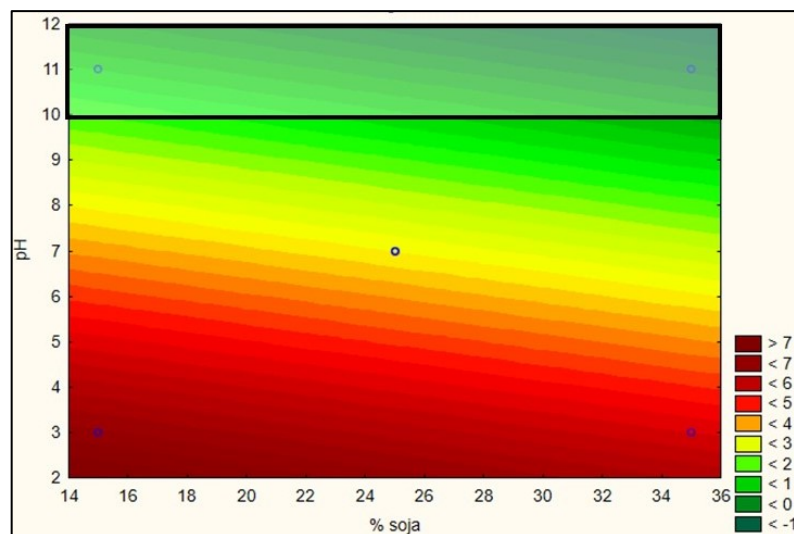
Figura 20 – Gráfico dos valores observados e valores preditos



Fonte: elaborado pela autora.

Já a Figura 21 mostra as curvas que indicam a região ótima para efetuar o tingimento com maior igualização, situadas acima do pH igual a 10. O retângulo preto destaca essa região.

Figura 21 – Superfície de resposta para o tingimento em poliamida mais igualizado com mordente de leite de soja com região ótima indicada



Fonte: elaborado pela autora.

Diante disso, pelo modelo preditivo e os resultados dos experimentos bases, entende-se que seguindo esta metodologia, a mordentagem com leite de soja promoverá tingimentos mais igualizados na faixa de pH alcalino.

Analogamente, foi feito o mesmo procedimento para investigar a intensidade de cor (K/S) para as mesmas amostras. A Tabela 6 mostra as condições do experimento bem como seus níveis codificados:

Tabela 6 - Ensaio de Tingimento com Urucum para o Tecido de Poliamida

Ensaio	Fatores		Resposta
	[Soja] (%)	pH	K/S
1	-1 (15)	-1 (3)	147,4428
2	+1 (35)	-1 (3)	182,5187
3	-1 (15)	+1 (11)	47,1016
4	+1 (35)	+1 (11)	36,2013
5	0 (25)	0 (7)	115,7487
6	0 (25)	0 (7)	112,0614
7	0 (25)	0 (7)	115,1264

Fonte: elaborado pela autora.

A Tabela 7 apresenta os valores de R^2 para os três modelos aplicados no tingimento de poliamida com extrato de urucum, em termos de K/S.

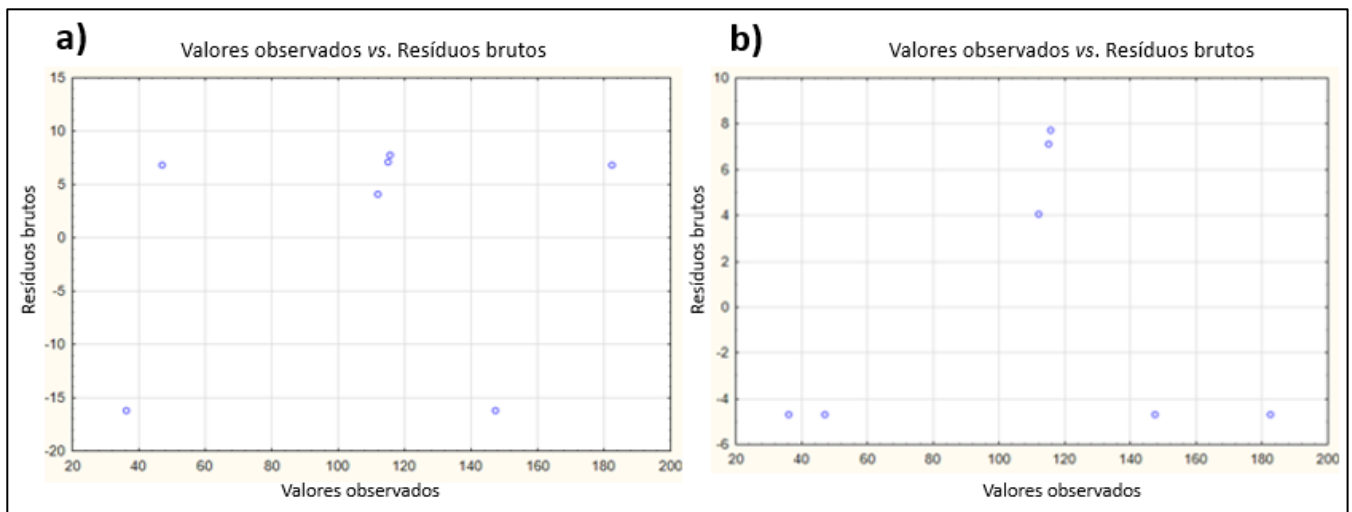
Tabela 7 – Comparação entre os três modelos

Modelo Empírico	R^2
Modelo 1	0,95383
Modelo 2	0,98665
Modelo 3	0,98665

Fonte: elaborado pela autora.

Nota-se que os modelos 2 e 3 apresentam os mesmos valores de R^2 , sendo eles superiores ao valor encontrado para o modelo 1. Na Figura 22 visualiza-se os valores residuais e os valores observados para o modelo 1 e o modelo 2, respectivamente.

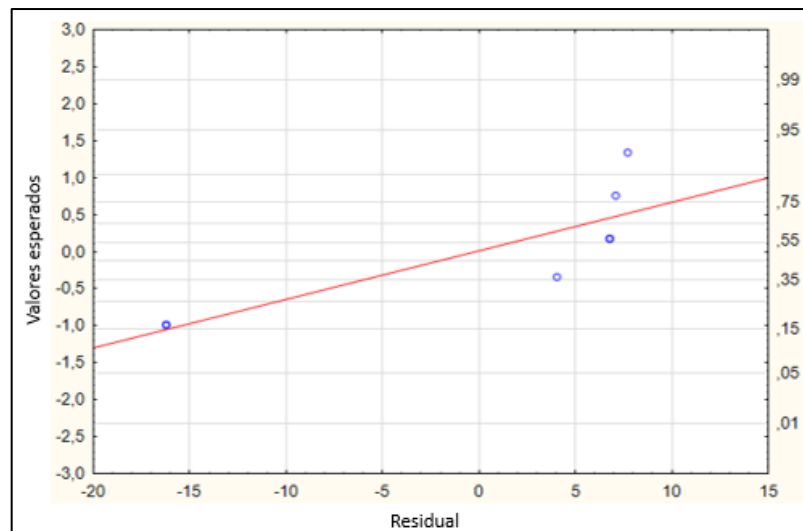
Figura 22 – Gráfico dos valores observados em função dos resíduos para o modelo 1 (a) e o modelo 2 (b)



Fonte: elaborado pela autora

Como o modelo 1 (a) apresentou maior aleatoriedade, foi o escolhido para os próximos passos da análise estatística. A Figura 23 mostra a curva normal obtida, considerando os valores residuais e esperados.

Figura 23 – Curva normal do modelo 1



Fonte: elaborado pela autora.

Segundo a análise de significância discutida anteriormente, as variáveis que têm impacto no tingimento encontram-se na Tabela 8.

Tabela 8 – Efeitos e seus respectivos parâmetros estatísticos para a avaliação de K/S das amostras tingidas

Fatores	Efeito	Desvio Padrão	p	-95% limite de confiança	+95% limite de confiança
Média	108,024	5,152	0,000031	93,719	122,329
% Leite de soja	12,085	13,631	0,425411	-25,762	49,932
pH	-123,325	13,631	0,000827	-161,172	-85,477

Fonte: elaborado pela autora.

A partir dos valores de coeficientes, pode-se montar a Equação 13, por meio dos coeficientes de regressão obtidos pelos efeitos da estatística ANOVA.

$$Y = 200,827 + 0,604 . A - 15,415 . B \quad (13)$$

Em que Y representa o K/S da amostra tingida; A representa a quantidade de leite de soja no banho na etapa de mordentagem e B representa o pH do extrato de urucum utilizado no tingimento.

O modelo selecionado foi validado por meio da análise do R^2 , do estudo dos resíduos e da análise de variância. Pela Tabela 9, observa-se a análise de variância ANOVA. Como foi trabalhado com uma confiabilidade de 95%, buscou-se na literatura uma tabela com fatores de 5%. A escolhida foi a tabela de tabela Fisher Snedecor 5% para encontrar o valor de F_{tabelado} .

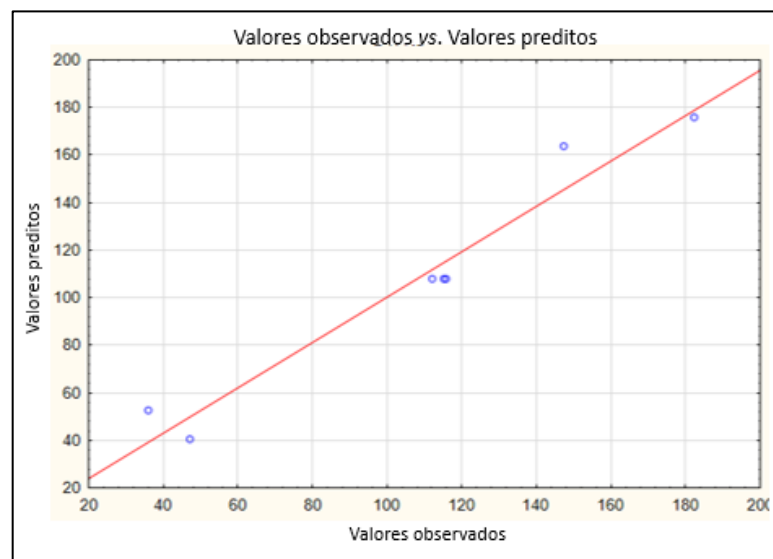
Tabela 9 - Análise de variância para o modelo matemático simplificado proposto (Modelo 2)

Índice	Soma quadrática	Graus de liberdade	Média quadrática	F_{calculado}	F_{tabelado}
Regressão	15355,11	2	7677,55	41,32	6,944
Resíduo	743,28	4	185,82	-	-
Total	16098,39	6	-	-	-

Fonte: elaborado pela autora.

Como F_{tabelado} é menor do que o $F_{\text{calculado}}$, indica um desempenho satisfatório do modelo. Neste caso, valida o modelo utilizado de acordo com esta análise estatística. A Figura 24 mostra a relação entre os valores observados e preditos pelo modelo. Nota-se a tendência, embora os pontos não correspondam exatamente a reta, o que pode ressaltar a veracidade do experimento.

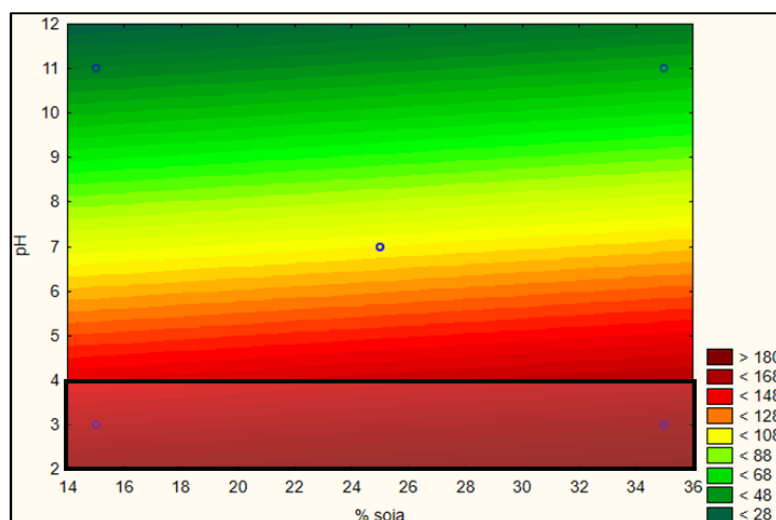
Figura 24 - Curva mostrando os valores observados e preditos



Fonte: elaborado pela autora.

A Figura 25 ilustra a superfície de resposta e a região ótima, considerando o modelo adotado. Nota-se que os valores de K/S obtidos experimentalmente são maiores para os tingimentos efetuados em extrato de urucum com pH ácido, o que foi comprovado pelo modelo estatístico.

Figura 25 – Superfície de resposta para o tingimento de poliamida com maior intensidade de cor com mordente de leite de soja com região ótima indicada



Fonte: elaborado pela autora.

De acordo com a figura da superfície, a região ótima que produz os valores de K/S mais elevados é no pH ácido, entre 2 e 5.

Segundo Witono *et al.* (2022), quando o urucum é submetido ao meio ácido, pode haver a formação de mais norbixina, uma vez que a norbixina é a forma saponificada da bixina.

4.2 AVALIAÇÃO DA INTENSIDADE E IGUALIZAÇÃO DE COR POR MEIO DA AVALIAÇÃO DA FORÇA COLORÍSTICA

4.2.1 Tingimento das amostras de viscose

Buscou-se verificar a intensidade colorística dos substratos têxteis nos diferentes tingimentos através do espectrofotômetro Datacolor®.

A medição das coordenadas colorimétricas do espaço CIE Lab, K/S e ΔE foram feitas conforme a Figura 17. Ressalta-se que os dois resultados para a mesma amostra indicam o padrão (cor predominante no tecido) e a cor mais discrepante encontrada nesse mesmo tecido. A cor considerada como padrão (ou seja, a predominante da amostra) é aquela que não apresenta valor de ΔE . Já a cor apresentada na linha na abaixo dessa, com o valor de ΔE , é o que foi interpretado como mancha e definido como aceitável se o valor é igual ou inferior a 2.

A Tabela 10 apresenta os resultados para a viscose tingida com extrato de urucum, sem adição de mordente.

Tabela 10 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, sem adição de mordente

Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
CV1sm	Ácido	77,82	22,92	20,93	11,69		
		77,69	22,14	23,96	13,27	3,13	
CV2sm	Natural	74,34	24,82	17,15	13,28		
		76,38	21,71	15,01	10,47	4,29	
CV3sm	Neutro	77,18	21,49	13,56	9,31		
		77,60	20,91	13,42	8,90	0,73	
CV4sm	Básico	74,71	24,47	19,80	14,20		
		73,72	23,27	19,39	15,12	1,60	

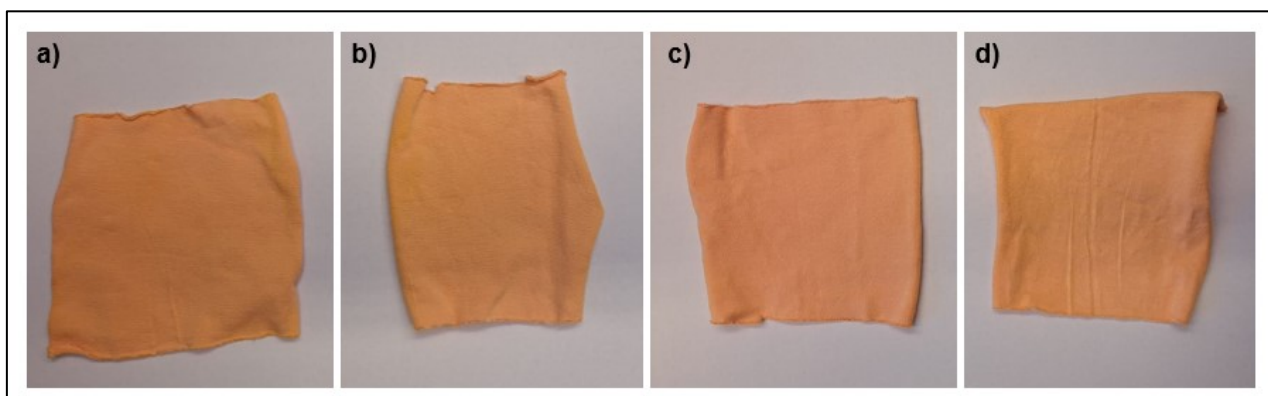
Fonte: elaborado pela autora.

Observa-se que a maior intensidade de cor ocorreu para o tingimento com extrato de urucum com pH básico, ou seja, este apresenta os maiores valores para o K/S, na ordem de 14,20 e 15,12 na mesma amostra de tecido. Esse aumento de K/S pode ter sido ocasionado pela saponificação da bixina, uma vez que a norbixina, de coloração avermelhada, é obtida em meio alcalino.

Em termos de igualização, o pH neutro apresentou menos manchas nas amostras, seguido pelo pH básico, cujos valores são aceitáveis comercialmente. Valores acima de 2 para o ΔE indicam que as manchas são muito perceptíveis a olho nu, ou seja, não são aceitas para o padrão da indústria, uma vez que o olho humano consegue detectá-las.

Na Figura 26 é possível observar as tonalidades obtidas deste tingimento nas diferentes faixas de pH.

Figura 26 – Tecidos de viscose tintos sem adição de mordente (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora.

Após o tingimento sem o uso de mordente, foram efetuados tingimentos em tecidos previamente tratados com mordentes de alumínio de potássio e leite de soja.

Na Tabela 11 são apresentados os resultados obtidos no tingimento de tecido de viscose com extrato de urucum e aplicação de mordente de alumínio de potássio.

Tabela 11 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, com adição de mordente alumínio de potássio

Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
CV1al	Ácido	67,85	31,74	39,6	46,73	9,05	
		72,13	27,19	33,05	27,80		
CV2al	Natural	73,68	23,67	26,28	19,61	2,94	
		71,67	25,69	27,02	22,99		
CV3al	Neutro	74,43	23,48	23,18	16,93	4,36	
		74,89	20,48	20,04	14,98		
CV4al	Básico	75,41	21,82	22,83	15,10	9,24	
		73,26	26,33	30,61	23,08		

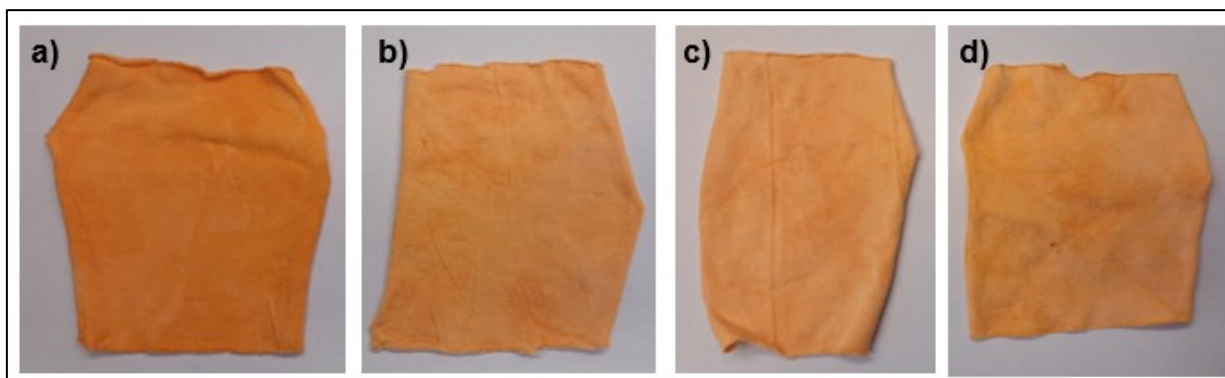
Fonte: elaborado pela autora.

O mordente de alumínio promoveu um aumento do K/S para todas as amostras testadas, embora não tenha sido um tingimento bem igualizado, uma vez que em todas as amostras o ΔE foi superior a 2.

Analizando a cor padrão, ou seja, a cor predominante no substrato tinto, nota-se que o mordente metálico promoveu um aumento de K/S, comparado ao tingimento anterior (sem uso de mordente) em todas as faixas de pH, exceto o básico. O tingimento com o extrato em pH alcalino produziu uma amostra com intensidade semelhante ao tingimento sem mordente, porém, neste foi observado manchas com K/S superiores aos até então obtidos (9,24).

As tonalidades também se modificaram em comparação ao tingimento sem mordente, em razão dos valores das coordenadas a^* e b^* , respectivamente mais avermelhada e amarelada. O resultado produzido por esta condição de tingimento pode ser visto na Figura 27, em que também podem ser observadas as manchas nas amostras.

Figura 27 – Tecidos de viscose tintos e pré-tratados com mordente de alumínio de potássio (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora.

Na Tabela 12 encontram-se os resultados do tingimento de tecido de viscose com extrato de sementes de urucum e aplicação do mordente de leite de soja.

Tabela 12 – Avaliação colorística das amostras de viscose com extrato de urucum, com adição de mordente leite de soja

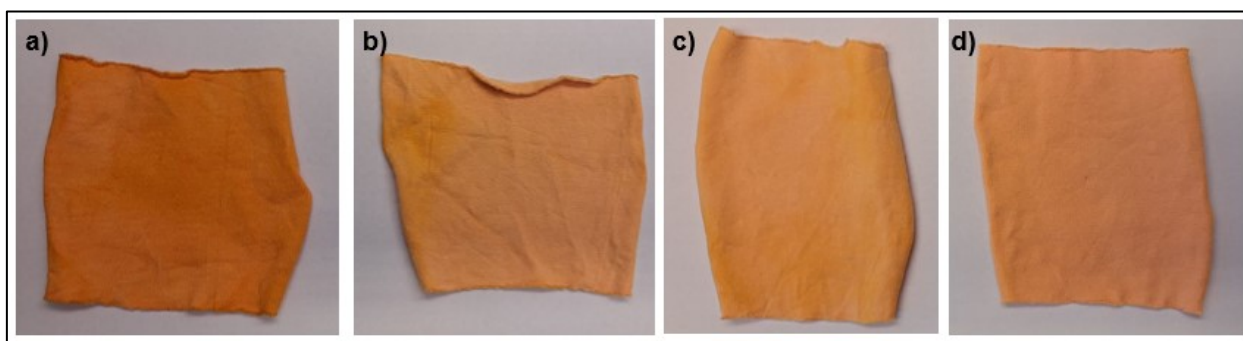
Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
CV1Is	Ácido	63,82	29,95	47,07	79,89	9,70	
		68,50	27,62	38,89	43,48		
CV2Is	Natural	77,23	20,21	17,54	10,80	16,39	
		73,52	25,92	32,45	23,53		
CV3Is	Neutro	70,08	29,52	42,43	42,30	22,26	
		74,98	23,58	21,54	15,50		
CV4Is	Básico	76,58	24,80	16,73	11,09	5,32	
		73,98	27,94	20,16	15,37		

Fonte: elaborado pela autora.

Com esse mordente, a intensidade de cor foi maior em comparação aos tingimentos anteriores para todas as faixas de pH, exceto o básico. O tingimento com extrato de urucum em pH ácido apresentou a maior intensidade colorística para as amostras de viscose. Em contrapartida, a amostra tinta com extrato em pH neutro apresentou o maior valor de ΔE (22,26) para a fibra de viscose.

Ainda que com manchas, este mordente produziu o maior valor de K/S observado para a viscose (79,89), na condição de pH ácido, como pode ser observado na Figura 28.

Figura 28 – Tecidos de viscose tintos e pré-tratados com mordente de leite de soja (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora.

A ação do leite de soja produziu amostras com manchas, contudo, nota-se que a amostra mordentada com leite de soja e tinta com extrato em pH básico apresentou melhor igualização diante das amostras tingidas nas demais faixas de pH. Ainda assim, os valores para a igualização dos tingimentos com uso desses mordentes na fibra celulósica são superiores a 2, o que torna esse tingimento com essa formulação inviável comercialmente. A Tabela 13 expõe os resultados de K/S médio e o respectivo desvio padrão para todas as amostras de viscose.

Tabela 13 – Avaliação colorística das amostras de tecido de viscose tingida com extrato de urucum em diferentes mordentes e faixas de pH

pH	K/S médio		
	Sem Mordente	Alúmen de Potássio	Leite de Soja
Ácido	11,41±1,20	31,19±10,78	57,92±19,90
Natural	10,82±2,03	21,83±5,79	19,73±7,24
Neutro	10,19±0,95	16,12±3,26	30,66±14,02
Básico	12,96±1,83	19,21±4,95	12,17±1,81

Fonte: elaborado pela autora

Com isto, observa-se que os resultados dependem do mordente e da faixa de pH a qual está sendo efetuado o tingimento, com o seu K/S variando de 10,19 (para tingimento sem mordente e pH neutro) até 57,92 (com aplicação de mordente de leite de soja e ajuste de pH ácido).

Numericamente, as maiores intensidades de cor produzidas foram para o mordente de leite de soja em pH ácido, alúmen de potássio em pH ácido e leite de soja em pH neutro, nesta ordem. Analisando os desvios padrões, pode-se dizer que as amostras com menos manchas, ou seja, com K/S mais próximos em diferentes pontos, foram para o pH neutro sem mordente, pH básico com mordente de leite de soja e sem mordente, nesta mesma faixa de pH.

4.2.2 Tingimento das amostras de poliamida

Na Tabela 14 constam os resultados da intensidade colorística obtidos para a poliamida tingida sem mordente, através do aparelho Datacolor®. As medições foram realizadas conforme a Figura 17 e o ΔE calculado pela equação 11.

Tabela 14 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, sem adição de mordente

Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
PA1sm	Ácido	61,78	40,68	57,2	127,37	5,31	
		57,62	43,83	56,22	167,68		
PA2sm	Natural	68,97	36,01	48,12	53,20	0,42	
		69,38	35,91	48,11	51,58		
PA3sm	Neutro	69,80	35,23	46,63	47,80	0,87	
		69,53	35,38	47,44	49,98		
PA4sm	Básico	71,16	29,70	39,63	34,85	3,4	
		73,90	30,76	41,34	30,41		

Fonte: elaborado pela autora.

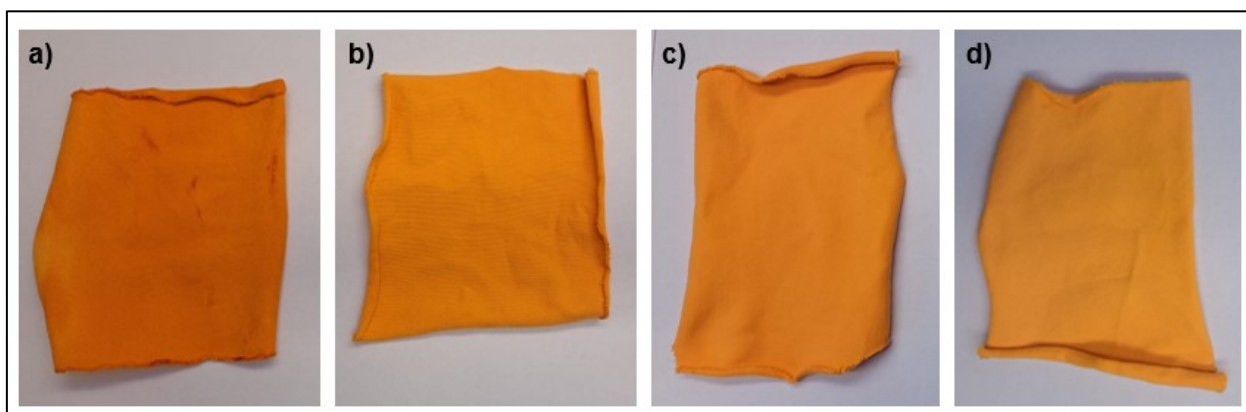
Observa-se que a maior intensidade de cor ocorreu para o tingimento com extrato de urucum em pH ácido (com valor de K/S de 167,68 para o padrão). A menor intensidade (K/S de 30,41) foi observada no pH básico, ao contrário do que foi observado no tingimento sem mordente da amostra de viscose.

Em comparação com a viscose, a variação das tonalidades com a mudança de pH é menos evidente, pois em todas as faixas de pH as tonalidades foram mais alaranjadas. Isso ocorreu em decorrência dos valores de a^* e b^* , que indicam, respectivamente, tonalidades mais avermelhadas e amareladas.

O ΔE para as faixas de pH natural do extrato e neutro (respectivamente de 0,42 e 0,87) está dentro dos valores aceitáveis comercialmente.

Na Figura 29 pode-se observar as amostras de poliamida tingidas sem mordente.

Figura 29 – Poliamida tinta sem mordente nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora.

Analogamente ao que foi feito para os tecidos de viscose, após o tingimento sem o uso de mordente, foram efetuados tingimentos em tecidos de poliamida previamente tratados com mordentes de alumínio de potássio e leite de soja.

Os resultados encontrados para cada mordente em termos de intensidade colorística e tonalidade podem ser observados nas Tabelas 15, para o mordente metálico e 16, para o mordente de leite de soja.

Tabela 15 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, com uso de mordente alumínio de potássio

Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
PA1aI	Ácido	68,73	34,30	67,76	81,98	9,47	
		64,45	41,86	63,98	159,84		
PA2aI	Natural	71,71	29,97	53,18	54,17	14,68	
		64,25	39,76	61,19	120,06		
PA3aI	Neutro	66,02	37,07	56,40	90,94	1,97	
		67,32	36,18	55,22	78,98		
PA4aI	Básico	63,57	40,85	60,37	125,06	1,28	
		64,56	40,19	59,88	113,89		

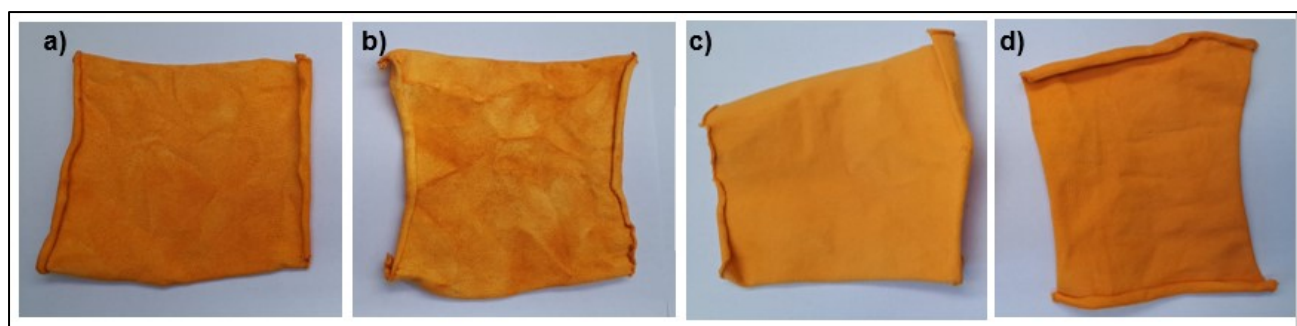
Fonte: elaborado pela autora.

A maior intensidade de cor ocorreu na amostra de pH ácido (159,84), porém, foi inferior ao tingimento sem mordente nesta mesma faixa de pH. Nas demais faixas

(natural do extrato, neutro e básico) a ação do mordente metálico aumentou a intensidade de cor, já que os valores aumentaram em comparação ao tingimento de poliamida sem mordente.

Em relação a presença de manchas, o ΔE das amostras para o pH neutro (1,97) e básico (1,28) estão dentro do limite de aceitação. Esse resultado pode ser observado nas amostras, ilustrado pela Figura 30.

Figura 30 – Tecidos de poliamida tintos e com uso de mordente alúmen de potássio nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora

Na Tabela 16 encontram-se os resultados para a poliamida com mordente de leite de soja.

Tabela 16 – Avaliação colorística das amostras de poliamida com extrato de urucum, com uso de mordente leite de soja

Amostra	pH	L*	a*	b*	K/S	ΔE	Cor
PA1aI	Ácido	58,56	45,06	61,18	191,40	7,82	
		64,39	39,92	60,24	117,65		
PA2aI	Natural	68,06	37,0	52,18	66,42	1,15	
		67,95	36,12	51,45	65,17		
PA3aI	Neutro	67,58	36,18	51,84	68,00	0,33	
		67,54	36	52,11	68,82		
PA4aI	Básico	70,09	35,44	41,60	40,53	0,77	
		70,82	35,69	41,69	38,71		

Fonte: elaborado pela autora.

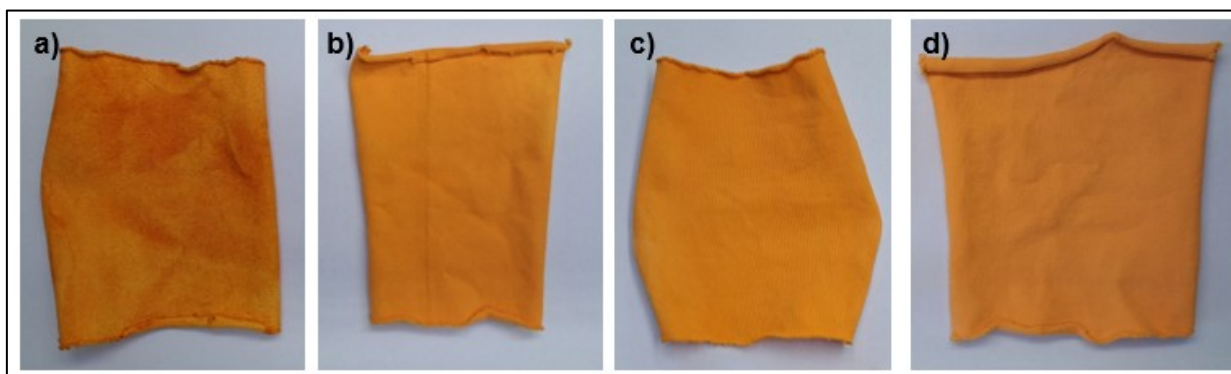
A amostra de pH básico, mesmo sendo aquela com um K/S médio de menor valor, obteve uma tonalidade levemente “neon” que não foi encontrada nas demais formulações de tingimentos.

Todas as amostras tiveram aumento na intensidade de cor se comparado ao tingimento sem mordente, logo, o leite de soja é considerado um bom mordente nesse aspecto. A ocorrência de maior K/S no pH ácido foi considerado o maior valor encontrado nesta pesquisa (191,40).

Observa-se que o ΔE para as amostras tintas em pH neutro e básico, respectivamente de 0,33 e 0,77, foram menores do que o tingimento com alúmen e sem uso de mordente. A amostra de extrato em pH ácido apresentou o maior valor de ΔE , mas a amostra em pH natural ainda está dentro do limite aceitável.

Na Figura 31 pode-se observar os tecidos de poliamida tingidas e com a aplicação de mordente de leite de soja.

Figura 31 – Tecidos de poliamida tintos e com uso de mordente leite de soja nas condições (a) em pH ácido (2,5), (b) sem ajuste de pH (5,5), (c) em pH neutro (7), e (d) em pH básico (12)



Fonte: elaborado pela autora.

A Tabela 17 a seguir expõe os resultados de K/S e de cor obtida pelo Datacolor® para todas as amostras de tecido de poliamida tinta com extrato de urucum.

É possível comparar os valores de K/S de todos os tingimentos feitos para a poliamida e determinar em quais condições obtém-se uma maior ou menor intensidade de cor, com a finalidade de comparação.

Tabela 17 - Avaliação colorística das amostras de tecido de poliamida tingida com extrato de urucum em diferentes mordentes e faixas de pH

pH	K/S médio		
	Sem Mordente	Alúmen de Potássio	Leite de Soja
Ácido	124,69±28,59	113,62±36,56	131,25±44,64
Natural	51,37±3,74	109,98±44,17	68,21±5,46
Neutro	46,22±2,80	91,73±9,72	68,06±4,48
Básico	32,08±1,47	132,32±13,20	39,29±1,33

Fonte: elaborado pela autora.

Assim como observado nas amostras de viscose, os resultados dependem do mordente e da faixa de pH a qual está sendo efetuado o tingimento, com o seu K/S médio variando de 32,08 (para tingimento sem mordente em pH básico) até 132,32 (com aplicação de mordente de alúmen e ajuste de pH básico). Ressalta-se que, se considerado o desvio padrão de cada amostra, esse valor pode chegar até um K/S de 175,89 (para o tingimento com extrato em pH ácido e pré-tratamento com mordente de leite de soja).

Analisando os desvios padrões, pode-se dizer que as amostras com menos manchas, ou seja, com K/S mais próximos em diferentes pontos, foram para o pH alcalino com mordente de leite de soja e sem mordente, nesta mesma faixa de pH. O maior índice de manchas foi identificado no tingimento com o leite de soja em pH ácido e alúmen nas faixas de pH natural e ácido.

4.3 ANÁLISE DO TINGIMENTO COM EXTRATO DE URUCUM

Os resultados com o percentual de esgotamento dos tingimentos para as fibras de viscose e de poliamida tingidas com o extrato de urucum, com e sem mordentes, estão apresentados na Tabela 18. Além do esgotamento (calculado segundo a Equação 14), foi calculada a concentração de bixina presente na amostra tinta (Equação 15).

Tabela 18 - Percentual de esgotamento e massa de bixina por grama de fibra para o tingimento sem mordente

Fibra	pH	% Esgotamento	Bixina (mg/g de fibra)
CV	Ácido	99,64±0,33	0,890±0,003
CV	Natural	80,22±4,13	0,691±0,035
CV	Neutro	73,84±3,21	0,652±0,028
CV	Básico	56,74±2,85	0,633±0,031
PA	Ácido	87,45±5,81	0,809±0,054
PA	Natural	80,49±0,31	0,705±0,003
PA	Neutro	75,06±1,04	0,676±0,009
PA	Básico	64,14±2,70	0,722±0,030

Fonte: elaborado pela autora.

Os tingimentos realizados, para ambas as fibras, em pH ácido, obtiveram os maiores percentuais de esgotamento, assim como também obtiveram valores maiores de K/S. A amostra com maior quantidade de bixina foi a tinta em pH ácido para a fibra de viscose, uma vez que apresentou o maior esgotamento. Para a fibra de poliamida, a amostra que apresentou uma concentração de bixina maior no tingimento foi correspondente aquele que produziu a maior intensidade colorística, em pH ácido. Nota-se que a bixina apresenta menos afinidade com a fibra quando o tingimento é realizado em pH neutro.

Da mesma forma, na Tabela 19 apresenta-se o esgotamento dos tingimentos efetuados com extrato de urucum e pré-tratamento dos tecidos com solução de alúmen de potássio. Também é exposta a concentração de bixina presente nas amostras tintas.

Tabela 19 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de alúmen de potássio

(continua)

Fibra	pH	% Esgotamento	Bixina (mg/g de fibra)
CV	Ácido	99,15±0,70	0,682±0,002
CV	Natural	99,32±0,06	0,823±0,0005
CV	Neutro	99,36±0,05	0,838±0,0006

Tabela 19 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de alúmen de potássio

(conclusão)

Fibra	pH	% Esgotamento	Bixina (mg/g de fibra)
CV	Básico	99,33±0,11	0,934±0,001
PA	Ácido	99,84±0,04	0,811±0,0004
PA	Natural	99,82±0,03	0,857±0,0003
PA	Neutro	99,84±0,01	0,884±0,0001
PA	Básico	99,83±0,01	1,001±0,0001

Fonte: elaborado pela autora.

Quando empregado o alúmen de potássio como mordente, os esgotamentos foram muito altos, próximos a 99%. Já os teores de bixina na fibra ocorreram em maior quantidade em ambas as fibras no pH básico, mesmo não sendo as amostras com maiores valores de K/S. Para a poliamida, o K/S médio no pH básico realmente foi o maior comparado às demais faixas, mas para a fibra celulósica isto não foi observado, a não ser que, dados os desvios padrões, a faixa no pH básica atingisse seu valor máximo e o pH ácido atingisse o seu valor mínimo. Essa última situação seria uma possibilidade para justificar esse comportamento da bixina.

Apesar dos valores elevados de esgotamento, o alúmen de potássio apresentou uma grande quantidade de manchas, tendo poucas amostras com ΔE inferior a 2, logo, não será dada continuidade a análise com este mordente.

Analogamente, na Tabela 20 é observado o esgotamento dos tingimentos com o pré-tratamento de solução de leite de soja. Também é exposto a massa de bixina presente nessas amostras.

Tabela 20 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de leite de soja

(continua)

Fibra	pH	% Esgotamento	Bixina (mg/g de fibra)
CV	Ácido	95,77±2,68	0,727±0,020
CV	Natural	62,97±12,91	0,490±0,100
CV	Neutro	61,07±3,30	0,498±0,027

Tabela 20 - Percentual de esgotamento e concentração de bixina por grama de fibra para o tingimento com pré-tratamento de leite de soja

(conclusão)

Fibra	pH	% Esgotamento	Bixina (mg/g de fibra)
CV	Básico	12,37±4,19	0,117±0,032
PA	Ácido	99,23±0,01	0,717±0,0001
PA	Natural	94,71±0,04	0,507±0,001
PA	Neutro	63,8±12,68	0,452±0,089
PA	Básico	25,57±8,34	0,228±0,074

Fonte: elaborado pela autora.

Já o mordente de solução de leite de soja promoveu que os tingimentos apresentassem um esgotamento de aproximadamente 95% para a viscose em pH ácido e 99% para a poliamida na mesma faixa de pH. Nota-se também, ao comparar com os dados apresentados na Tabela 17, que os valores maiores de K/S tem maior percentual de esgotamento, e diminui conforme o pH aumenta, ou seja, em meio alcalino. Esse comportamento ocorreu em ambas as fibras.

Isso se refletiu na concentração de bixina por grama de fibra, as menores quantidades observadas em comparação aos outros tingimentos. A exceção é dada pelo pH ácido na viscose, que no alúmen teve um teor ainda menor que o do leite de soja.

4.4 TESTES DE SOLIDEZ A LAVAGEM

4.4.1 Avaliação da solidez das amostras quanto à alteração da cor

Para a realização dos testes de solidez à lavagem foi utilizada uma adaptação da norma NBR ISO 105-C06 Ciclo A1S - Solidez de cor à lavagem doméstica e comercial, com o intuito de verificar a fixação do corante na fibra. Na Tabela 21, são apresentadas as notas de solidez da cor a lavagem quanto à alteração da cor no tecido de viscose e poliamida, utilizando a escala de cinza.

As notas são definidas de 1 a 5, sendo que o maior valor indica nenhuma alteração e consequentemente o menor valor a maior alteração da cor.

Tabela 21 – Notas de alteração de cor para poliamida e viscose tingidas com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja

Amostra	pH	Alteração de cor
CV1sm	Ácido	4/5
CV2sm	Natural	5
CV3sm	Neutro	5
CV4sm	Básico	4
PA1sm	Ácido	4
PA2sm	Natural	4/5
PA3sm	Neutro	4
PA4sm	Básico	4/5
CV1ls	Ácido	4/5
CV2ls	Natural	5
CV3ls	Neutro	5
CV4ls	Básico	5
PA1ls	Ácido	4
PA2ls	Natural	5
PA3ls	Neutro	5
PA4ls	Básico	5

Fonte: elaborado pela autora.

As notas obtidas, sobretudo para a viscose e poliamida mordentadas com leite de soja foram excelentes, exceto pela tinta em pH ácido. Sem a aplicação de mordente, as amostras ainda assim tiveram pouca (para a poliamida) ou nenhuma (para a viscose em pH natural e neutro) alteração de cor neste teste de solidez.

Nas fibras de viscose, foram observados valores melhores aos encontrados por Zaman *et al.* (2018), no qual foram utilizados mordentes metálicos. No trabalho de Gonçalves *et al.* (2023) também foram obtidas notas similares para a poliamida tinta com extrato de urucum.

Os resultados para o ciclo de 5 lavagens comerciais para verificar a alteração de cor das amostras que obtiveram notas excelentes podem ser vistos na Tabela 22.

Tabela 22 – Notas de alteração de cor para poliamida e viscose tingidas com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja

Amostra	pH	Alteração de cor				
		Ciclo 1	Ciclo 2	Ciclo 3	Ciclo 4	Ciclo 5
CV2sm	Natural	5	4/5	3	2/3	1/2
CV3sm	Neutro	5	4/5	3/4	2/3	1/2
CV2ls	Natural	5	3/4	3	2	1
CV3ls	Neutro	5	4/5	3	2/3	2
CV4ls	Básico	5	3/4	3	2	2
PA2ls	Natural	5	4/5	4	3/4	3
PA3ls	Neutro	5	4/5	3/4	3	3
PA4ls	Básico	5	5	4/5	4/5	4

Fonte: elaborado pela autora.

Conforme as lavagens, as amostras tiveram suas notas de solidez reduzidas, ou seja, sofreram alteração de cor. As amostras de viscose sem mordente, embora tenham chegado ao final do último ciclo com grande alteração de cor, permaneceram igualizadas e com uma coloração intensa. Já as amostras da mesma fibra, porém com pré-tratamento de leite de soja, apresentaram manchas.

Os tecidos de poliamida apresentaram menor alteração da cor, bem igualizados e com cores intensas. O tingimento de PA com mordente de leite de soja em pH básico apresentou a melhor solidez, com pouca alteração de cor, sendo comercialmente aceitável até o 4º ciclo de lavagem. Com isso, essa é a amostra com o melhor resultado e que será estudada em detalhes nesta pesquisa.

4.4.2 Avaliação da solidez das amostras quanto à transferência da cor

Na Tabela 23, são apresentadas as notas de solidez da cor a lavagem quanto à transferência da cor no tecido para as amostras de viscose, utilizando a escala de cinza.

As notas são definidas de 1 a 5, sendo que o maior valor indica nenhuma transferência e consequentemente o menor valor a maior transferência de cor.

Tabela 23 – Notas de solidez à lavagem para viscose tingida com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja

Amostra	Tecidos Testemunha							CO alvejado	CA
	CO	WO	CV	SK	PAC	PES	PA		
CV1sm	4/5	4/5	3	3	5	5	3	3	5
CV2sm	2	2	1	1	5	5	1	1	4/5
CV3sm	4	3/4	2/3	3	5	5	3	3	4/5
CV4sm	2	1/2	1	1	5	5	1	1	4/5
CV1ls	1/2	1/2	1	1	5	5	1	1	3
CV2ls	3	3	1	1	5	5	2	1	4
CV3ls	3	3/4	1	1	5	5	4/5	1	4/5
CV4ls	4	3/4	3	1	5	5	4/5	1	4/5

Fonte: elaborado pela autora.

Já quanto à transferência de cor, todas as amostras de viscose apresentaram notas ruins para as fibras naturais, principalmente a seda (SK) e o algodão alvejado (CO). Isso pode sugerir novos estudos utilizando tingimento e mordentagem nessas condições para essas duas fibras. Tendo em vista que os valores aceitáveis comercialmente são aqueles entre 4 e 5, pode-se afirmar que as únicas fibras que estão dentro dessa faixa são as fibras sintéticas acrílico (PAC) e poliéster (PES).

Ao verificar nas mesmas faixas de pH de tingimento, o mordente de leite de soja na viscose melhorou a solidez para a transferência de cor apenas na fibra de PA. Em contraponto, o mordente ocasionou notas menores para a transferência de cor na SK.

Em comparação com a pesquisa de Zaman *et al.* (2018), as notas para transferência de cor foram um pouco menores para a lã, embora as demais tenham sido muito similares, com pouca ou nenhuma transferência para fibras sintéticas e maior para as fibras celulósicas.

Na Tabela 24, são apresentadas as notas de solidez da cor a lavagem quanto à transferência da cor no tecido para as amostras de poliamida, utilizando a escala de cinza.

Tabela 24 – Notas de solidez à lavagem para poliamida tingida com extrato de urucum com e sem aplicação de mordente de leite de soja

Amostra	Tecidos Testemunha								
	PA	WO	CV	SK	PAC	PES	PA	CO alvejado	CA
PA1sm	4	4/5	2	3	5	5	4	3	5
PA2sm	3/4	4/5	2/3	2/3	5	5	4/5	3	5
PA3sm	3	4/5	3	4/5	5	5	4/5	3	5
PA4sm	4	4/5	3	4/5	5	5	5	4	5
PA1ls	2	4/5	2/3	2	5	5	2/3	1/2	4/5
PA2ls	4	4/5	3	3	5	5	3	3	5
PA3ls	3	4	3	4	5	5	3/4	2/3	4/5
PA4ls	3	4/5	3	4	5	5	4/5	3	4/5

Fonte: elaborado pela autora.

Diferentemente da viscose, a poliamida apresentou notas melhores para a transferência de cor, para além das fibras sintéticas PAC e PES, mas também o acetato (CA). A poliamida (PA) e a lã (WO) também obtiveram valores aceitáveis para o tingimento sem mordente.

A ação do mordente de leite de soja, contudo, não exerceu melhoras na solidez à transferência de cor para nenhuma as fibras.

Optou-se por continuar os estudos e refinar as análises para a amostra de PA4ls, uma vez que apresentou os melhores resultados para a solidez quanto à alteração de cor e resultados aceitáveis para a maioria das fibras quanto à transferência de cor.

Embora a amostra de PA4sm tenha tido notas melhores quanto à transferência de cor e tenha tido um melhor esgotamento em comparação à amostra mordentadas com leite de soja, foi escolhido estudar esta última devido ao interesse em estudar o mecanismo de ação do mordente proteico e seus efeitos no tingimento.

Já para a viscose, os estudos seguiram para a mostra CV3sm, pois apresentou uma nota alta para alteração de cor, notas medianas para a transferência e bons resultados em termos de igualização e esgotamento.

Os resultados encontrados no presente trabalho para a poliamida se assemelham aos obtidos por Gonçalves *et al.* (2023), no qual também foi observado o pior resultado para a fibra de algodão em termos de transferência de cor.

4.5 SOLIDEZ A FRICÇÃO

Os resultados de solidez da cor à fricção a seco para os tecido-testemunha de 100% algodão alvejado e 95% de poliamida estão apresentados na Tabela 25.

As notas são definidas de 1 a 5, sendo que o maior valor indica nenhuma transferência e consequentemente o menor valor a maior transferência de cor.

Tabela 25 – Notas de solidez da cor à fricção a seco dos tecidos de viscose e poliamida tingidos com o corante extraído das sementes de urucum

Substrato	Nota
Viscose sem mordente tinta com extrato de urucum em pH neutro	5
Poliamida mordentada com leite de soja tinta com extrato de urucum em pH alcalino	2/3

Fonte: elaborado pela autora.

Uma vez que o tecido, quando friccionado a seco, não transfere tanto corante já que a presença da água é a responsável por facilitar a remoção do corante da superfície do tecido tinto, as notas encontradas foram excelentes para a viscose, porém o substrato de poliamida teve uma transferência alta. Esses resultados foram semelhantes aos encontrados no estudo de Bueno *et al.* (2022), avaliando a transferência de cor em viscose.

Para os resultados encontrados na poliamida, ao comparar com a literatura, o que mais se aproximou foi o estudo de Subhashini *et al.* (2009), no qual foi utilizado seda ao invés da poliamida.

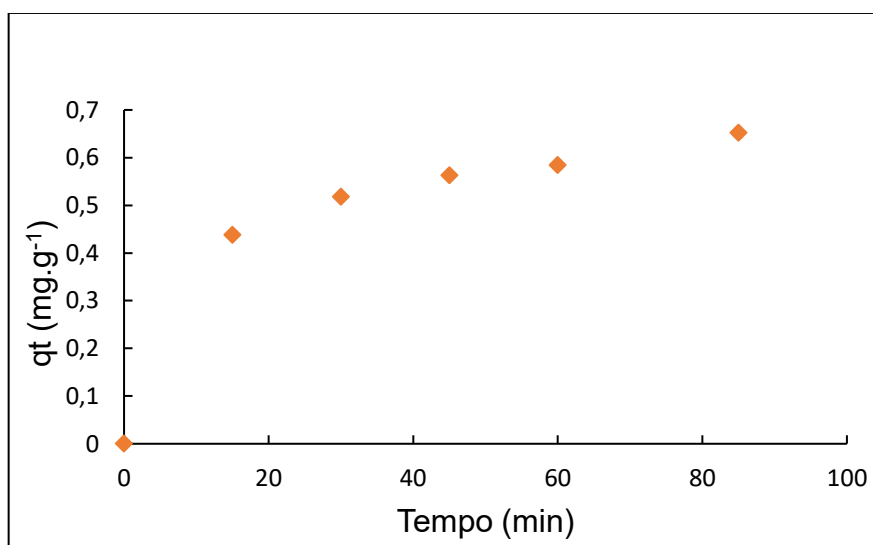
Considerando que a amostra de poliamida foi mordentada com a solução de leite de soja, o qual, segundo Desnos (2016), não faz ligações químicas com a fibra, este comportamento sugere que as proteínas da soja estão apenas depositadas sobre o tecido. Com isso, ao ser friccionado, a camada de proteína é desfeita e ocorre a alteração de cor. No caso da viscose, a qual foi tinta sem mordente, ocorreu uma

ligação química diretamente do corante de urucum com a celulose, o que mantém a solidez ao ser esfregado o tecido.

4.6 CINÉTICA DE ADSORÇÃO

Nesta etapa optou-se por dar continuidade apenas nos tingimentos de poliamida com extrato em pH básico e mordentadas com leite de soja e para viscose com extrato em pH neutro e sem uso de mordente. Os dados da cinética de adsorção do extrato das sementes de urucum obtidos experimentalmente foram analisados usando o modelo de pseudo-primeira ordem (equação 2) bem como o modelo cinético de pseudo-segunda ordem (equação 4). O efeito do tempo de contato na adsorção do extrato do corante natural de urucum na viscose é apresentado na Figura 32.

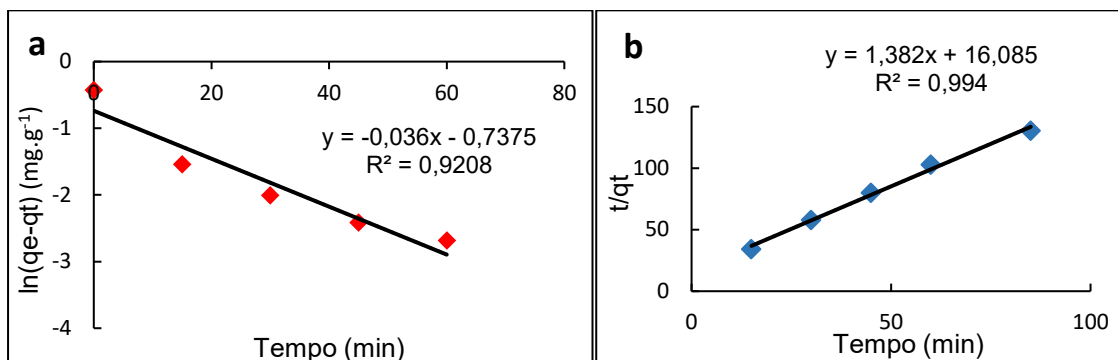
Figura 32 – Efeito do tempo de contato na adsorção de bixina no substrato de viscose sem adição de mordente e extrato em pH neutro



Fonte: elaborado pela autora.

O ajuste linear dos modelos de pseudo-primeira ordem e pseudo-segunda ordem para o tingimento da viscose são apresentados na Figura 33.

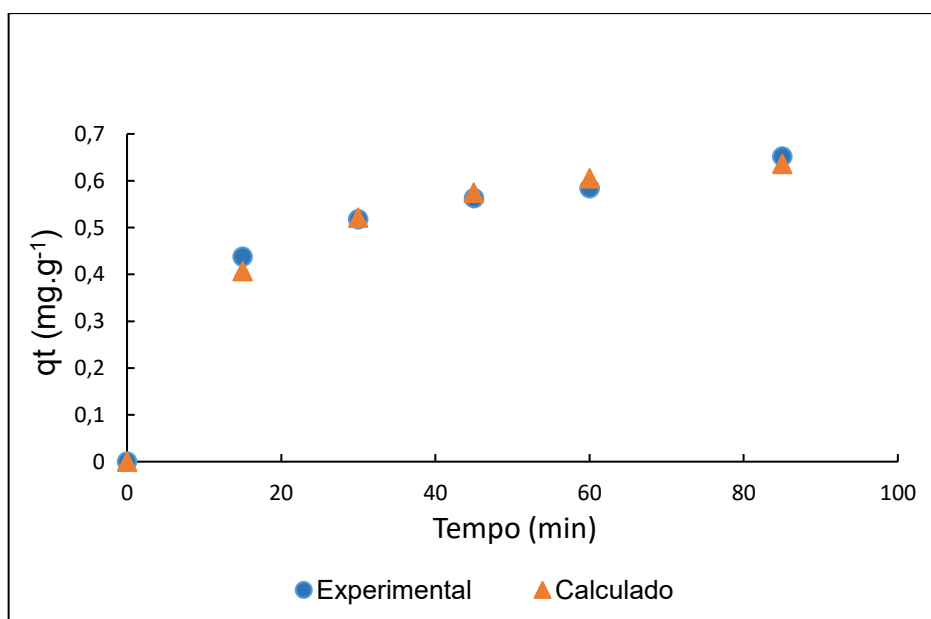
Figura 33 – Linearização dos modelos de pseudo-primeira ordem (a) e pseudo-segunda ordem (b) para viscose



Fonte: elaborado pela autora.

A partir dos gráficos apresentados na Figura 33, o modelo o qual melhor descreveu a adsorção do extrato de bixina em pH neutro no substrato de viscose sem mordente foi o de pseudo-segunda ordem, visto que os dados experimentais mostram bom ajuste linear, com R^2 de 0,994. Com isto, foi calculado por meio das equações de cinética de pseudo-segunda ordem o coeficiente K e o q_e . Na Figura 34 exibe-se o gráfico com as informações obtidas para este tingimento.

Figura 34 – Comparativo entre os valores experimentais e calculados pela cinética de pseudo-segunda ordem para a viscose



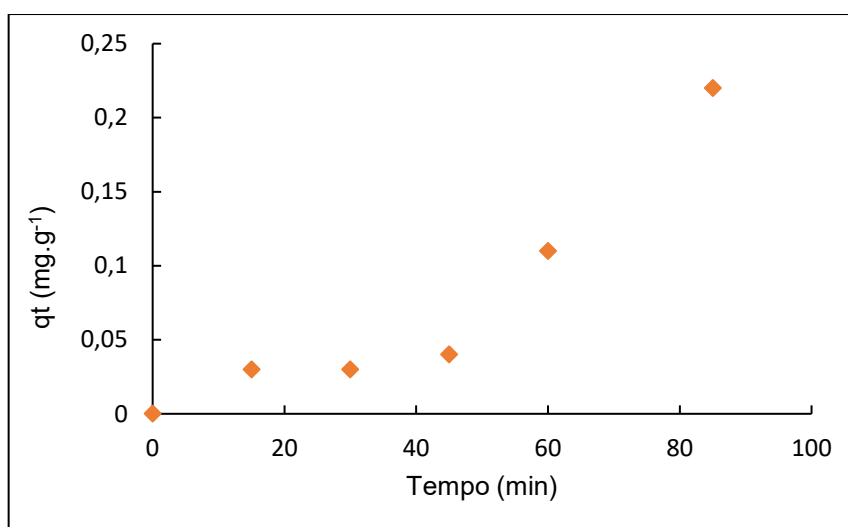
Fonte: elaborado pela autora.

Observa-se que os valores experimentais e calculados são bem próximos, reforçando que o ajuste para este modelo é adequado.

Analogamente, foi determinado o efeito do tempo na adsorção da fibra de poliamida, e o ajuste linear dos modelos de pseudo-primeira ordem e pseudo-segunda ordem para o tingimento da poliamida.

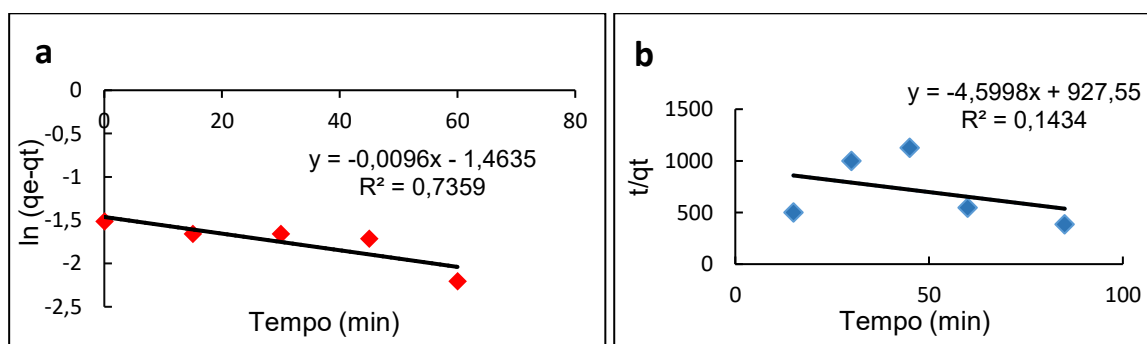
São apresentados na Figuras 35 e 36, respectivamente o efeito do tempo e os ajustes lineares para a fibra sintética.

Figura 35 – Efeito do tempo de contato na adsorção de bixina no substrato de poliamida com mordente de leite de soja e extrato em pH alcalino



Fonte: elaborado pela autora

Figura 36 – Linearização dos modelos de pseudo-primeira ordem (a) e pseudo-segunda ordem (b) para poliamida



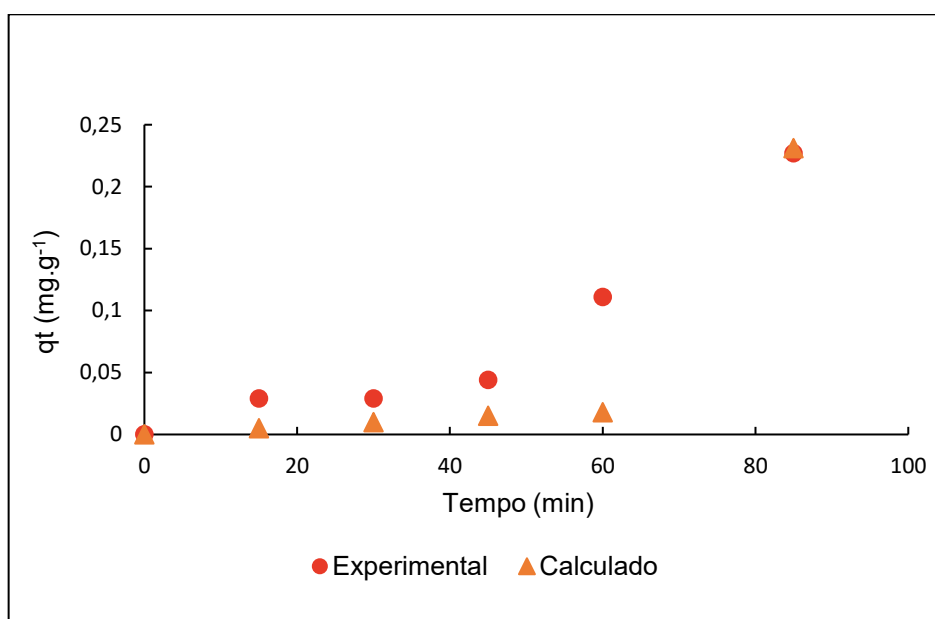
Fonte: elaborado pela autora.

Em decorrência dos gráficos apresentados para as linearizações, o modelo o qual melhor descreveu a adsorção do extrato de bixina em pH básico no substrato de

poliamida com mordente de leite de soja foi o de pseudo-primeira ordem, visto que os dados experimentais mostram um maior ajuste linear, com R^2 de 0,7359, contra o ajuste linear de R^2 de 0,1434, muito baixo, para o modelo de pseudo-segunda ordem.

Foi calculado por meio das equações de cinética de pseudo-primeira ordem o coeficiente K e o q_e . Na Figura 37 encontra-se o gráfico com as informações obtidas para este tingimento.

Figura 37 – Comparativo entre os valores experimentais e calculados pela cinética de pseudo-primeira ordem para a poliamida



Fonte: elaborado pela autora.

Já para esta fibra, o ajuste do modelo não teve tanta correspondência entre os valores experimentais com os calculados. Isso pode ter ocorrido porque o pré-tratamento com o leite de soja interfere no tingimento.

Na Tabela 26 exibe-se os tempos, as respectivas temperaturas e as concentrações médias de bixina no banho e na fibra de viscose.

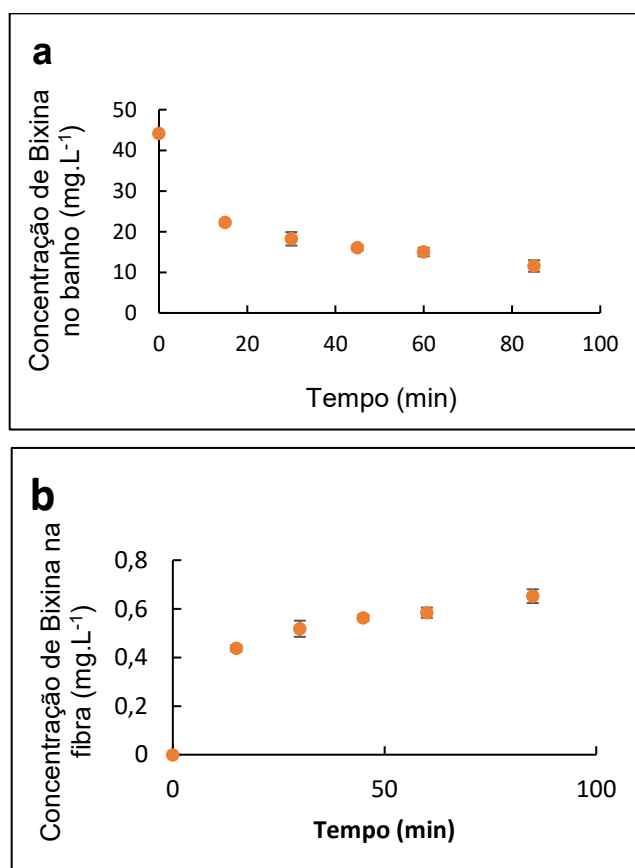
Tabela 26 – Valores obtidos no experimento de cinética para o tingimento de viscose com extrato de urucum sem mordente.

Tempo (min)	Temperatura (°C)	Concentração média de bixina no banho (mg.L ⁻¹)	q _t médio (mg.g ⁻¹)
0	25	44,164±0	0
15	69,7	22,27±0,62	0,44±0,01
30	100	18,23±1,66	0,52±0,03
45	100	16,01±0,62	0,56±0,01
60	100	14,98±1,05	0,58±0,02
85	100	11,56±1,42	0,65±0,03

Fonte: elaborado pela autora.

A Figura 38 complementa a visualização da tabela exibindo o desvio padrão nos gráficos da concentração de bixina ao longo do tempo, no banho e na fibra celulósica.

Figura 38 – Concentração média de bixina no banho de tingimento (a) e concentração média de bixina na fibra para o tingimento de viscose (b)



Fonte: elaborado pela autora.

Analogamente, a Tabela 27 mostra os tempos, as temperaturas e as concentrações médias de bixina para o tingimento da fibra de poliamida mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico.

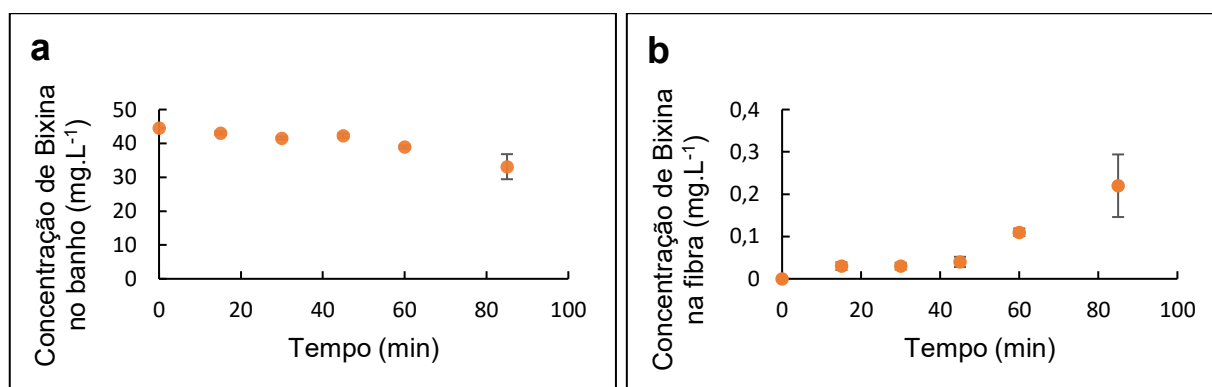
Tabela 27 – Valores obtidos no experimento de cinética para o tingimento de poliamida com extrato de urucum com mordente de leite de soja

Tempo (min)	Temperatura (°C)	Concentração média de bixina no banho (mg.L ⁻¹)	q _t médio (mg.g ⁻¹)
0	25	44,51±0	0
15	75,8	43,06±0,46	0,029±0,009
30	100	43,02±0,44	0,030±0,008
45	100	42,31±0,61	0,044±0,012
60	100	38,94±0,46	0,111±0,009
85	100	33,13±3,70	0,228±0,074

Fonte: elaborado pela autora.

Na Figura 39 encontram-se os gráficos de concentração de bixina no banho e na fibra, com o desvio padrão, para o respectivo tingimento.

Figura 39 – Concentração média de bixina no banho de tingimento (a) e concentração média de bixina na fibra para o tingimento de poliamida (b)



Fonte: elaborado pela autora.

A Tabela 28 apresenta uma comparação entre os ajustes de primeira e segunda ordem para as fibras de viscose e poliamida. Nota-se que as quantidades de corante obtidas experimentalmente ($q_{e\text{exper}}$) se aproximam do q_e ($q_{e\text{calc}}$) do modelo de

pseudo-segunda ordem para a viscose. Além disso, o valor do coeficiente de determinação (R^2) foi de 0,994 e 0,921 para essa mesma fibra, respectivamente para segunda e primeira ordem, logo, é superior ao valor obtido para o modelo cinético de pseudo-segunda ordem.

Tabela 28 - Comparação dos modelos cinéticos de pseudo-primeira e pseudo-segunda ordem para o tingimento de viscose e poliamida com extrato de urucum

Substrato	Modelo de pseudo-primeira ordem			
	q_e exper.	K (min ⁻¹)	q_e calculado	R^2
Viscose	0,652	0,036	0,075	0,921
Poliamida	0,22	0,0096	0,041	0,736

Substrato	Modelo de pseudo-segunda ordem			
	q_e exper.	K (g fibra.mg corante ⁻¹ min ⁻¹)	q_e calculado	R^2
Viscose	0,652	0,1187	0,723	0,994
Poliamida	0,22	0,0228	-0,217	0,143

Fonte: elaborado pela autora.

Dessa forma, para o tingimento de viscose sem uso de mordente, a cinética de segunda ordem revela que o mecanismo de velocidade de reação é a adsorção química, assim como o encontrado no trabalho de Wang *et al.* (2017). Ou seja, a etapa limitante do processo é a adsorção no sólido, a qual envolve atrações eletrostáticas a partir da troca ou compartilhamento de elétrons entre o adsorvente e adsorvato.

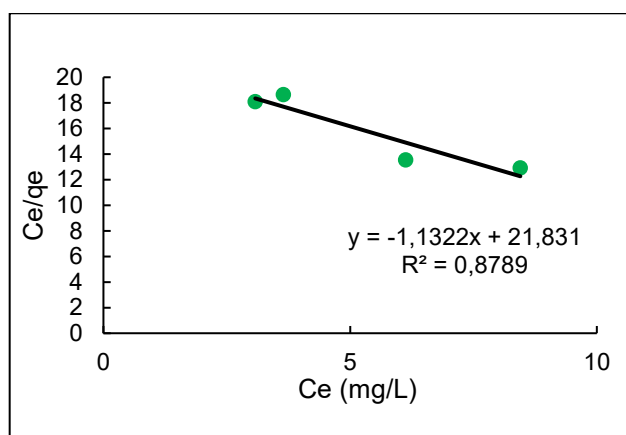
Para a poliamida, o modelo de pseudo-primeira ordem apresentou valores discrepantes de $q_{e\text{experimental}}$ e $q_{e\text{calculado}}$ para ambos os modelos, porém, para o modelo de pseudo-primeira ordem o R^2 foi consideravelmente maior (0,736) em relação ao de pseudo-segunda ordem (0,143). Além disso, neste modelo o $q_{e\text{calculado}}$ obteve um valor negativo. Dessa forma, a cinética de pseudo-primeira ordem indica que a adsorção desse tingimento é física, assim como o tingimento de Zamri *et al.* (2017).

4.7 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO

De modo análogo aos estudos da cinética, optou-se por realizar esta etapa apenas nos substratos selecionados com base nos melhores desempenhos no ensaio de solidez e igualização de cor.

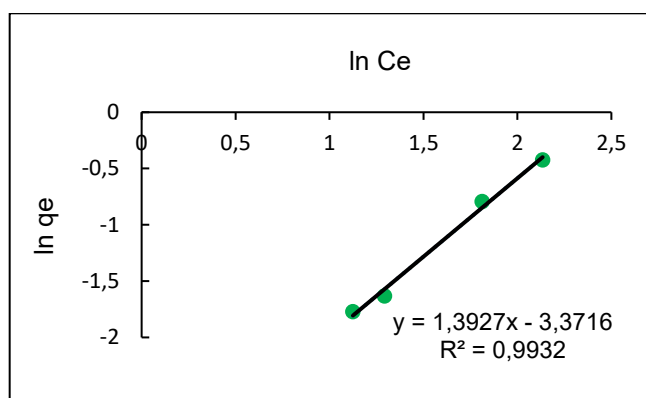
Os dados experimentais obtidos para os processos de adsorção foram estudados com base nos modelos de Langmuir e de Freundlich. Para o tingimento em viscose, os gráficos linearizados das isotermas de Langmuir e Freundlich são mostrados nas Figuras 40 e 41, respectivamente.

Figura 40 - Isoterma de Langmuir para a viscose sem mordente e com extrato em pH neutro



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 41 - Isoterma de Freundlich para a viscose sem mordente e com extrato em pH neutro

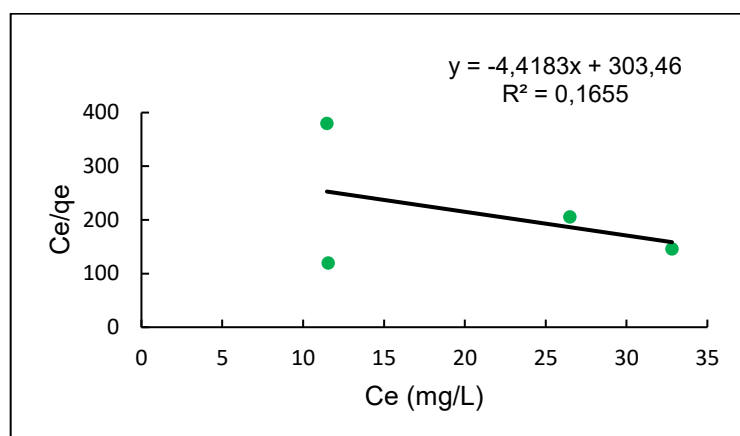


Fonte: elaborado pela autora.

Conforme observado, o modelo de Freundlich parece ser mais adequado para representar o tingimento em substrato de viscose, visto que possui o maior valor de R^2 (0,9932).

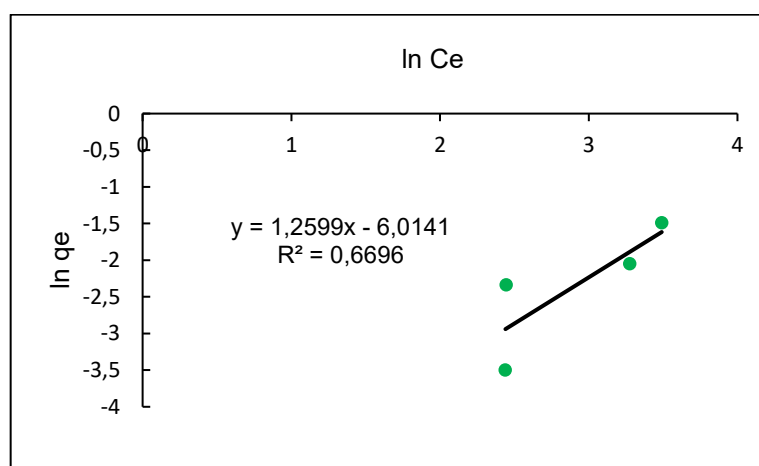
Para o tingimento em poliamida, os gráficos linearizados das isotermas de Langmuir e Freundlich são mostrados nas Figuras 42 e 43, respectivamente.

Figura 42 - Isoterma de Langmuir para a poliamida com mordente de leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 43 - Isoterma de Freundlich para a poliamida com mordente de leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico



Fonte: elaborado pela autora.

Analogamente ao realizado para a viscose, foi observado que o modelo de Freundlich também parece ser mais adequado para representar o tingimento em substrato de poliamida, visto que possui o maior valor de R^2 (0,6696).

A fim de determinar a adequação dos modelos isotérmicos, compararam-se os parâmetros de regressão obtidos para Langmuir e Freundlich na Tabela 29.

Tabela 29 - Comparação para os modelos isotérmicos de Langmuir e de Freundlich nos substratos têxteis

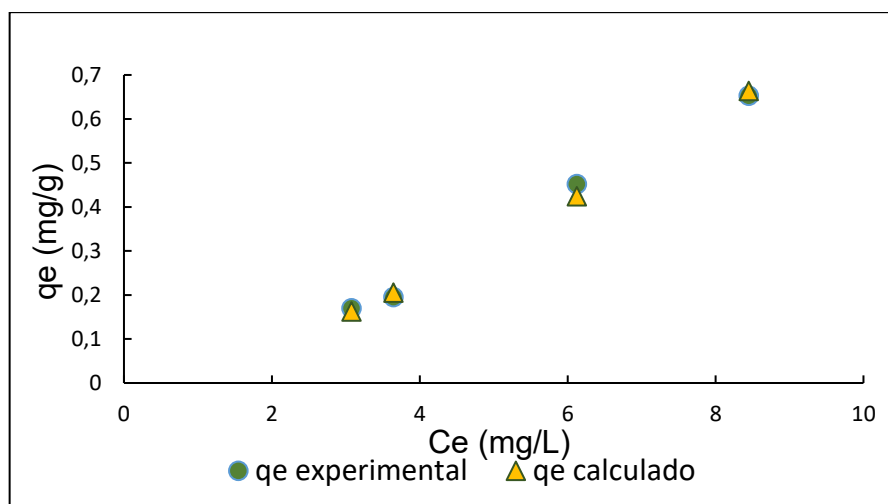
Modelo	Parâmetro	Substrato	
		Viscose	Poliamida
Langmuir	$q_{\text{máx}}$ (mg.g ⁻¹)	-1,1322	-4,4183
	K_L (L.g ⁻¹)	0,0458	0,0033
	R_L	1,0547	1,0147
	R^2	0,8789	0,1655
Freundlich	K_F (L.g ⁻¹)	0,0340	0,0024
	n	0,7180	0,7930
	R^2	0,9932	0,6696

Fonte: elaborado pela autora.

Conforme as informações da Tabela 29, observa-se que os valores de R^2 da poliamida são menores do que para a viscose em ambos os modelos. A hipótese é de que o leite de soja tenha interferido, dificultando os modelos de isothermas, os quais consideram as interações entre corante e fibra, de determinarem com maior precisão o mecanismo de tingimento.

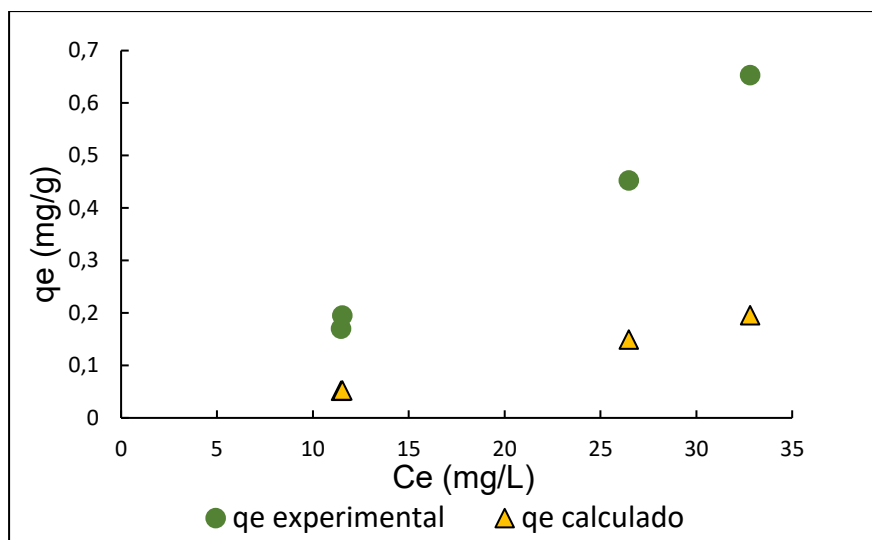
Para a visualização da efetividade dos modelos, nas Figuras 44 e 45 são apresentados os ajustes dos dados experimentais para o modelo da isoterma de Freundlich do tingimento com corante natural nas fibras de CV e PA, respectivamente.

Figura 44 – Isoterma de tingimento da viscose



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 45 – Isoterma de tingimento da poliamida



Fonte: elaborado pela autora.

Observando os dados fornecidos pela Tabela 29 e a curva obtida pelos gráficos da Figura 41 e da Figura 43, o valor de $q_{\text{máx}}$ negativo revela que essa isoterma não descreve esse tingimento, uma vez que a adsorção máxima do corante na fibra não pode ser negativa, conceito elucidado de acordo com Chairat *et al.* (2005).

Além disso, o modelo de Langmuir está associado a uma forte interação entre o adsorvente e adsorvato, com polaridades opostas e um número limitado de sítios, o que não ocorre para esse tingimento (Salem, 2010).

Em contrapartida, o modelo de Freundlich é geralmente descrito para interações fracas entre o corante e a fibra, sendo comum essas interações ocorrerem por ligações de hidrogênio ou forças de Van der Waals, uma vez que o corante e a fibra costumam ter a mesma polaridade (Salem, 2010).

De acordo com Naidis *et al.* (2022), o esgotamento do corante de urucum diminui conforme aumenta-se a porcentagem de aplicação deste corante. Em sua pesquisa, é descrito que 6% s.p.m. de urucum permaneceu no banho de tingimento, uma vez que a saturação do algodão foi atingida, comportamento semelhante ao estabelecido pelos corantes diretos em fibras celulósicas.

Os autores ainda descrevem que o modelo de adsorção encontrado indica uma formação de uma monocamada, com predominância de interações de Van der Waals entre o corante de urucum e as moléculas alongadas de celulose. Isto significa que essas moléculas se aproximam o suficiente para permitir o desenvolvimento dessas interações de que operam em distâncias curtas.

O mesmo comportamento foi observado por esses autores em adsorção do tipo Freundlich no corante de urucum em lã, ocorrendo principalmente através de interações eletrostáticas entre a fibra de lã (catiônica) e as moléculas de urucum (aniônicas).

Assim, pode-se afirmar que os resultados obtidos, tanto para a viscose (celulósica, aniônica em água) quanto para a poliamida tratada com leite de soja (catiônica) no presente trabalho estão em consonância com os encontrados por Naidis *et al.* (2022).

4.8 CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Por meio da avaliação de FTIR, a qual busca verificar vibrações decorrentes de determinados grupos funcionais, verificou-se a encontrar a presença de alguns desses grupos nos substratos analisados.

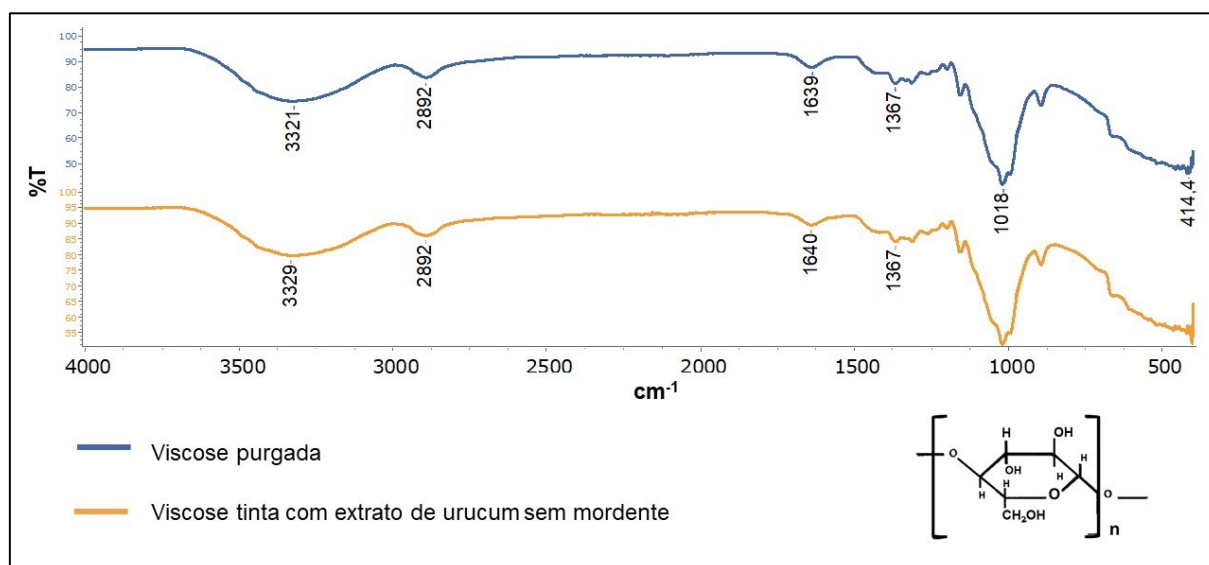
Apesar do espectro de infravermelho caracterizar uma molécula como um todo, certos grupos de átomos originam bandas que ocorrem em determinadas frequências, independente de qual seja a estrutura da molécula em questão. É nesse conceito que é baseada a identificação das estruturas presentes nos compostos/substratos analisados (Silverstein *et al.*, 2013).

Foi observado o espectro das amostras apenas purgadas, da poliamida mordentada com leite de soja e os tingimentos selecionados: viscose sem mordente tingida com extrato de urucum em pH neutro e poliamida mordentada com leite de soja e tingida com extrato em pH alcalino.

Também foram realizadas leituras no extrato alcóolico de urucum puro, a fim de buscar alguma evidência dos grupos presentes nos carotenoides bixina e norbixina e no leite de soja também puro.

A Figura 46 exibe os grupos funcionais captados pelo espectro FTIR para amostra de viscose purgada e tinta com extrato de urucum em pH neutro.

Figura 46 - Análise FTIR para a viscose purgada e tinta, com a fórmula estrutural do monômero da celulose regenerada



Fonte: elaborado pela autora. Fórmula adaptada de Alcântara e Daltin (1996).

A presença do grupo hidroxila (OH), cuja banda se dá em 3329 cm^{-1} e 3321 cm^{-1} é aparente nas duas amostras, assim como a banda de 2892 cm^{-1} é uma característica de ligação de C-H da celulose (Mendes, 2020), também comum a ambas.

Observando as bandas menores, na faixa de 1639 cm^{-1} para a CV purgada e 1640 para a CV tingida, é possível observar a banda que indica a hidroxila absorvida da celulose, enquanto em 1367 cm^{-1} , tem-se a banda representada pela vibração do grupo C-H. Já em 1314 cm^{-1} , é um indicativo da vibração de estiramento da C-O da celulose (Sülar e Devrin, 2019).

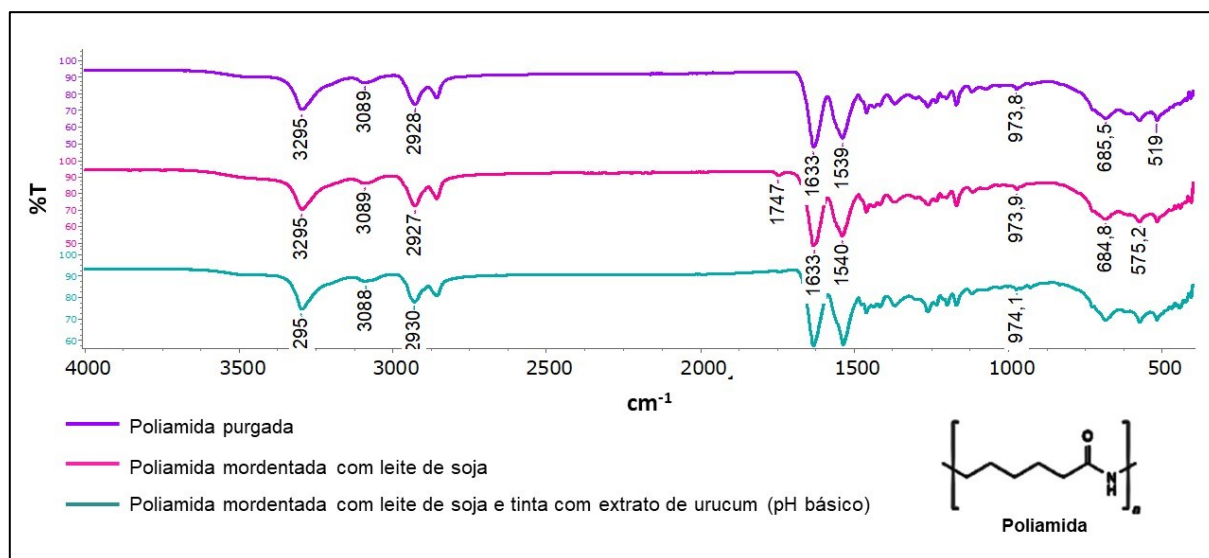
As vibrações de estiramento, também denominadas de deformações axiais geralmente demandam mais energia do que as ligações de dobramentos (deformações angulares), por isso, comumente são observadas em números de onda maiores. Apesar disso, a região comumente encontrada para a absorção da ligação C-O é entre 1300 e 800 cm^{-1} (Silverstein *et al.*, 2013).

A banda maior em 1018 cm^{-1} refere-se ao estiramento da ligação C-O-H (Thang e Huong, 2021).

Da mesma forma, observam-se essas mesmas bandas de absorção para o substrato de viscose tinta com o extrato de urucum em pH neutro, sem grandes diferenças entre os dois espectros.

A Figura 47 revela os grupos funcionais captados pelo espectro FTIR para a amostra de poliamida purgada, mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH alcalino.

Figura 47 - Análise FTIR para a poliamida apenas purgada, mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH alcalino, e fórmula estrutural da PA



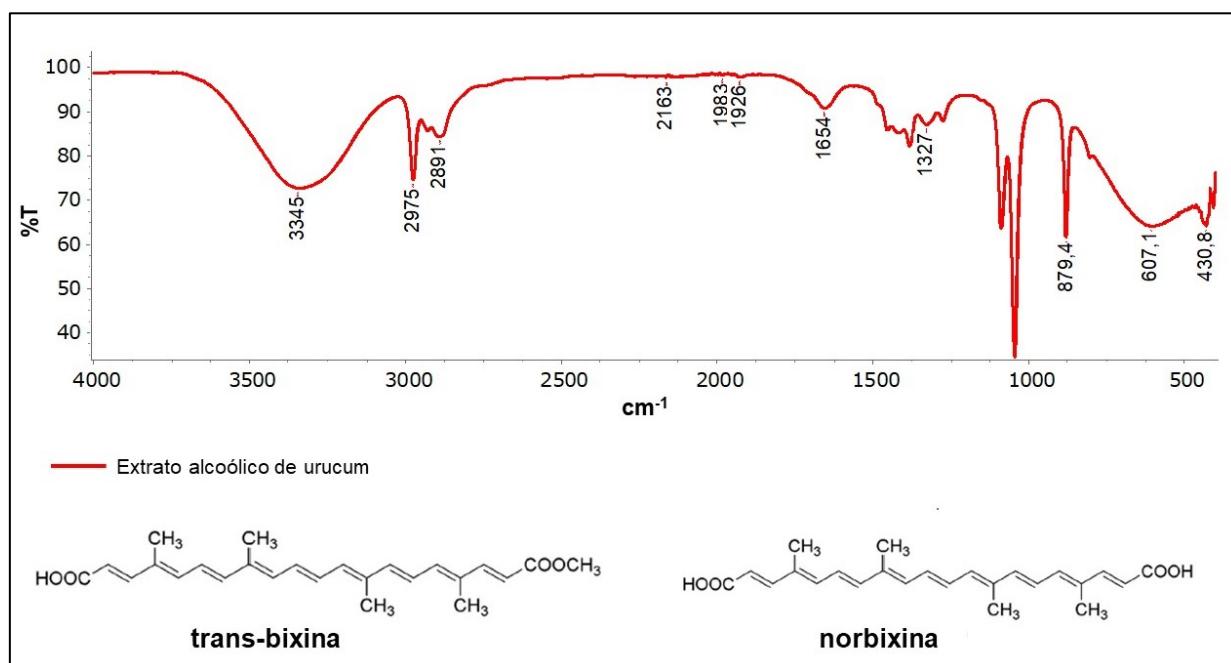
Fonte: elaborado pela autora. Fórmula da PA adaptada de Salem (2010)

Analisando o espectro das poliamidas, notam-se bandas características dessa fibra, tais como o grupo amida (N-H) em 3295 cm^{-1} em decorrência das vibrações de estiramento; as bandas da região 2930 cm^{-1} e em 2857 cm^{-1} , associadas às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico do grupo CH_2 , respectivamente; e a banda em 1633 cm^{-1} , a banda característica da amida I, decorrentes das vibrações de estiramento da ligação amida-carbonila (C=O) (Ali *et al.*, 2022; Mendes, 2020).

É notável uma diferença no FTIR da poliamida mordentada com leite de soja comparada aos espectros das demais em 1746 cm^{-1} , referente ao grupo funcional hidroxila (Silverstein *et al.*, 2013).

Para efeitos de caracterização das amostras tintas, também foram avaliadas as bandas do extrato de urucum puro (corante), conforme a Figura 48.

Figura 48 - Resultado da análise FTIR para o extrato alcóolico de sementes de urucum



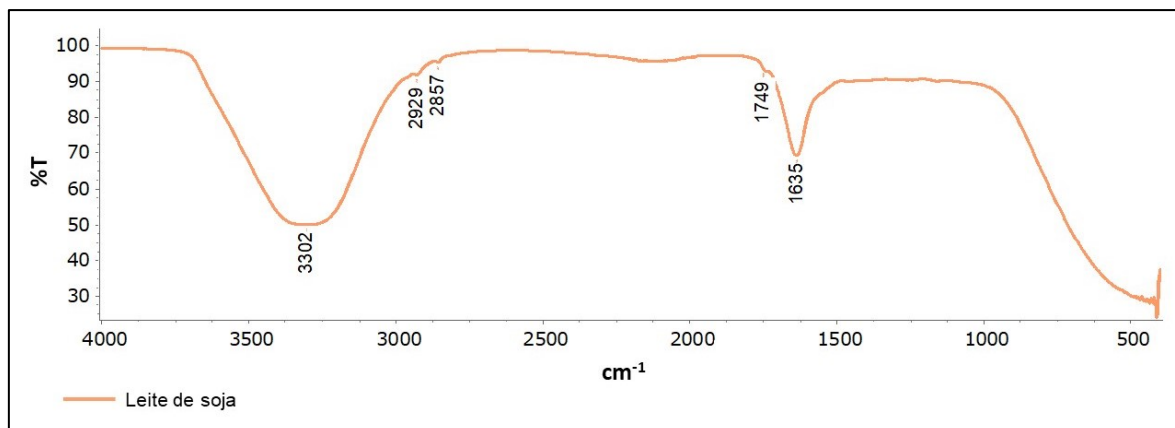
Fonte: elaborado pela autora. Fórmulas adaptadas de Raddatz-Mota *et al.*, 2017.

De acordo com Husa *et al.* (2018), observa-se a presença da hidroxila (O-H) do etanol na faixa de 3345 cm^{-1} . Já segundo Fontinele *et al.* (2018), os números de ondas na faixa de 2975 cm^{-1} e 2891 cm^{-1} indicam estiramento do $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$.

O pico em 1654 cm^{-1} indica um estiramento C=O . Em 1327 cm^{-1} o estiramento C=O . Já a combinação dos picos em 1085 cm^{-1} e 1043 cm^{-1} as vibrações simétricas e assimétricas do grupo éster C-O-C e, em 879 cm^{-1} há uma vibração fora do plano de $=\text{C-H}$ (Puri, *et al.*, 2024; Aluko, 2024).

A Figura 49 exibe o espectro de FTIR para o leite de soja puro, utilizado na solução de mordentagem com leite de soja.

Figura 49 - Resultado da análise FTIR para o leite de soja



Fonte: elaborado pela autora.

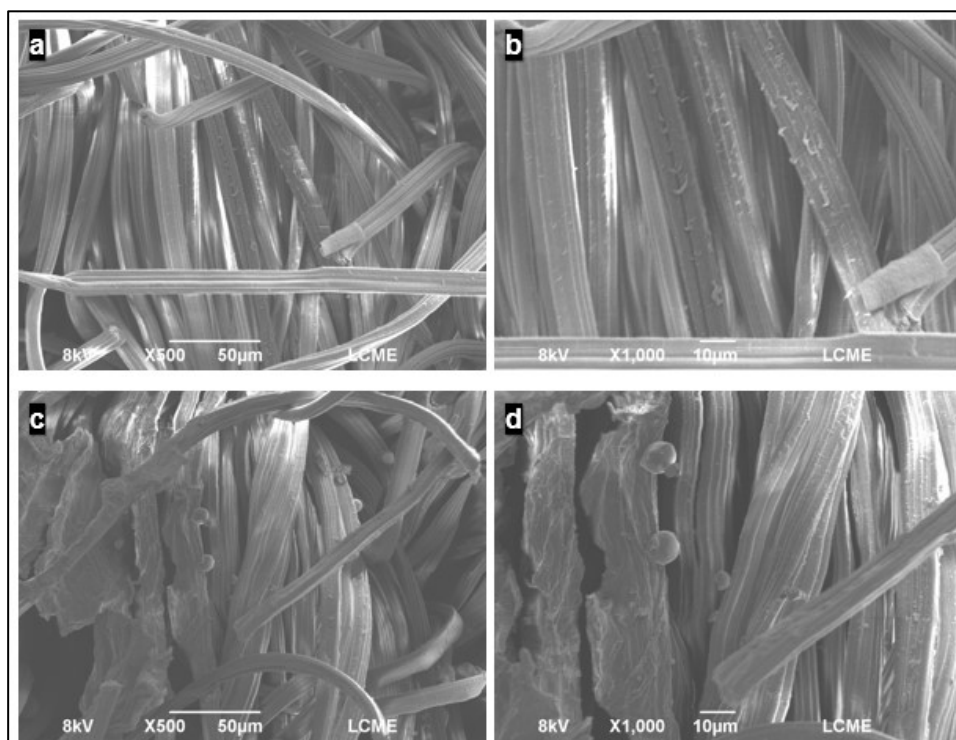
Os valores de 3302 cm^{-1} e em 1635 cm^{-1} indicam, respectivamente, uma hidroxila e uma vibração de estiramento do C–O–C (Silverstein *et al.*, 2013).

Em 1749 cm^{-1} é a mesma banda observada na Figura 47 para a fibra de poliamida mordentada com o leite de soja, a qual também se refere ao grupo funcional OH (Silverstein *et al.*, 2013).

4.9 CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

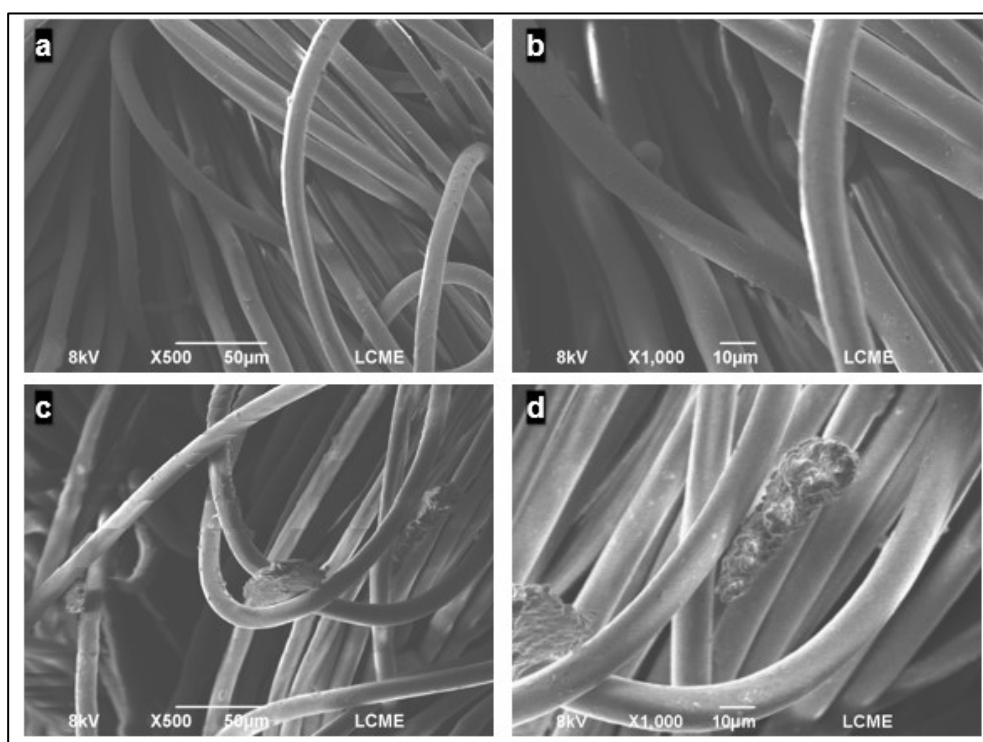
Por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), pode-se relacionar propriedades físico-químicas e a morfologia, visualizando na superfície do substrato imperfeições, presença de corante, mordente, dentre outras possíveis impurezas. As micrografias de superfície das amostras de viscose e poliamida são apresentadas nas Figuras 50 a 52.

Figura 50 - Análise MEV para o substrato de viscosa purgada sem mordente (a, b) e purgada e mordentada com leite de soja (c, d) em aumentos de 500x e 1000x



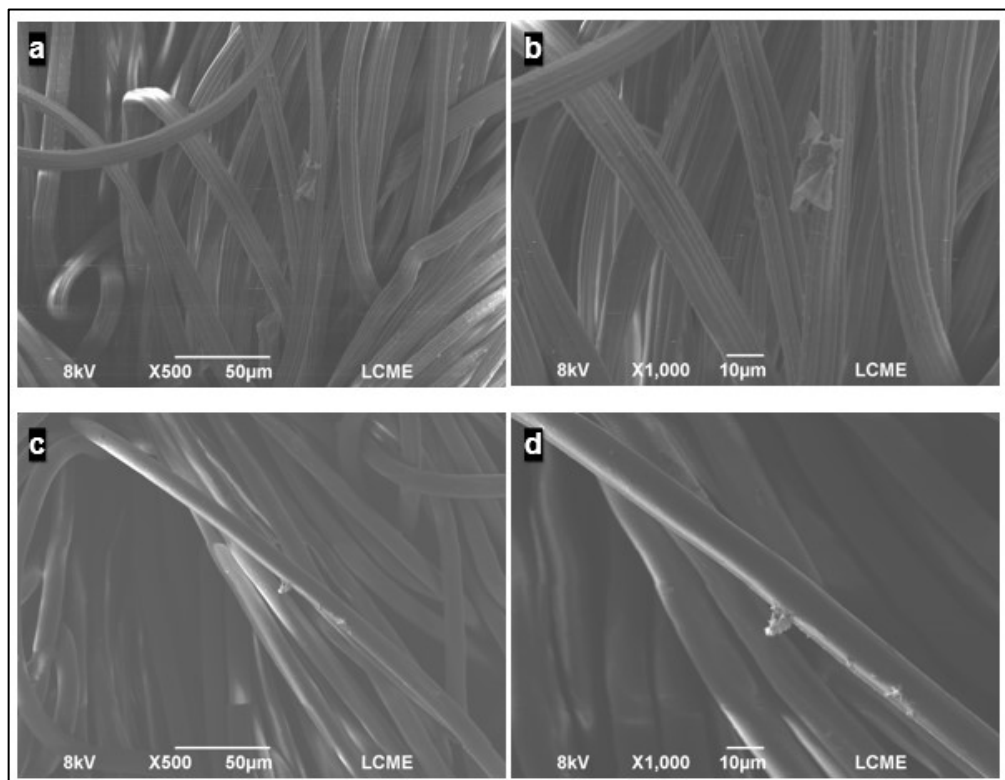
Fonte: elaborado pela autora.

Figura 51 - Análise MEV para poliamida purgada sem mordente (a, b) e purgada e mordentada com leite de soja (c, d) em aumentos de 500x e 1000x



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 52 - Análise MEV para viscose com extrato de urucum em pH neutro (a, b) e poliamida pré-mordentada com leite de soja e tinta com extrato de urucum em pH básico (c, d) em aumentos de 500x e 1000x



Fonte: elaborado pela autora.

Quando comparadas entre si, as amostras apenas purgadas apresentam as características morfológicas, tais como torções características da fibra de viscose (celulósica), e superfície lisa da poliamida. Já nas amostras mordentadas com leite de soja, notou-se expressivo aumento de corpos estranhos, provavelmente o aglomerado de leite de soja entre as fibras, como é visto nas Figuras 51 e 52 para a viscose e a poliamida, respectivamente.

Por meio das micrografias na Figura 52, notou-se a presença de um resíduo de corante aglomerado na superfície de ambas as fibras. Não foi observado um aumento na quantidade desses corpos estranhos nas amostras tintas, pelo contrário, na poliamida estes são bem mais discretos em comparação à amostra apenas mordentadas. Isto pode estar relacionado a uma lavagem desse excesso de proteínas do leite de soja quando a amostra é submetida ao banho de tingimento.

4.10 CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE FINAL DO TINGIMENTO

A Tabela 30 exibe os resultados obtidos para a caracterização do efluente resultante do tingimento de viscose sem uso de mordente com extrato de sementes de urucum em pH neutro. O laudo emitido pelo laboratório está no Anexo A.

Tabela 30 – Resultados da caracterização para o efluente do tingimento de viscose

Parâmetros	Resultados analíticos (mg/L)	Limites estabelecidos pelo CONAMA nº430
Alumínio	0,109	N.A.
DBO (5 dias)	<5,00	Remoção de 60% ou para esgotos sanitários <120 mg.L ⁻¹
DQO	>90 000 mg O ₂ .L ⁻¹	N.A.
Óleos e graxas	2 849	<100 mg.L ⁻¹
pH	7,09	entre 6,0 e 9,0
Sólidos sedimentáveis	0,3	<1,0
Sólidos suspensos totais	446,7	N.A.

Fonte: Instituto Senai de tecnologia ambiental (2024)

Os parâmetros DBO, pH e sólidos sedimentáveis estão dentro dos padrões da legislação. Seguindo a metodologia do CONAMA da relação DQO/DBO₅, o valor obtido é de 18 000, o que indica que é mais indicado um tratamento físico-químico.

Valores limites dos parâmetros alumínio, DQO e sólidos suspensos totais são classificados como N.A. (não aplicável) pois não possuem um padrão de lançamento de efluentes na legislação em questão, devendo ser avaliados conforme a classificação de corpos d'água (CONAMA nº357/2005).

Em consequência do uso de álcool etílico na composição do extrato de urucum, a DQO é elevada. De acordo com Satyawali e Balakrishnan (2008), efluentes compostos de etanol se caracterizam por possuírem DQO nas faixas de 80 000 a 100 000 mg.L⁻¹.

O parâmetro de óleos e graxas pode justificar a presença de compostos apolares presentes no extrato de urucum, como a própria bixina, que não foram bem incorporados às fibras do substrato têxtil.

Analogamente, a Tabela 31 exibe os resultados obtidos para a caracterização do efluente do tingimento de poliamida com mordente de leite de soja e tinta com extrato de sementes de urucum em pH alcalino. O laudo emitido pelo laboratório encontra-se no Anexo B.

Tabela 31 – Resultados da caracterização para o efluente do tingimento de poliamida

Parâmetros	Resultados analíticos (mg/L)	Limites estabelecidos pelo CONAMA nº430
Alumínio	0,220	N.A.
DBO (5 dias)	35 600	Remoção de 60% ou para esgotos sanitários <120 mg.L ⁻¹
DQO	>90 000 mg O ₂ .L ⁻¹	N.A.
Óleos e graxas	388,67	<100 mg.L ⁻¹
pH	8,27	entre 6,0 a 9,0
Sólidos sedimentáveis	<0,3	<1,0
Sólidos suspensos totais	430	N.A.

Fonte: Instituto Senai de tecnologia ambiental (2024)

Os parâmetros pH e sólidos sedimentáveis estão dentro dos padrões da legislação. Seguindo a metodologia do CONAMA da relação DQO/DBO₅, o valor obtido é de 2,528, o que indica que é mais indicado um tratamento biológico.

A DQO permanece elevada uma vez que o corante é alcoólico. Já a DBO₅ elevada ocorre devido ao leite de soja, o qual deixou resíduos no banho final. Além disso, o resíduo de soja tem uma elevada carga de matéria orgânica.

A quantidade do parâmetro de óleos e graxas nesta amostra foi menor em comparação com o tingimento de viscose. Isto pode estar relacionado à capacidade da fibra de poliamida captar uma quantidade desses compostos apolares, uma vez que a quantidade no banho residual foi menor do que no outro tingimento. Para validar esta hipótese teriam de ser investigados tingimentos em mais condições.

Embora os corantes naturais sejam considerados biodegradáveis, a descarga desses corantes no ambiente provocará um acúmulo de altas concentrações de cor e carga orgânica, conforme indicado por DQO e DBO₅, caso não seja feito um

tratamento adequado. Diante disso, apenas a biodegradabilidade não é adequada como indicador de um processo mais ecológico.

5 CONCLUSÕES

Nenhuma amostra em que foi aplicado mordente obteve resultados de intensidade colorística inferior ao controle, isto é, ao tingimento sem mordente. Com isso, pode-se afirmar que para aumentar a intensidade colorística, ambos os mordentes foram efetivos.

Nota-se que as diferentes faixas de pH influenciam na intensidade de cor para o corante de urucum, sendo que a faixa de pH ácido apresentou maior concentração de bixina nas amostras de ambas as fibras nos tingimentos sem mordente e com mordente de leite de soja, enquanto o tingimento em pH básico obteve a maior concentração para este composto nos substratos pré-tratados com alúmen de potássio.

No que diz respeito a igualização, fator decisivo para um tingimento, o alúmen apresentou resultados inferiores aos demais tingimentos sem mordente e com emprego de leite de soja, por isso não foi dada continuidade nos estudos com esse mordente.

Quanto à solidez a lavagem para alteração de cor, ambas as fibras apresentaram bons resultados, sendo os melhores para a poliamida mordentadas com leite de soja e tinta em pH básico e viscose sem mordente e tinta em pH natural e neutro. Já em termos de transferência de cor, foi observado maior migração do corante nas fibras de viscose, seda, poliamida e algodão alvejado, em ambas fibras tintas estudadas. O mordente de leite de soja não interferiu na melhor fixação do corante, porém, as amostras pré-tratadas com o mesmo apresentaram boa igualização mesmo após as lavagens.

Pelo teste de solidez à fricção, pode-se observar que a amostra de poliamida, por ter sido tratada com o leite de soja, apresentou uma nota alta de transferência, o que pode implicar que, o leite de soja apenas se deposita sobre as fibras, e, quando esfregado vigorosamente, essa camada proteica se esvai. Como os demais ensaios de solidez são em esgotamento, o corante disperso no banho de tingimento retorna para a fibra, mantendo-o intenso e igualizado.

O tingimento de viscose sem uso de mordente apresenta uma cinética de pseudo-segunda ordem e uma isoterma que obedece ao modelo de Freundlich, o que indica ligações fracas, por forças de Van der Waals.

O tingimento da poliamida com mordente de leite de soja é descrito pelo modelo cinético de pseudo-primeira ordem e isoterma do modelo de Freundlich. Neste caso, observa-se a interação do mordente de leite de soja pelos espectros de FTIR, em uma banda de hidroxila, na qual, provavelmente é feita uma ligação fraca de hidrogênio entre o corante e a fibra. Esse comportamento justifica o modelo de isoterma uma vez que é característico de ligações hidrogênio por compartilhamento de elétrons.

Ressalta-se, contudo, que embora seja um tingimento empregando matérias-primas naturais e álcool etílico, os efluentes necessitam de tratamento adequado, sendo biológico para o tingimento de poliamida e físico-químico para a viscose, em termos de DBO e DQO.

A literatura atual a respeito de mordentes naturais é escassa, sobretudo quando se refere ao emprego de leite de soja como coadjuvante no tingimento. Esta pesquisa abre possibilidades de estudos minuciosos sobre o mecanismo de ligação das proteínas com substratos têxteis e de como demais substâncias influenciam no processo, uma vez que tanto o extrato de sementes de urucum quanto o leite de soja apresentam diversos compostos cujas moléculas apresentam estruturas complexas.

Para futuros estudos, sugere-se efetuar ensaios mais detalhados, como FTIR nas amostras em que foram feitos os testes de solidez, a fim de verificar se as proteínas da soja da amostra mordentada migraram para o tecido testemunha; ensaios de solidez à luz para investigar se o tingimento sofrerá alteração de cor; e, por fim, estudar os tratamentos possíveis desse efluente.

REFERÊNCIAS

ACHARYA, S. *et al.* Chemical cationization of cotton fabric for improved dye uptake. **Cellulose**, v. 21, n. 6, p. 4693–4706, 2014.]

ADEEL, S., Shumaila, K., Sana, R., Tayyaba, A., 2017. *In*: UI-Islam, S. **Properties of Plant-Based Natural Products: Derivatives and Applications**. Wiley, Scrivener Publishing LLC, p. 1–25.

Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confecção (ABIT). **Perfil do Setor**. São Paulo: ABIT, 2023. Disponível em: <https://www.abit.org.br/cont/perfil-do-setor>. Acesso em 21 de nov. 2023.

ALCÂNTARA, M. R. e DALTIN, D. A química do processamento têxtil. **Química nova**. São Paulo, v.19, n.3, p.320-330, 1996.

ALI, Haider *et al.* Preparation and characterization of novel Polyamide-6/Chitosan blend dense membranes for desalination of brackish water. **Polymer Bulletin**, v. 79, n. 6, p. 4153-4169, 2022.

ALI, Shaukat; HUSSAIN, Tanveer; NAWAZ, Rakhshanda. Optimization of alkaline extraction of natural dye from Henna leaves and its dyeing on cotton by exhaust method. **Journal of cleaner production**, v. 17, n. 1, p. 61-66, 2009.

ALUKO, Ebenezer. Ethanol-Based Extraction of Annatto (*Bixa Orellana L.*) and Characterization of the Bixin and Norbixin. **ACS omega**, v. 9, n. 16, p. 18273-18277, 2024.

ARAÚJO, Maria E. **The chemistry of natural dyestuffs from antiquity to modern days**. Texto de apoio ao curso de mestrado em química aplicada ao patrimônio cultural, 2005.

ASPLAND, J. R. **Colorants: Dyes**. Color for Science, Art and Technology. Amsterdam: Elsevier Science, p. 328–332.1998.

AZIZIAN, S. Kinetic models of sorption: a theoretical analysis. **Journal of colloid and interface science**, v. 276, n. 1, p. 47–52, 2004.

BALAKRISHNAN, Subashini. Silk fabric dyeing with *Basella alba* (Sri Lankan green spinach fruit) natural dyes: Mordant-free dyeing approaches. **Industrial Crops and Products**, v. 222, p. 119337, 2024.

BALAMURUGAN, B., THIRUMARIMURUGAN, M., KANNADASAN, T., **Anaerobic degradation of textile dye bath effluent using *Halomonas sp.***, Bioresource Technology 102, Krishnankoil, 2011, 6365- 6369.

BALAN, D. de S. L. Corantes naturais de aplicação têxtil: avaliação preliminar da toxicidade de urucum *Bixa orellana* L.(Malvales: *Bixaceae*) e hibisco *Hibiscus sabdariffa* L.(Malvales: *Malvaceae*). **Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade**, v. 4, n. 7, p. 151-157, 2017. Disponível em: < <http://revista.ecogestaobrasil.net/v4n7/v04n07a15.pdf> >.

BARBOSA, A.C.L.*et al.* Teores de isoflavonas e capacidade antioxidante da soja e produtos derivados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 4, p. 921-926, 2006.

BECHTOLD, Thomas, MAHMUD-ALI, Amalid. MUSSAK, Rita. Natural dyes for textile dyeing: A comparison of methods to assess the quality of Canadian golden rod plant material. **Dyes and Pigments**, pp.287-293, 75, 2007

BOWLES, E. **Utilização do subproduto da obtenção de extrato aquoso de soja – okara em pães do tipo francês**. 2005. 82 p. Dissertação (mestrado) em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2005.

BECHTOLD, T. e MUSSAK, R. Natural Colorants in Textile Dyeing. **Handbook of Natural Colorants**. England: John Wiley & Sons Ltd. p. 315-335, 2009.

BRASIL, Ministério da Economia. **O que é fibra têxtil ou filamento têxtil e quais as denominações aceitas?** Publicado em 27/11/2019. Atualizado em 11/10/2022. Disponível em: <https://www.gov.br/inmetro/pt-br/aceso-a-informacao/perguntas-frequentes/avaliacao-da-conformidade/produtos-texteis/o-que-e-fibra-textil-ou-filamento-textil-e-quais-as-denominacoes-aceitas>. Acesso em 17 de nov. 2023.

Brasil.; Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). Resolução nº 430, 2011. Disponível em: <https://www legisweb.com.br/legislacao/?id=114770>, acesso em 30 de abril de 2024.

Brites, M. M., Oliveira, P. R. A., Sanches, R. A. Fabricação de roupas esportivas com poliamida de alta tecnologia. In: Mello, P. C. B., Fonseca, R., coordenadores.

Arte, novas tecnologias e comunicação: fenomenologia da contemporaneidade. São Paulo: PMStudium Comunicação e Design; 2010. p. 364-367.

BROADBENT, A. D. **Basic Principles of Textile Coloration.** Canada: Society of Dyers and Colourists, 2001.

BUENO, A. M. *et al.* Optimal process conditions to recycled polyester dyeing using natural annatto dye. **Journal of Cleaner Production**, v. 370, p. 133497, 2022.

CHAIRAT, M.; RATTANAPHANI, S.; BREMNER, J. B.; RATTANAPHANI, V. An adsorption and kinetic study of lac dyeing on silk. **Dyes and Pigments**, 64, 2005.

CHEN, J. **Synthetic Textile Fibers.** Textiles and Fashion. Austin, TX, USA: Elsevier, 2015. p. 79–95. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-931-4.00004-0>

CHOUDHURY, Asim Kumar Roy. **Principles of colour appearance and measurement: volume 2: visual measurement of colour**, colour comparison and management. Cambridge: Woodhead Publishing, 2015. 375 p.

CLARK, M. **Handbook of Textile and Industrial Dyeing:** Principles, processes and types of dyes. Cambridge: WoodheadPublishing, 2011.

DALL´AGNOL, Amélio. **A Embrapa Soja no contexto do desenvolvimento da soja no Brasil:** histórico e contribuições, Brasília, DF: Embrapa, 2016. 72 p.

DAMASCENO, Sílvia; SILVA, Fernanda; FRANCISCO, Antonio. **Sustentabilidade do processo de tingimento do tecido de algodão orgânico.** XXX Encontro Nacional de Engenharia de Produção, São Carlos, 2010.

DE AGUIAR, C. R. L. *et al.* Beneficiamento. In DE AGUIAR, Catia Rosana Lange, **Engenharia têxtil: uma abordagem simplificada.** Florianópolis: Editora UFSC, 2022. 311 p.

DEAN, A., VOSS, D., DRAGULJIĆ, D. (2017). Planning Experiments. In: **Design and Analysis of Experiments.** Springer Texts in Statistics. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-52250-0_2

DELAMARE, F.; GUINEAU, B., **Colour, making and using dyes and pigments,** Thames and Hudson Ltd, Londres, 2000.

DESAI, Jeel et al. **Effect of various mordants on dyeing ability of safflower dye**. International Association of Biologicals and Computational Digest, v. 2, n. 1, p. 55-62, 2023.

DESNOS, R. 2016. **Botanical Colour at Your Fingertips**, 1ª ed. Londres.

DINIZ, Juliana F., FRANCISCATTI, Patrícia, SILVA, Tais L. Tingimento de tecidos de algodão com corantes naturais açafrão e urucum. **Revista de Iniciação Científica CESUMAR**. 13, pp. 53-62, 2011.

DUTRA DE OLIVEIRA, J.E.; SCATENA, L.; OLIVEIRA NETO, N.; DUATRE, G.G. **The nutritive value of soy milk in malnourish children: a comparative study**. J.Pediatr., v.69, p.670-5, 1996

FALONE, S. Z.; VIEIRA, E. M. Adsorção/dessorção do explosivo tetril em turfa e em argissolo vermelho amarelo. **Química Nova**, v.27, n.6, p.849-854, 2004.

FARIZADEH, K.; MONTAZER, M.; YAZDANSHENAS, M. E.; RASHIDI, A.; MALEK, R. M. A. Extraction, Identification and Sorption Studies of Dyes from Madder on Wool. **Journal of Applied Polymer Science**, 113, p. 3799-3888, 2009.

FCEM, 2019. **Entenda a diferença entre poliéster e poliamida e conheça a função do elastano**. Publicado em 15 de novembro de 2019. Disponível em:< <https://fcem.com.br/noticias/diferenca-entre-poliester-e-poliamida-e-conheca-a-funcao-do-elastano/>>

FONTINELE, Leonardo Pinheiro *et al.* Norbixin extracted from urucum (*Bixa orellana* L.) for the formation of conductive composites with potential applications in electrochemical sensors. **Surfaces and interfaces**, v. 13, p. 92-100, 2018.

GARCIA, Carlos Eduardo Rocha *et al.* Carotenoides bixina e norbixina extraídos do urucum (*Bixa orellana* L.) como antioxidantes em produtos cárneos. **Ciência Rural**, [S.L.], v. 42, n. 8, p. 1510-1517, ago. 2012. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s0103-84782012000800029>

GIACOMINI, Fernando. **Tingimento de seda com corante natural erva-mate (*Ilex paraguariensis*)**. Dissertação (Mestrado) – Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá, PR, 2014. Disponível em: <http://repositorio.uem.br:8080/jspui/handle/1/6316>

GILES, C. H.; MACEWAN, T. H.; NAKHWA, S. N.; SMITH, D. Studies in adsorption. Part XI. A system of classification of solution adsorption isotherms, and its use in diagnosis of adsorption mechanisms and in measurement of specific surface areas of solids. **Journal of the Chemical Society**, p. 3973-3993, 1960.

GONÇALVES, M. J. *et al.* Estudo da viabilidade do tingimento da poliamida com corante natural de urucum. **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, v. 9, p. 571-585, 2020.

Gonçalves, M. J., *et al.* Application of different concentrations of the natural dye potassium norbixinate (annatto) in polyamide 6.6 fabrics. **Natural Product Research**, 1–8. 2023. <https://doi.org/10.1080/14786419.2023.2280178>

GULRAJANI, M. L. **Colour measurement: principles, advances and industrial applications**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2010. 433 p. (Woodhead Publishing Series in Textiles).

HARMSSEN, Paulien; SCHEFFER, Michiel; BOS, Harriette. Textiles for circular fashion: The logic behind recycling options. **Sustainability**, v. 13, n. 17, p. 9714, 2021.

HILL, J.E.; BREIDENBACH, R.W. Proteins of soybean seeds. II. Accumulation of the major protein components during seed development and maturation. **Plant Physiology**, v.53, p.747-751, 1974.

HO, Y. S.; MCKAY, G. Pseudo-second order model for sorption processes. **Process Biochemistry**, v. 34, n. 5, p. 451–465, 1999.

HUSA, N. N.; HAMZAH, F.; SAID, H. M. **Characterization and storage stability study of bixin extracted from *Bixa orellana* using organic solvent**. In: IOP conference series: materials science and engineering. IOP Publishing, 2018. p. 012035.

IMMICH, A. P. S. *et al.* Fibras. In DE AGUIAR, Cátia Rosana Lange, **Engenharia têxtil: uma abordagem simplificada**. Florianópolis: Editora UFSC, 2022. 311 p.

KHATTAB, T. A.; ABDELRAHMAN, M. S.; REHAN, M. Textile dyeing industry: environmental impacts and remediation. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, n. 4, p. 3803-3818, 2020

KINNEY, A. J.; Engineering soybeans for food and health. **Ag Bio Forum**, v.6, p.18-22, 2003.

KONDO, M. Y. *et al.* Recent advances in the use of Polyamide-based materials for the automotive industry. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 32(2), 14p, 2022. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.20220042>

Kumar, S. P. e Saravanan, A. In: **Sustainable Fibres and Textiles**; Muthu, S. S.; Elsevier, 2017, 323 p.

LANGMUIR, I. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. **Journal of the American Chemical Society**, v.40, p.1361-1382, 1918.

LEITNER, Peter.; FITZ-BINDER, Christa.; MAHMUD-ALI, Amalid.; BECHTOLD, Thomas. Production of a concentrated natural dye from Canadian Goldenrod (*Solidago canadensis*) extracts. **Dyes and Pigments**, v. 93, p. 1416-1421, 2012.

LEDAKOWICZ, S. e GONERA, M. Optimisation of Oxidants Dose for Combined Chemical and Biological Treatment of Textile Wastewater. **Water Research**, v. 33, n. 11, p. 2511 -2516, 1999.

LOPEZ, M.J., GUISADO, M.C., VARGAS-GARCIA, ESTRELLA, F.S., MORENO, J. ,Decolourization of industrial dyes by lignolytic microorganisms isolated from composting environment. **Enzyme and Microbial Technology**, v. 40, p. 42-45, 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141022906002262?via%3Dihub>

LY, Bao Chau K. et al. Research techniques made simple: cutaneous colorimetry: a reliable technique for objective skin color measurement. **Journal of Investigative Dermatology**, v. 140, n. 1, p. 3-12. e1, 2020. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022202X19333974>

MATHER, R. R.; WARDMAN, R. H. 2015. **The chemistry of textile fibres**. Royal Society of Chemistry Publishing.

MENDES, S. S. **Libertação controlada de salicilato de metila em estruturas têxteis**: desenvolvimento e caracterização. Tese de Doutorado em Engenharia Têxtil, Universidade do Minho, Portugal, 2020.

MORAIS, A.A.; SILVA, A.L. **A soja: suas aplicações**. Rio de Janeiro: Medsi, 259 p. 1996.

MORI, Tomohiko *et al.* Differences in subunit composition of glycinin among soybean cultivars. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 29, n. 1, p. 20-23, 1981.

MURTHY, H. V. S. **Introduction to Textile Fibres**. [s.l.] Woodhead Publishing India, 2016.

NAIDIS, Panagiotis *et al.* Study of the dyeing properties of annatto and ultrafiltrated annatto as colourants for natural fibers. **Journal of Natural Fibers**, v. 19, n. 14, p. 7885-7895, 2022.

NAMANE, A. *et al.* Determination of the adsorption capacity of activated carbon made from coffee grounds by chemical activation with ZnCl_2 and H_3PO_4 . **Journal of hazardous materials**, v. 119, n. 1-3, p. 189–94, 2005.

PAUL, R.; GENESCA, E. **The use of enzymatic techniques in the finishing of technical textiles**. In: *Advances in the Dyeing and Finishing of Technical Textiles*. Woodhead Publishing, p. 177-198. 2013.

PEIXOTO, F; MARINHO, G; RODRIGUES, K. **Corantes têxteis: uma revisão**. Holos, v. 5, p. 98-106, 2013.

PEZZOLO, Dinah Bueno. **Tecidos: história, tramas, tipos e usos**. Ed. Senac São Paulo, 2007.

PERIYASAMY, Aravin Prince. Natural dyeing of cellulose fibers using *Syzygium cumini* fruit extracts and a bio-mordant: A step toward sustainable dyeing. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 33, p. e00472, 2022.

PICCOLI, H. H. **Determinação do comportamento tintorial de corantes naturais em substratos de algodão**. Dissertação de mestrado (Engenharia Química). Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina, 2008.

PRABHAVATHI, R. *et al.* Crocking Fastness Properties of Annatto (Bixa Orellana) Dye on Cotton Mordanted with Eco-Friendly Mordants and Post-Treated with Various Dye Fixing Agents. **International Journal Of Current Microbiology And Applied Sciences**, v. 7, n. 06, p. 3009-3020, 2018.

PURI, Sonakshi *et al.* Comparative bioactivity assessment of bixin pigment and associated phytochemicals extracted from annatto seeds using conventional and green solvents. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 32, n. 2, p. 168, 2024.

RADDATZ-MOTA, D. *et al.* Achiote (*Bixa orellana L.*): a natural source of pigment and vitamin E. **Journal of Food Science and Technology**, v. 54, n. 6, p. 1729–1741, 2017.

RAMOS, Márcio Daniel Nicodemos *et al.* Análise crítica das características de efluentes industriais do setor têxtil no Brasil. **Revista Virtual de Química**, v. 12, p. 913-929, 2020.

RANA, Soheli *et al.* **Regenerated cellulosic fibers and their implications on sustainability**. Roadmap to sustainable textiles and clothing: eco-friendly raw materials, technologies, and processing methods, p. 239-276, 2014.

RATHER, L-J; HAJI, A; SHABBIR, M. **Innovative and Emerging Technologies for Textile Dyeing and Finishing**, 1ed, Wiley, Hoboken, NJ, USA, ISBN 978-1-119-71014-1. 2021.

RAMLOW, H. **Destilação por membrana aplicada ao tratamento de águas residuais da indústria têxtil**. Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2018.

ROMERO, L. L. *et al.* **Fibras artificiais e sintéticas**. Rio de Janeiro: BNDS Setorial, n. 1, p. [54]-66, jul. 1995.

RUTHVEN, D. M. **Principles of adsorption and adsorption processes**. New York: Wiley, 1984.

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

SAMANTA, A.K. & KONAR, A. Dyeing of textiles with natural dyes. **Natural Dyes**, pp.29–56, 2011. doi:10.5772/21341.

SATYAWALI, Y.; BALAKRISHNAN, M. Wastewater treatment in molasses-based alcohol distilleries for COD and color removal: a review. **Journal of environmental management**, v. 86, n. 3, p. 481-497, 2008.

SAXENA, S. & Raja A.S.M. Natural dyes: sources, application, chemistry and sustainability issues. In: **Roadmap to sustainable textiles and clothing**. Springer, Singapore, pp 37–80. 2014.

SHABBIR, Mohd *et al.* An eco-friendly dyeing of woolen yarn by *Terminalia chebula* extract with evaluations of kinetic and adsorption characteristics. **Journal of advanced research**, v. 7, n. 3, p. 473-482, 2016.

SHAHID-UL-ISLAM *et al.* Exploiting the potential of polyphenolic biomordants in environmentally friendly coloration of wool with natural dye from *Butea monosperma* flower extract. **Journal of Natural Fibers**, v. 16, n. 4, p. 512-523, 2019.

SILVA, Marcia Gomes da. **Tingimento de seda e lã com corante natural eucalipto**. Dissertação (mestrado) em Engenharia Química da Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2013.

SILVA, M. S.; NAVES, M. M. V.; OLIVEIRA, R. B.; LEITE, O. S. M. Composição química e valor protéico do resíduo de soja em relação ao grão de soja. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.26, n.3, 2006.

SILVA, Pollyanna Ibrahim. **Métodos de extração e caracterização de bixina e norbixina em sementes de urucum (*Bixa orellana* L.)** Dissertação (mestrado) da Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2007.

SINGH, Har Bhajan *et al.* **Handbook of natural dyes and pigments**. Nova Delhi: Woodhead Publishing India, 2014. 306 p. (Woodhead Publishing India in Textiles).

SJÖGREN, Bengt *et al.* Aluminum. In: **Handbook on the Toxicology of Metals**. Academic Press, 2015. p. 549-564.

SOUZA, T. C. V. de; RIBEIRO, R. A. C.; AYRES, E.; VIANA, F. C. A sustentabilidade na indústria da moda e o ressurgimento dos corantes naturais: desafios e possibilidades no século XXI. **dObra[s] – revista da Associação Brasileira de Estudos de Pesquisas em Moda**, [S. l.], n. 32, p. 66–87, 2021. DOI: 10.26563/dobras.i32.1367. Disponível em: <https://dobras.emnuvens.com.br/dobras/article/view/1367>

SUBHASHINI, S.; RAJALAKSHMI, R.; KEERTHEESWARI, N. Veni. A systematic and scientific approach to the extraction and dyeing with a natural dye on silk-annatto seeds dye. **Oriental Journal of Chemistry**, v. 25, n. 1, p. 77, 2009.

SÜLAR, Vildan; DEVRIM, Gökberk. Biodegradation behaviour of different textile fibres: visual, morphological, structural properties and soil analyses. **Fibres & Textiles in Eastern Europe**, v. 27, n. 1 (133), p. 100--111, 2019.

TASHIMA, E. H.; CARDELLO, H. M. A. B. **Perfil sensorial de extrato hidrossolúvel de soja (*Glycine Max L. Merrill*) comercial adoçado com sacarose e com sucralose**. B. CEPPA, Curitiba, v. 21, n. 2, p. 409 – 428, jul/dez. 2003.

THANG, Nguyen Ngoc; HUONG, Vo Thi Lan. Enhancement of dye-ability of viscose fabric via modification with fibroin regenerated from waste silk cocoons. **Vlakna a Textil**, v. 28, n. 1, 2021.

TROTMAN, E. R. **Dyeing and Chemical Technology of Textile Fibres**. 4^aed. Londres: Charles Griffin & Company, 1970.

VANKAR, P.S., 2007. **Handbook on Natural Dyes for Industrial Applications**, Kanpur: National Institute of Industrial Research.

VIGO, T. L. Textile processing and properties: preparation, dyeing, finishing and performance. **Textile Science and Technology**, Elsevier Science, 1994.

VILAR, Daniela de Araújo *et al.* Traditional uses, chemical constituents, and biological activities of *Bixa orellana L.*: a review. **The Scientific World Journal**, v. 2014, 2014.

VITHANAGE, Thibbotuwawe Vithanage Yasoda Harshani *et al.* Fiber coloured by the heritage; an occasional wear collection using ayurvedic naturally dyed textiles as a solution for skin conditions caused by chemically treated textiles. **Sri Lanka: Gari Summer Multidisciplinary Symposium 2022**. The Open University of Sri Lanka, 2022.

VON SPERLING, Marcos. **Princípios do tratamento biológico de águas residuárias** – v. 1: Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos. Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental - UFMG. Belo Horizonte, 4^a Ed. 452 p., 2011.

WANG, Chunxia *et al.* Extraction of natural dyes from *Cinnamomum camphora (L.)* presl fruit and their application on wool fabric. **Textile Research Journal**, v. 87, n. 20, p. 2550-2560, 2017.

WANG, J.; GUO, X. **Adsorption isotherm models:** Classification, physical meaning, application and solving method. *Chemosphere*, v. 258, p. 127279, 2020

WITONO, Judy R. *et al.* The potency of norbixin as an active compound of natural dye in textile industry. **Materials Today: Proceedings**, [S.L.], v. 63, p. 248-254, 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.437>

XU, J.; ZHOU, A.; WANG, Z. *et al.* Effects of glycinin and β -conglycinin on integrity and immune responses of mouse intestinal epithelial cells. **The Journal of Animal & Plant Sciences**, v.20, n.3,p.170-174, 2010.

YAKLICH, R.W.; β -Conglycinin and glycinin in high-protein soybean seeds. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.49, p.729-735, 2001.

YUSUF, Mohd; MOHAMMAD, Fageer; SHABBIR, Mohd. Eco-friendly and effective dyeing of wool with anthraquinone colorants extracted from *Rubia cordifolia* roots: Optimization, colorimetric and fastness assay. **Journal of King Saud University-Science**, v. 29, n. 2, p. 137-144, 2017.

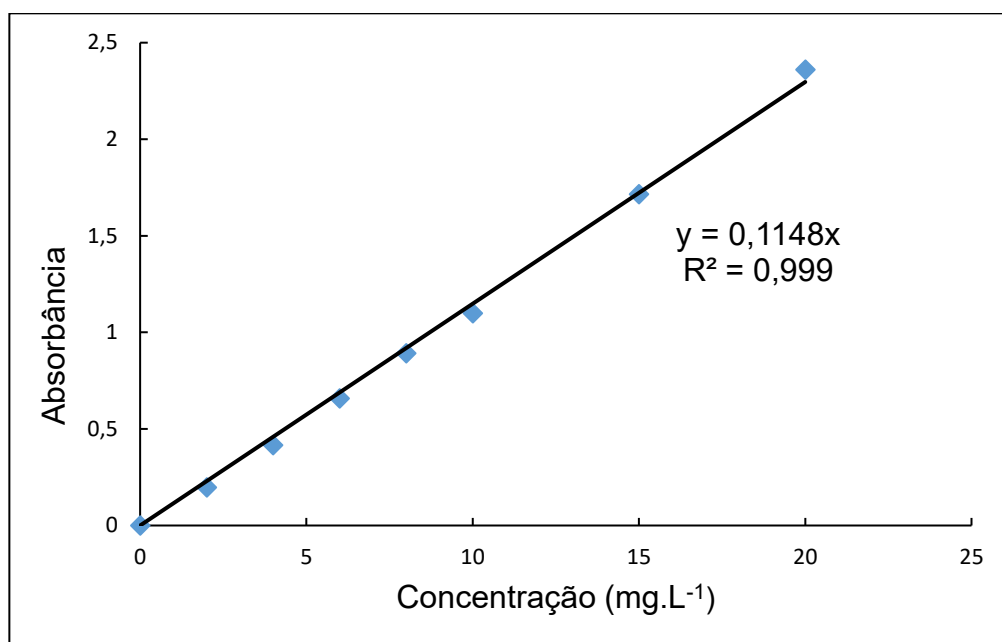
ZAMAN,Nasim-Uz-, *et al.* An Eco-friendly Approach of Cotton Fabric Dyeing with Natural Dye Extracted from *Bixa orellana* Seeds Employing Different Metallic Mordants. **Chemical and Materials Engineering**, v. 6, n. 1, p. 1 - 8, 2018. DOI: 10.13189/cme.2018.060101.

ZAMRI, T. K. A. T. M.; ABD MUNAIM, M. S.; AB WAHID, Z. Adsorption and kinetic studies of a natural dye from *Curcuma Longa L.*, onto bamboo yarn. **Journal of Chemical Engineering and Industrial Biotechnology**, v. 2, n. 1, p. 13-26, 2017.

ZANONI, M. V. B.; YAMANAKA, H. **Corantes:** caracterização química, toxicológica, métodos de detecção e tratamento. Editora Cultura Acadêmica. p17-35.2016.

ZHANG, Yanyun *et al.* Sonochemical mordanting as a green and effective approach in enhancing cotton bio natural dye affinity through soy surface modification. **Journal of Cleaner Production**, v. 336, p. 130465, 2022.

ZLATEV, Zlatin Dimitrov. Application of natural dyes to textile fabrics in the context of sustainability. **Applied Researches in Technics, Technologies And Education**, Bulgaria, v. 10, n. 3, p. 149-164, dez. 2022.

APÊNDICE A – CURVA DE CALIBRAÇÃO DE BIXINA

A equação da reta obtida, com um coeficiente de determinação (R^2) de 0,999, indica uma correspondência de 99,9% entre a reta de calibração e os valores experimentais de absorbância medidos para o padrão de bixina.

INSTITUTO SENAI
DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Relatório de Ensaio Nº: 27212.BNU.2024- V.0

01. Dados Contratação:

Identificação do Laboratório:

Laboratório:	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial		
CNPJ/CPF:	03.774.888/0065-10	Inscrição Municipal:	111322
Endereço:	Rua Harry Pothal, 111 Escola Agrícola - Blumenau/SC CEP: 89037650		
E-mail:	lst.ambcomercial@sc.senai.br	Fone:	+55 (47) 3321-9650

Solicitante:

Razão Social:	Isadora Bertini Martins Francisco		
Proposta Comercial:	7532-2024.V0	Inscrição Estadual:	
CNPJ/CPF:			
Contato:	Isadora Bertini Martins Francisco E-mail: isadorabertini@gmail.com Fone:		

02. Dados da Amostra - Informações fornecidas pelo cliente:

Descrição da Amostra:	Saida 01 - Tintimento Viscoso (pH neutro)		
Endereço Amostragem:		Cidade:	Blumenau/SC CEP: 89036700
Matriz e Origem Amostra:	Água Residual - BNU - Efluente Tratado		
Característica da Amostra:	Simplex		
Data de Coleta:	19/08/2024 12:00:00	Data Recebimento:	19/08/2024 15:00:00
Responsável pela Amostragem:	Solicitante		
Data de Início do(s) Ensaio(s):	20/08/2024 17:10:35	Data de Conclusão do(s) Ensaio(s):	27/08/2024 16:56:12
Responsável pela Conferência:	Ana Carolina B. Almaráz	Data Conferência:	27/08/2024 17:18:18

Resultados

Parâmetros	Resultados Analíticos	Un Trab	CONAMA 430	CONSEMA nº181	Un L.Q./Falsa	Início Ensaio
DBO (5 dias)	<5,00	mg/L	Remoção mínima 60%	Remoção de 80% ou até 60,0mg/L	mg/L O ₂	20/08/2024
DQO	>90.000,00	mg/L	N.A	N.A	mg/L	20/08/2024
Óleos e Graxas Totais	2.849,00	mg/L	N.A	N.A	mg/L	21/08/2024
pH	7,09		de 5,00 a 9,00	de 6,00 a 9,00	2,00	20/08/2024
Sólidos Sedimentáveis	0,3	mL/L	até 1,0	N.A	mL/L	20/08/2024
Sólidos Suspensos Totais	446,7	mg/L	N.A	N.A	mg/L	21/08/2024
Alumínio	0,109	mg/L	N.A	N.A	mg/L	21/08/2024

03. Referência metodológica:

Parâmetros	Metodologia
Alumínio	EPA - Método 3015 A 2007, SMWW 24ª Edição 3120 B
DQO	PR-BLII-022
Óleos e Graxas Totais	SMWW 24ª edição, Método 5520 D
pH	SMWW, 24ª Edição, Método 4500 H+ B
DBO (5 dias)	SMWW, 24ª Edição, Método 5210 D
Sólidos Suspensos Totais	SMWW 23ª edição, Método 2540 D, Método 2540 E
Sólidos Sedimentáveis	SMWW, 24ª Edição, Método 2540 F

INSTITUTO SENAI DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Rua Harry Pothal, 111 – Escola Agrícola – CEP: 89037-650 – Blumenau-SC
Telefone: (47) 3321-9650 | E-mail: lst.ambcomercial@sc.senai.br

Data: 28/08/2024 15:52
CPF: 000.000.000-00

Nome: ANA CAROLINA
DACK
ALMADAZ-00001102905

Versão: V1.0 - Amostra: 27212.BNU.2024 || Data Emissão: 28/08/2024 - Página: 1/2

Legislação: Valores de referência estabelecidos conforme Resolução CONAMA 430 de 13 de maio de 2011 e Resolução Consama nº181, de 02 de agosto de 2021.

Referência(s) Normativa(s): - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 24nd Edition

- Determinação de DQO

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23nd Edition

Legenda

mg/L - Miligrama por Litro, mL/L - Mililitro por Litro Legenda

Amostragem

Procedimento de Amostragem PR-BLIS-015.

Declaração de conformidade

O laboratório não considera a incerteza de medição para emissão da declaração de conformidade com um requisito especificado.

Notas

1. Os resultados deste relatório referem-se exclusivamente à amostra enviada no laboratório, não sendo extensivos a qualquer outra amostra, ainda que similar.
2. É proibida a reprodução parcial ou total deste relatório de ensaio.
3. O laboratório se responsabiliza por amostragens realizadas somente pelos técnicos do laboratório.
4. Para as amostras as quais a responsabilidade da coleta é do solicitante, o(s) resultado(s) expresso(s) se aplica(m) a amostra conforme recebida pelo laboratório.
5. Quando aplicável, as opiniões e interpretações expressas neste relatório não fazem parte do escopo de acreditação do laboratório.

Ana C B Almaraz

Ana Carolina Beck Almaraz
CRBIO 118187/03-D

Tassia S Saes

Tassia Simone Saes
CRQ 13101192

Código de Verificação: 000770037956004844740202400000

Este documento contém informações confidenciais e/ou de caráter comercial. Qualquer reprodução ou divulgação não autorizada é proibida. A responsabilidade pelo uso indevido deste documento é exclusiva do usuário.

INSTITUTO SENAI DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Rua Harry Pothail, 111 – Escola Agrícola – CEP: 89037-850 – Blumenau-SC
Telefone: (47) 3321-9000 | E-mail: ist.ambo@senai.br

ANEXO A – RELATÓRIO ANÁLISE DE EFLUENTES PARA TINGIMENTO DE POLIAMIDA

INSTITUTO SENAI
DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Relatório de Ensaio Nº: 27213.BNU.2024- V.0

01. Dados Contratação:

Identificação do Laboratório:

Laboratório: Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
CNPJ/CPF: 03.774.688/0065-10 **Inscrição Municipal:** 111322
Endereço: Rua Harry Pothal, 111, Escola Agrícola - Blumenau/SC CEP: 89037650
E-mail: ist.ambcomercial@sc.senai.br **Fone:** +55 (47) 3321-9690

Solicitante:

Razão Social: Isadora Bertini Martins Francisco
Proposta Comercial: 7532.2024.V0
CNPJ/CPF: [REDACTED] **Inscrição Estadual:** [REDACTED]
Contato: Isadora Bertini Martins Francisco **E-mail:** isadorabertini@gmail.com **Fone:** [REDACTED]

02. Dados da Amostra - Informações fornecidas pelo cliente:

Descrição da Amostra: Saida 02 - Tintimento Poliamida (pH básico)
Endereço Amostragem: [REDACTED] **Cidade:** Blumenau/SC CEP: 89036700
Matriz e Origem Amostra: Água Residual - BNU - Efluente Tratado
Característica da Amostra: Simples
Data de Coleta: 19/08/2024 12:00:00 **Data Recebimento:** 19/08/2024 15:00:00
Responsável pela Amostragem: Solicitante
Data de Início do(s) Ensaio(s): 20/08/2024 17:00:00 **Data de Conclusão do(s) Ensaio(s):** 03/09/2024 16:06:42
Responsável pela Conferência: Ana Carolina S. Almaráz **Data Conferência:** 03/09/2024 16:19:55

Resultados

Parâmetros	Resultados Analíticos	Un. Trab	CONAMA 430	CONSEMA nº181	Un. L.Q./Faixa	LD	Início Ensaio
DBO (3 dias)	35.600,00	mg/L	Remoção mínima 60%	Remoção de 80% ou até 60,0mg/L	mg/L O ₂	5,00	20/08/2024
DQO	>90.000,00	mg/L	N.A	N.A	mg/L	25,00 mg/L	20/08/2024
Óleos e Graxas Totais	388,67	mg/L	N.A	N.A	mg/L	10,00 mg/L	21/08/2024
pH	8,29		de 5,00 a 9,00	de 6,00 a 9,00		2,00	20/08/2024
Sólidos Sedimentáveis	<0,3	m/L	até 1,0	N.A	ml/L	0,090 m/L	20/08/2024
Sólidos Suspensos Totais	430,0	mg/L	N.A	N.A	mg/L	15,0	21/08/2024
Alumínio	0,22	mg/L	N.A	N.A	mg/L	0,02	21/08/2024

03. Referência metodológica:

Parâmetros	Metodologia
pH	SMWW, 24ª Edição, Método 4500 H+ B
Alumínio	ERA - Método 3015 A 2007, SMWW 24ª Edição 3120 B
DQO	PR-SLUB-022
Sólidos Suspensos Totais	SMWW 23ª edição, Método 2540 D, Método 2540 E
Óleos e Graxas Totais	SMWW 24ª edição, Método 5520 D
Sólidos Sedimentáveis	SMWW, 24ª Edição, Método 2540 F

INSTITUTO SENAI DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Rua Harry Pothal, 111 – Escola Agrícola – CEP: 89037-650 – Blumenau-SC
 Telefone: (47) 3321-9690 | E-mail: ist.ambcomercial@sc.senai.br

Data: 04/09/2024 10:28

CPF: 000.000.000-00

Nome: ANA CAROLINA

BACIK

ALMARAZ:08021192905

Versão: V1.0 - Amostragem: 27213.BNU.2024 || Data Emissão: 03/09/2024 - Página: 1/2

Parâmetros	Metodologia
DBO (5 dias)	SMWW, 24ª Edição, Método 5210 D

Legislação: Valores de referência estabelecidos conforme Resolução CONAMA 430 de 13 de maio de 2011 e Resolução Consema nº181, de 02 de agosto de 2021.

Referência(s) Normativa(s): - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 24th Edition
 - Determinação de DQO
 - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23rd Edition

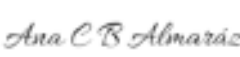
Legenda
 mg/L - Miligrama por Litro, mL/L - Mililitro por Litro Legenda

Amostragem
Procedimento de Amostragem PR-BLIS-015.
Declaração de conformidade

O laboratório não considera a incerteza de medição para emissão da declaração de conformidade com um requisito especificado.

Notas

- Os resultados deste relatório referem-se exclusivamente à amostra ensaiada no laboratório, não sendo extensivos a qualquer outra amostra, ainda que similar.
- É proibida a reprodução parcial ou total deste relatório de ensaio.
- O laboratório se responsabiliza por amostragens realizadas somente pelos técnicos do laboratório.
- Para as amostras as quais a responsabilidade da coleta é do solicitante, o(s) resultado(s) expresso(s) se aplica(m) a amostra conforme recebida pelo laboratório.
- Quando aplicável, as opiniões e interpretações expressas neste relatório não fazem parte do escopo de acreditação do laboratório.



Ana Carolina Beck Almaráz
CRBIO 118187/03-D



Marli Conrado
CRQ 13100437

Código de Verificação: 0007700037956004844750202400000

INSTITUTO SENAI DE TECNOLOGIA AMBIENTAL

Rua Harry Poffel, 111 – Escola Agrícola – CEP: 89037-850 – Blumenau-SC
 Telefone: (47) 3321-9050 | E-mail: ist.amb@comercial@sc.senai.br

Versão: V1.0 - Amostra: 27213.BNU.2024 || Data Emissão: 03/09/2024 - Página: 2/2