

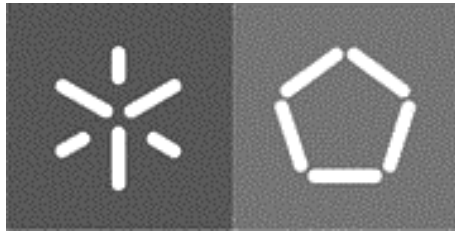


Tiago Jorge Mendonça Pinto Azevedo

Desenvolvimento de têxteis multifuncionais para a elaboração de equipamentos de proteção: o efeito sinérgico entre as estruturas fibrosas e os nanomateriais

Universidade do Minho
Escola de Engenharia





Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Tiago Jorge Mendonça Pinto Azevedo

Desenvolvimento de têxteis multifuncionais para a elaboração equipamentos de proteção pessoal: o efeito sinérgico entre as estruturas fibrosas e os nanomateriais

Dissertação de Mestrado

Mestrado em Engenharia Têxtil

Área de Especialização em Materiais e Tecnologias Avançadas

Trabalho efetuado sob orientação de:

Professora Doutora Diana Sara Pereira Ferreira

Professor Doutor Raul Manuel Esteves Figueiro

novembro 2023

Direitos de autor

Este é um trabalho académico que pode ser utilizado por terceiros desde que respeitadas as regras e boas práticas internacionalmente aceites, no que concerne aos direitos de autor e direitos conexos.

Assim, o presente trabalho pode ser utilizado nos termos previstos na licença abaixo indicada.

Caso o utilizador necessite de permissão para poder fazer um uso do trabalho em condições não previstas no licenciamento indicado, deverá contactar o autor, através do RepositóriUM da Universidade do Minho.



Atribuição-NãoComercial-SemDerivações
CC BY-NC-ND

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

Agradecimentos

O desenvolvimento deste trabalho, só foi possível com a contribuição de várias pessoas que me orientaram e apoiaram ao longo da realização deste tema de dissertação. A todas essas pessoas estou profundamente grato por toda a paciência e tranquilidade que me transmitiram ao longo deste ano, em particular:

À Professora Doutora Diana Ferreira, por toda a orientação fornecida ao longo da realização deste projeto, principalmente ao incentivo, à resiliência, à exigência e serenidade que transmitiu ao longo deste ano, para que superasse as dificuldades encontradas durante este percurso.

Ao Professor Doutor Raul Figueiro, por todo o apoio dado e disponibilidade no desenvolvimento deste trabalho ao longo deste ano, bem como ao facto de ter ilustrado ao longo do mestrado em engenharia têxtil, as possíveis vertentes desta área.

Ao Sr. Eduardo da empresa Idepa, por toda a hospitalidade em receber-me nas reuniões que tivemos ao longo do trabalho, que me orientaram naquilo que eram os objetivos pretendidos pela empresa.

À equipa que me ajudou no laboratório em particular à Joana Araújo por toda a ajuda, compreensão e paciência na explicação dos procedimentos laboratoriais. Também gostaria de agradecer aos restantes elementos ao Vasco Pontes, à Sofia Costa, à Mariana Barreiros, à Ana Isabel, à Marta Teixeira, à Diana Alves, à Joana Rocha, à Sónia Gonçalves, ao Diego Alves, à Cátia Gomes, à Carina Gomes e ao Diogo Sousa.

Aos investigadores e técnicos que me apoiaram nos laboratórios, ao Jorge Padrão por toda ajuda nos ensaios de antibacterianos assim como na interpretação dos mesmos, à Ângela na impregnação dos substratos fibrosos, ao Usha no ensaio da condutividade elétrica e à Cátia Alves no goniómetro.

Por fim, gostaria de agradecer às pessoas que me acompanham todos os dias, à minha mãe, ao meu pai, ao meu irmão e à minha namorada e aos meus amigos, por todo o esforço, carinho, tranquilidade e paciência que me transmitiram ao longo deste ano.

Declaração de integridade

Declaro ter atuado com integridade na elaboração do presente trabalho académico e confirmo que não recorri à prática de plágio nem a qualquer forma de utilização indevida ou falsificação de informações ou resultados em nenhuma das etapas conducente à sua elaboração.

Mais declaro que conheço e que respeitei o Código de Conduta Ética da Universidade do Minho.

Universidade do Minho, novembro de 2023

Tiago Jorge Mendonça Pinto Azevedo

Assinatura:

Resumo

Atualmente os equipamentos de proteção pessoal, apenas permitem a repelência dos agentes nocivos, sendo para tal necessário a obtenção de equipamentos com uma proteção ativa.

A nanotecnologia foi considerada uma revolução científica, visto que promoveu o aparecimento de novos produtos, tais como os têxteis multifuncionais, quando incorporados com esta tecnologia. Desse modo, os têxteis multifuncionais evidenciam distintas propriedades nomeadamente, proteção ultravioleta (UV), atividade antibacteriana, atividade foto catalítica, repelência a óleos/água, condutividade elétrica e aumento das propriedades mecânicas. As nanopartículas são muito utilizadas na multifuncionalização dos materiais têxteis devido às suas características inerentes, como elevada área superficial, a dimensão à nanoescala e a propriedade de não aumentar o peso dos têxteis.

Posto isto, o objetivo deste trabalho focou-se primeiramente na funcionalização de fitas de 100% poliéster (PES) e 100% algodão (CO) com nanopartículas (NPs) de prata (Ag), dióxido de titânio (TiO₂), e *nanoplatelets* de grafeno (GNPs) de forma a promover as seguintes funcionalidades: atividade antibacteriana e condutividade elétrica. Posteriormente às impregnações, os ensaios de caracterização dos materiais que foram efetuados, utilizando as técnicas de caraterização disponíveis, nomeadamente: espectroscopia de infravermelho com transformada de *Fourier* com reflexão total atenuada (ATR-FTIR), microscopia eletrónica de varrimento (FESEM), espectroscopia de refletância difusa do estado fundamental (GSDR) e técnicas termogravimétricas (TGA).

Após várias reuniões com a empresa, decidiu-se que o principal foco do trabalho seria a funcionalização de fitas têxteis de 100% PES e 100% polipropileno (PP) com as *nanoplatelets* de grafeno (GNPs) e as formulações fornecidas pela empresa, nomeadamente o Pernamul (P) e o Tecnivil (T). Deste modo, foram efetuados os mesmos ensaios de caraterização, sendo que as propriedades avaliadas nestas amostras desenvolvidas foram atividade antimicrobiana, a e propriedades elétricas. Neste caso foi avaliado a durabilidade destes nanomateriais nas fitas têxteis de poliéster visto que se pretende que este produto seja comercializado, sendo a resistência à lavagem um fator preponderante para avaliar a eficácia das GNPs.

Palavras-chave: equipamentos de proteção, fitas têxteis, têxteis multifuncionais, nanopartículas.

Abstract

Nowadays, personal protective equipments only allow the repelling effect of harmful agents, making it necessary to develop equipment with active protection.

Nanotechnology was considered a pioneer development within textile engineering as it promoted the creation of new products, such as multifunctional textiles with distinct functions. Thereby the nanoparticles are widely used in textile materials due to their multifunctional uses due to their inherent properties, like high surface area, nanoscale dimension, and lightweight materials. These properties, confer to textiles many functionalities such as, ultraviolet protection, antibacterial activity, photocatalytic activity, oil and water repellence, electrical conductivity and an increased on the mechanical properties.

Therefore, the focus of this project is the development of multifunctional tapes of 100% cotton and 100% polyester by the incorporation of NPs Ag, TiO₂ and GNPs making it possible to improve several functionalities, for example: antibacterial properties and electrical conductivity. The next step will be the analysis of samples using techniques such as Attenuated Total Reflectance-*Fourier* Transform Infrared Spectroscopy (ATR-FTIR), field emission scanning electronic microscopy (FESEM), ground-state diffuse reflectance (GSDR) and thermogravimetric analysis (TGA).

After several meetings with the company, the main goal of the project was to functionalize only tapes of 100% polyester and 100% polypropylene with the GNPs, and with the products supplied by the company such as Pernamul and Tecnivil. Thereby the techniques of analysis used were the same, and the properties evaluated were antibacterial activity and electrical properties. The polyester tapes functionalized with the GNPs, will be commercialized in the future and it is important to evaluate the durability of the GNPs to predict their effectiveness.

Keywords: multifunctional textiles, nanoparticles, personal protective equipment, textile tapes.

Índice

Agradecimentos.....	iii
Resumo.....	v
Abstract.....	vi
1.Introdução.....	1
1.1. Enquadramento	1
1.2. Objetivos.....	2
1.3. Idepa	3
1.4. Estrutura da dissertação.....	3
2. Estado da arte.....	5
2.1 Fibras têxteis.....	5
2.2. Equipamentos de proteção individual.....	9
2.3. Nanotecnologia aplicada aos têxteis.....	10
2.3.1. Nanomateriais à base de carbono	11
2.3.2. Nanopartículas metálicas e óxidos metálicos	13
2.4. Funcionalização de substratos têxteis com nanomateriais: têxteis multifuncionais.....	16
3. Materiais e métodos	25
3.1. Materiais fornecidos pela empresa.....	25
3.1.1. Estruturas fibrosas	25
3.1.2. Formulações da empresa.....	25
3.2. Síntese das NPs Ag.....	26
3.3. Dispersão das NPs TiO ₂	27
3.4. Formulação das GNPs.....	28
3.5. Impregnação das fitas com as formulações desenvolvidas	29
3.6. Caraterização dos materiais fibrosos.....	30

3.6.1. Espectroscopia de infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> com reflexão atenuação total (ATR-FTIR)	30
3.6.2. Espectrofotômetro UV com esfera integradora	31
3.6.3. Análise termo-gravimétrica	32
3.6.4. Microscopia eletrônica de varrimento (FESEM)	32
3.6.5. Resistência à lavagem	33
3.7. Avaliação das propriedades	34
3.7.1. Condutividade elétrica	34
3.7.2. Atividade antibacteriana	35
4. Resultados e discussão.....	37
4.1. Funcionalização das fitas de algodão B4092A com os diferentes nanomateriais	37
4.1.1. Funcionalização com NPs Ag, respetiva caraterização e análise de propriedades... 37	
4.1.2. Funcionalização com NPs TiO ₂ , respetiva caraterização e análise de propriedades 43	
4.1.3. Funcionalização com GNPs, respetiva caraterização e análise de propriedades	48
4.2. Funcionalização das fitas de poliéster B4855A com os diferentes nanomateriais	54
4.2.1. Funcionalização com NPs Ag, respetiva caraterização e análise de propriedades... 54	
4.2.2. Funcionalização com NPs TiO ₂ , respetiva caraterização e análise de propriedades 60	
4.2.3. Funcionalização com GNPs, respetiva caraterização e análise de propriedades	65
4.3. Seleção da amostra final de fita de PES e PP com as formulações comerciais e as GNPs	70
4.3.1. Funcionalização da fita B3131H com GNPs, Pernamul e Tecnivil, sua caraterização e avaliação das propriedades	71
4.3.2. Funcionalização da fita B4099B com GNPs Pernamul e Tecnivil, sua caraterização e avaliação das propriedades	83
5. Conclusão	94
5.1. Tarefas propostas para o futuro	96

Referências bibliográficas.....	97
---------------------------------	----

Lista de abreviaturas

Ag	Prata
AgNO₃	Nitrato de prata
ATR	Reflexão atenuação total
CaO	Óxido de cálcio
CS	Quitosano
CO	Algodão
CuO	Óxido de cobre
CFU	Unidades formadoras de colónias
FESEM	<i>Field emission scanning electronic microscopy</i>
FTIR	Espectroscopia de infravermelho com transformada de <i>Fourier</i>
GNPs	<i>Nanoplatelets</i> de grafeno
GSDR	<i>Ground state diffuse reflectance</i>
MgO	Óxido de magnésio
NPs	Nanopartículas
O₂	Oxigénio singleto
P	Pernamul
PBS	<i>Phosphate buffered saline</i>
PEG	Polietilenoglicol
PEG 200	Polietilenoglicol 200
PES	Poliéster
PP	Polipropileno
ROS	Espécies reativas de oxigénio
SiO₂	Dióxido de silício
T	Tecnivil
TGA	Termogravimetria

TiO ₂	Dióxido de titânio
TSA	<i>Tryptic soy agar</i>
UV	Ultra-violeta
ZnO	Óxido de zinco

Índice de figuras

Figura 1. Fitas fornecidas pela empresa	2
Figura 2. Estruturas das cadeias do polipropileno: (A)- Isotática; (B)- Sindiotática; (C)- Atática.....	8
Figura 3. Equipamento de proteção pessoal na área militar	9
Figura 4. Equipamentos de proteção pessoal na área da saúde	9
Figura 5. Imagens de FESEM da funcionalização de tecidos de linho com (a) nanopartículas MgO e (b) nanopartículas MgO-SiO ₂ core-shell	19
Figura 6. Imagens obtidas por FESEM: a) Superfície de tecido de juta; b - e) Superfície de tecido de juta funcionalizado com Nanopartículas de óxido de cálcio; f - i) Superfície de tecido de juta funcionalizado com nanopartículas de óxido de cálcio e dióxido de silício	20
Figura 7. Formulações fornecidas pela empresa.....	26
Figura 8. Procedimento da síntese de nanopartículas de prata	27
Figura 9. Processo de síntese das nanopartículas de prata	27
Figura 10. Procedimento da síntese de nanopartículas de dióxido de titânio.....	28
Figura 11. Solução opaca de NPs TiO ₂	28
Figura 12. Processo da obtenção da formulação otimizada de GNPs	29
Figura 13. Processo de impregnação dos substratos fibrosos: a) Foulard; b) Râmola	30
Figura 14. Equipamento ATR-FTIR	31
Figura 15. Espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada.....	32
Figura 16. Equipamento utilizado para medição de degradação térmica	32
Figura 17. Montagem do circuito para a medição da condutividade elétrica	34
Figura 18. Resultado obtido após a funcionalização da amostra B4092A com NPs Ag	38
Figura 19. Espectro GSDR da amostra B4092A, funcionalizada com NPs Ag.....	38
Figura 20. Espectro ATR-FTIR da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag.....	40
Figura 21. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica; (A) fita B4092A controlo; (B) fita B4092A funcionalizada com NPs Ag	41
Figura 22. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag.....	42
Figura 23. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag	42
Figura 24. Resultados obtidos da amostra B4092A após a funcionalização com NPs TiO ₂	44

Figura 25. Espectro GSDR da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂	44
Figura 26. ATR - FTIR da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂ ; (A): Espectro completo; (B): Ampliação do espectro.....	45
Figura 27. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂	46
Figura 28. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂	47
Figura 29. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂	47
Figura 30. Resultados obtidos da amostra B4092A após a funcionalização com GNPs.....	49
Figura 31. Espectro GSDR da amostra B4092A funcionalizada com GNPs	49
Figura 32. ATR-FTIR da amostra B4092A funcionalizada com GNPs: (A)- ampliação 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ ; (B): 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹	50
Figura 33. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs	51
Figura 34. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com GNPs,	52
Figura 35. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs	53
Figura 36. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com NPs Ag.....	54
Figura 37. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag.....	55
Figura 38. ATR-FTIR da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag.....	56
Figura 39. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A: (A)- amostra B4855A de controlo; (B)- amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag.....	57
Figura 40. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag,.....	58
Figura 41. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag	59
Figura 42. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com NPs TiO ₂	60
Figura 43. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂	61
Figura 44. ATR-FTIR da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂ ; (A)- Ampliação do espectro dos 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ ; (B)- Ampliação do espectro dos 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹ ;	62
Figura 45. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂	63

Figura 46. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂	64
Figura 47. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂	64
Figura 48. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com GNPs.....	65
Figura 49. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com GNPs	66
Figura 50. ATR-FTIR amostra B4855A funcionalizada com GNPs: (A)- ampliação do espectro dos 4000-2000 cm ⁻¹ ; (B)- ampliação do espectro dos 2000-400 cm ⁻¹	67
Figura 51. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs	68
Figura 52. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com GNPs	69
Figura 53. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs	69
Figura 54. Resultados obtidos da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnivil: (A)- amostra B3131H controlo; (B)- amostra B3131H funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B3131H funcionalizada após lavagem;	71
Figura 55. Resultados obtidos da amostra B3131H após a funcionalização com GNPs + Pernamul: (A)- amostra B3131H controlo; (B)- amostra B3131H funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B3131H funcionalizada após lavagem;	72
Figura 56. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Tecnivil ampliado dos 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ e dos 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹ ; (C) e (D)- Pernamul 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ e dos 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹	74
Figura 57. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Tecnivil + GNPS ampliado dos 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ e dos 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹ ; (C) e (D)- Pernamul + GNPs 4000 cm ⁻¹ aos 2000 cm ⁻¹ e dos 2000 cm ⁻¹ aos 400 cm ⁻¹	75
Figura 58. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H	76
Figura 59. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul sem lavagem; (B)-Pernamul com lavagem; (C)- Tecnivil sem lavagem; (D)-Tecnivil sem lavagem	77
Figura 60. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)- Tecnivil e GNPs sem lavagem; (B)- Tecnivil e GNPs com lavagem; (C)- Pernamul Tecnivil e GNPs sem lavagem; (D)- Pernamul e GNPs sem lavagem.....	78

Figura 61. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Tecnivil e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente.....	79
Figura 62. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Pernamul e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente	80
Figura 63. Redução logarítmica das amostras B3131H funcionalizadas com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul, antes e após lavagem.....	81
Figura 64. Resultados obtidos da amostra B4990B após a funcionalização com GNPs + Tecnivil: (A)- amostra B4099B controlo; (B)- amostra B4099B funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B4099B funcionalizada após lavagem;	83
Figura 65. Resultados obtidos da amostra B4990B após a funcionalização com GNPs + Pernamul: (A)- amostra B4099B controlo; (B)- amostra B4099B funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B4099B funcionalizada após lavagem;	84
Figura 66. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Pernamul ampliado dos 4000 cm-1 aos 2000 cm-1 e dos 2000 cm-1 aos 400 cm-1; (C) e (D)- Tecnivil 4000 cm-1 aos 2000 cm-1 e dos 2000 cm-1 aos 400 cm-1.....	86
Figura 67. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Pernamul + GNPs ampliado dos 4000 cm-1 aos 2000 cm-1 e dos 2000 cm-1 aos 400 cm-1; (C) e (D)- Tecnivil + GNPS 4000 cm-1 aos 2000 cm-1 e dos 2000 cm-1 aos 400 cm-1.....	87
Figura 68. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4990B	88
Figura 69. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul sem lavagem; (B)-Pernamul com lavagem; (C)- Tecnivil sem lavagem; (D)-Tecnivil sem lavagem	88
Figura 70. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul + GNPs sem lavagem; (B)-Pernamul + GNPs com lavagem; (C)- Tecnivil + GNPs sem lavagem; (D)- Tecnivil + GNPs sem lavagem.....	89
Figura 71. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Tecnivil e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 250, 500, 1000 respetivamente.....	90

Figura 72. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Pernamul e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respectivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respectivamente 91

Figura 73. Redução logarítmica da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul antes e após lavagem 92

Índice de tabelas

Tabela 1. Propriedades das fibras de algodão	6
Tabela 2. Propriedades das fibras de poliéster	7
Tabela 3. Propriedades das fibras de polipropileno.....	8
Tabela 4. Propriedades físicas do grafeno	12
Tabela 5. Resultados obtidos da avaliação das propriedades dos tecidos de linho funcionalizados com GNPs.....	22
Tabela 6. Tabela resumo da funcionalização dos materiais têxteis	23
Tabela 7. Fichas técnicas dos produtos fornecidos pela empresa	26
Tabela 8. Classificação da atividade antibacteriana	36
Tabela 9. Resultados obtidos no data color da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag, ..	39
Tabela 10. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag.....	43
Tabela 11. Resultados obtidos no data color da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂ , antes e após lavagem	45
Tabela 12. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO ₂ , antes e após lavagem	48
Tabela 13. Resultados obtidos no data color da amostra B4092A funcionalizada com GNPs....	50
Tabela 14. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs	53
Tabela 15. Resultados obtidos no data color da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag,	55
Tabela 16. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag,.....	59
Tabela 17. Resultados obtidos no data color da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO ₂ , antes e após lavagem	61
Tabela 18. Resultados obtidos no data color da amostra B4855A funcionalizada com GNPs, antes e após lavagem	66
Tabela 19. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs	70

Tabela 20. Resultados obtidos no data color da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnivil, antes e após lavagem.....	72
Tabela 21. Resultados obtidos no data color da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Pernamul, antes e após lavagem	73
Tabela 22. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs +Pernamul, antes e após lavagem.....	82
Tabela 23. Resultados obtidos no data color da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil, antes e após lavagem.....	84
Tabela 24. Resultados obtidos no data color da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Pernamul, antes e após lavagem	85
Tabela 25. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernnamul, antes e após lavagem.....	93

1. Introdução

1.1. Enquadramento

Na atualidade o principal objetivo do uso do vestuário não se concentra apenas na proteção do corpo do utilizador, mas também na gestão da temperatura corporal e no conforto termofisiológico. Para além disso, e devido aos últimos desenvolvimentos científicos e tecnológicos na área têxtil, o vestuário pode conter propriedades funcionais de forma a responder a distintos estímulos externos. De facto, a inovação na indústria têxtil nas últimas décadas advém do desenvolvimento de estruturas fibrosas multifuncionais através da incorporação de nano estruturas, pela funcionalização dos mesmos. (Jadoun, Verma, & Arif, 2020).

A introdução da nanotecnologia na indústria têxtil foi considerada uma revolução científica, uma vez que esta tecnologia permitiu que novos produtos emergissem. O desenvolvimento de têxteis inteligentes e multifuncionais através da integração de NPs nos materiais têxteis, tem tido uma importância significativa. As NPs neste ponto de aplicação são comumente aplicadas, devido à sua elevada área superficial, ao seu tamanho nanométrico, similaridade dimensional com a radiação visível e ultra violeta e baixo peso (Mishra & Militky, 2019), que permite a funcionalização dos materiais têxteis conferindo diversas propriedades, como por exemplo a autolimpeza, decomposição de agentes químicos e atividade antimicrobiana (Joshi, Mangala; Adak, Bapan, 2019).

Posto isto, o desenvolvimento de equipamentos de proteção individual, são a barreira protetora que impede que agentes nocivos, como os agentes químicos e biológicos proliferem para o interior do corpo ou se mantenham à superfície da pele. Tendo em conta a influência que estes agentes podem ter no quotidiano da população mundial, é necessário o desenvolvimento de equipamentos de proteção individual eficazes, que não sejam apenas passivos (repelência dos agentes) mas que atuem como proteção ativa, ou seja, que sejam capazes de degradar estes agentes químicos ou biológicos, resultando assim na sua eliminação (Araújo, Ferreira, & Figueiro, 2021).

1.2. Objetivos

Tendo em conta os conceitos anteriores, o objetivo principal deste trabalho focou-se primeiramente na multifuncionalização de substratos têxteis, nomeadamente fitas têxteis de 100% CO e 100% PES fornecidas pela empresa Idepa através da incorporação das NPs Ag, TiO₂ e GNPs, com o objetivo promover as seguintes propriedades às fitas: atividade antibacteriana e condutividade elétrica.

Após várias reuniões com a empresa, decidiu-se que as fitas têxteis a funcionalizar seriam apenas de 100% PES e 100% PP, sendo estas funcionalizadas com as GNPs e os produtos fornecidos pela empresa, nomeadamente o Pernamul e o Tecnivil. Desse modo, as propriedades mais relevantes seriam a condutividade elétrica e a atividade antibacteriana. Por fim e tendo em conta que este produto final será comercializado, decidiu-se que seria preponderante a avaliação da resistência à lavagem das fitas têxteis de 100% PES e 100% PP.

Após a impregnação dos nanomateriais nas fitas têxteis de PES, CO e PP serão realizados os ensaios de caracterização das amostras desenvolvidas, utilizando diferentes técnicas de caracterização, nomeadamente: ATR-FTIR, FESEM, GSDR, TGA.

Tendo em conta que a Idepa é uma empresa têxtil maioritariamente produtora de fitas para diversas aplicações, um dos objetivos deste trabalho é permitir que a multifuncionalização destes materiais seja exequível nos seus equipamentos e processos, evitando um possível investimento em novos equipamentos e facilitando a escalabilidade da tecnologia. Para além disso, os processos de desenvolvimento de formulações para impregnação foram otimizados, assim como os reagentes a utilizar tendo em conta a facilitação da escalabilidade para a indústria. De notar que ao longo de todos os processos, considerou-se a redução de temperaturas de processamento, as quantidades e qualidades dos reagentes, os tempos de reação e a facilidade dos processos.



Figura 1. Fitas fornecidas pela empresa
Acervo próprio

As amostras fornecidas pela empresa, encontram-se identificadas segundo os códigos indicados pela mesma, nomeadamente:

- ✓ B4092A – CO;
- ✓ B4855A – PES;
- ✓ B4099B – PP;
- ✓ B3131H – PES;

1.3. Idepa

A Idepa é uma empresa sediada em São João da Madeira, caracterizada pela produção de acessórios têxteis. Estas fitas têxteis de naturezas distintas, são comercializadas para distintos mercados nomeadamente: na área da indústria náutica, aeroespacial, militar, móveis, desportos outdoor, segurança e área automóvel. As aplicações destas fitas têxteis variam desde a utilização no nosso quotidiano, como por exemplo fitas de pescoço, fitas de embrulho, cordões, precintas entre outros; como também em aplicações técnicas como *webbings*, fitas elásticas, precintas na área automóvel (Idepa, 2022).

1.4. Estrutura da dissertação

O presente documento foi dividido em 5 capítulos: o capítulo 1 aborda uma breve introdução ao tema estudado; o capítulo 2 refere-se ao estado da arte, abordando uma breve pesquisa sobre as fibras têxteis, a nanotecnologia e por fim a funcionalização dos materiais têxteis incorporando nanomateriais; o capítulo 3 relata os materiais e métodos utilizados para desenvolvimento deste projeto; o capítulo 4 refere-se à apresentação e discussão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios; o capítulo 5 inclui a conclusão do trabalho e eventuais desenvolvimentos futuros.

No primeiro capítulo, foi elaborado um breve enquadramento do tema e apresentando os principais objetivos da dissertação. Por fim, este capítulo apresenta ainda uma breve descrição de cada um dos capítulos da dissertação.

O segundo capítulo, refere-se à revisão de literatura abordando os seguintes temas: fibras têxteis e as suas propriedades, os diferentes tipos de nanomateriais utilizados neste trabalho, ou seja, nanomateriais à base de carbono, NPs metálicas e NPs de óxidos metálicos, abordando as características de cada um. De seguida foi abordado o que já se encontra desenvolvido na área dos têxteis multifuncionais, de forma a entender quais as propriedades obtidas nesses casos.

No terceiro capítulo estão definidos quais os materiais fornecidos pela empresa, reagentes utilizados para a obtenção dos nanomateriais para a futura impregnação nos materiais da empresa, como também que métodos foram utilizados para a síntese ou dispersão dos nanomateriais, processo de impregnação, ensaios de caracterização das amostras e por fim a avaliação das propriedades pretendidas nos substratos fibrosos.

No capítulo 4, são evidenciados os resultados obtidos, e discussão dos mesmos sendo que primeiramente são ilustrados os resultados dos primeiros materiais têxteis fornecidos pela empresa, ou seja, as fitas de 100% CO e 100% PES, demonstrando quais as possíveis propriedades que podem ser incorporadas. Seguidamente, e após análise das necessidades da empresa, são apresentados os resultados obtidos e discussão relativa às fitas têxteis de 100% PES e 100% PP com as propriedades finais pretendidas pela empresa.

Por fim, no capítulo 5 encontra-se a conclusão do trabalho, sendo projetados quais os trabalhos futuros a desenvolver de forma a melhorar os obtidos.

2. Estado da arte

2.1 Fibras têxteis

Ao longo do tempo, e devido às constantes evoluções técnicas e científicas neste domínio, os têxteis proporcionam cada vez mais funções aos seus utilizadores. Ao mesmo tempo, estas funcionalidades variam de acordo com as necessidades dos mesmos.

Atualmente os têxteis têm aplicações nas mais diversas áreas como na aeronáutica, na área automóvel, na medicina, no desporto como também no desenvolvimento de equipamentos de proteção (TEXCOMS TEXTILE SOLUTIONS, 2019). Todas as estruturas utilizadas nestas aplicações são constituídas por fibras têxteis, que posteriormente serão submetidas aos processos de têxteis convencionais.

A indústria têxtil define fibras têxteis como sendo a relação entre comprimento e diâmetro das mesmas. As fibras têxteis são também caracterizadas pela sua flexibilidade e reduzido diâmetro (TEXCOMS TEXTILE SOLUTIONS, 2019). As fibras podem ser classificadas segundo a sua origem, sendo naturais ou químicas:

- ✓ Naturais:
 - Origem animal: lã, seda;
 - Origem vegetal: algodão, sisal, juta, linho, cânhamo;
- ✓ Químicas:
 - Sintéticas: poliéster, poliamida, polipropileno, poliuretano, polivinílicas;
 - Artificiais: viscose, modal, liocel, soja, ácido poliláctico, alginato, entre outras;

No que diz respeito às tendências da produção de fibras têxteis, constatou-se que em 2021 a produção de fibras têxteis aumentou para 113 milhões de toneladas, sendo que é previsto um aumento até 149 milhões de toneladas em 2030 (Çeven & Gunaydin, 2023). Este aumento deve-se à continua produção da fibra de poliéster, seguida das fibras celulósicas nomeadamente o algodão (Stefan, Bosomoiu, & Stefan, 2022).

O CO é a fibra natural mais utilizada, sendo os principais produtores a China, Estados Unidos, Índia, Paquistão, Turquia, Uzbequistão e Brasil (Yu C. , 2014). Já no caso da fibra de PES,

denotou-se que a causa produção em elevadas quantidades deve-se às propriedades da fibra nomeadamente, o baixo custo de produção, fácil processamento, denotando um excelente desempenho, possibilidade de combinação com outras fibras, como por exemplo fibras naturais, sendo que pode ser reciclada (Jaffe & Menczel, 2020). Contudo também a fibra de PP também tem um impacto significativo na produção mundial das fibras, contribuindo com cerca de 90 milhões de toneladas até 2020 (Aizenshtein, 2009).

A fibra de CO é constituída por uma cutícula, uma parede primária e uma secundária, sendo que no interior se encontra o lúmen, sendo que o tamanho deste último varia com a maturidade da planta de algodão. Esta fibra tem como características o toque suave, com capacidade para absorver água devido ao facto de o núcleo da mesma conter grupos hidroxilo (O-H) que conferem essa propriedade (Yu C. , 2014). As fibras de CO são compostas por 95% de um polissacarídeo nomeadamente, a celulose, tendo em conta que este é constituído por unidades de β -d de glucopirranose ligadas através de ligações covalentes. Cada unidade de glucopirranose, contem na sua estrutura química três grupos hidroxilo(O-H), sendo que a posição destes grupos pode ser classificada de distintas formas, tendo em conta a posição dos mesmos na estrutura química da macromolécula de celulose (Fang, 2018).

No que concerne às propriedades das fibras de CO, constatou-se pela análise da literatura os seguintes intervalos de resultados como demonstrado na tabela 1.

Tabela 1. Propriedades das fibras de algodão

Adaptado do livro "Textiles and Fashion Materials, Design and Technology" (página 34), pelo autor R. Sinclair, 2014, n.d.: Woodhead Publishing. Direito de autor (2014) por Elsevier Ltd.

Fibra de CO	
Propriedades físicas	
Tenacidade (cN/TEX)	2,6 - 4,4 (seco); 3,2 – 5,3 (molhado)
Resistência à Tração	3-7% alongamento à rotura, sendo que por volta dos 2% a recuperação à forma inicial pode chegar até aos 70%
Resistência à abrasão	Razoável - bom
Propriedades químicas	
Agentes ácidos e alcalinos	Altamente resistente a tratamentos alcalinos; em condições ácidas e temperatura elevada ocorre a dissolução.
Propriedades Biológicas	
Efeito de fungos e bactérias	Favorece o aparecimento de humidades, que podem suscitar a descoloração e eventual degradação do material

O PES, é composto por uma cadeia polimérica contendo grupos éster, sendo que este polímero é obtido através da reação de poli-condensação, entre os ácidos dicarboxílicos e dióis. Relativamente ao processo de produção deste polímero, verificou-se que pode ser obtido por dois métodos:

- ✓ **Dimetil Tereftalato:** obtenção do dietilenoglicol tereftalato, através da reação entre o monoetilenoglicol e um catalisador a uma temperatura de 150 - 200°C, sendo posteriormente poli-condensado de forma a obter o polímero de poliéster;
- ✓ **Ácido Teraftalático:** o processo é partitamente idêntico ao anterior, excetuando o uso de ácido teraftalático, e uma temperatura mais elevada 250 – 290 °C (Yu C. , 2014).

As fibras de PES são comumente utilizadas devido às suas propriedades inerentes como ilustrado na tabela 2, como também devido ao seu baixo custo de produção, e também pelo facto da simplicidade da produção destas fibras (Jaffe & Menczel, 2020).

Tabela 2. Propriedades das fibras de poliéster

Adaptado do livro "Textiles and Fashion Materials, Design and Technology" (página 34), pelo autor R. Sinclair, 2014, n.d.: Woodhead Publishing. Direito de autor (2014) por Elsevier Ltd

Fibra de PES	
Propriedades físicas	
Tenacidade (N/TEX)	0,4- 0,5;
Resistência à Tração	15-25 % alongamento à rotura, excelente resistência à tração
Resistência à abrasão	Excelente
Propriedades químicas	
Agentes ácidos e alcalinos	Resistente aos químicos
Propriedades Biológicas	
Efeito de fungos e bactérias	Resistente ao aparecimento de humidade, visto que é uma fibra hidrofóbica

A fibra de PP é composta por várias cadeias poliméricas de grupos metilo (CH₃), cuja configuração geralmente é helicoidal. Contudo, estas cadeias poliméricas podem adotar três diferentes configurações helicoidais como ilustrado na figura 2. Essas formas são a isotática, sindiotática e atática, sendo que a configuração utilizada nas fibras de polipropileno é a isotática, visto que, contém uma estrutura mais regular e confere melhores propriedades mecânicas às fibras (Sinclair, 2014).

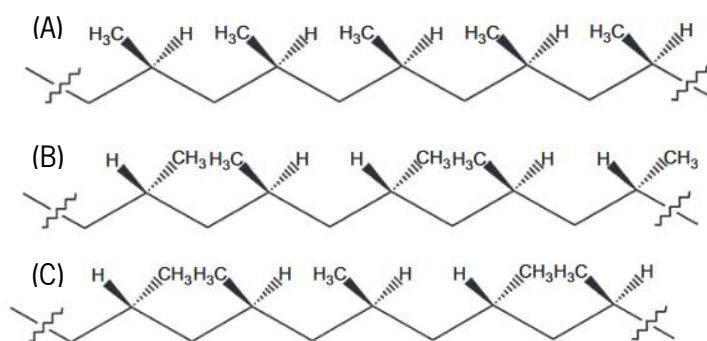


Figura 2. Estruturas das cadeias do polipropileno: (A)- Isotática; (B)- Sindiotática; (C)- Atática

Retirado do livro "Textiles and Fashion Materials, Design and Technology" (página 120), pelo autor R. Sinclair, 2014, n.d.: Woodhead Publishing. Direito de autor (2014) por Elsevier Ltd

As fibras de PP são comumente utilizadas em várias áreas de aplicação, nomeadamente na área da roupa de desporto, como por exemplo meias, calções de ciclismo, roupa de natação devido às suas propriedades de gestão de humidade. Contudo esta fibra também contém outras propriedades físicas e mecânicas como ilustrado na tabela 3.

Tabela 3. Propriedades das fibras de polipropileno

Retirado do livro "Textiles and Fashion Materials, Design and Technology" (página 123), pelo autor R. Sinclair, 2014, n.d.: Woodhead Publishing. Direito de autor (2014) por Elsevier Ltd

Fibra de PP	
Propriedades físicas	
Ponto de fusão (°C)	160-165
Densidade	0,90
Propriedades mecânicas	
Tenacidade (cN/tex)	30-80
Alongamento à rotura (%)	15-35
Resistência à abrasão	Alta

Assim, a empresa pretendeu estudar as possíveis funcionalizações de fitas têxteis constituídas por estas três fibras, tendo em conta as tendências do mercado no que diz respeito à quantidade de produção de fibras têxteis, bem como as propriedades de cada uma, nomeadamente as enunciadas anteriormente.

2.2. Equipamentos de proteção individual

Os equipamentos de proteção pessoal, incluem todo o vestuário técnico assim como também os capacetes, as luvas, o calçado de segurança, as máscaras de proteção e são desenvolvidos com o objetivo principal de promover proteção ao utilizador (Schreuder-Gibson, et al., 2003).



Figura 3. Equipamento de proteção pessoal na área militar

Retirado de Exército de Portugal, n.d., (2022), obtido <https://www.exercito.pt/pt/quem-somos/objetivos-estrategicos>. Direitos de autor Exército 2022. Retirado com permissão.



Figura 4. Equipamentos de proteção pessoal na área da saúde

Retirado de DECO PROteste, M.Dias, S.Silva, (2020), obtido <https://www.deco.proteste.pt/dinheiro/seguros/noticias/quais-as-seguradoras-que-pagam-equipamentos-de-protecao-individual>. Direitos de autor DECO PROteste 2023. Retirado com permissão.

Contudo os equipamentos de proteção não são utilizados exclusivamente em contexto militar, mas também em diversas áreas (Araújo, Ferreira, & Figueiro, 2021) que incluem o setor industrial, a agricultura, a medicina e o desporto como ilustrado nas figuras 3 e 4.

Estes equipamentos de proteção são normalmente classificados como passivos, isto é, apenas protegem o utilizador do agente nocivo. Contudo, se forem funcionalizados com

determinados materiais, poderão apresentar uma proteção mais ativa, podendo exibir inúmeras propriedades nomeadamente: capacidade de repelir agentes nocivos, assim como capacidade em adsorver/degradar agentes nocivos pela atividade foto catalítica, como também propriedades antimicrobianas, bem como promover uma melhor condutividade elétrica (Rehan, et al., 2017) (Pandimurugan & Thambidurai, 2017) (Seki, 2017) (Shaban, Mohamed, & Abdallah, 2018) (Mahmud, Zakia Sultana, Nahid Pervez, Ahsan Habib, & Liu, 2017).

2.3. Nanotecnologia aplicada aos têxteis

Os consumidores exigem que as indústrias têxteis desenvolvam produtos inovadores para aplicação nas mais diversas áreas. Posto isto, a indústria têxtil moderna, apresenta melhorias nos produtos que desenvolve, uma vez que estes apresentam melhores propriedades mecânicas, maior durabilidade, melhor toque, conforto, ergonomia e diferentes funcionalidades conforme aplicação final pretendida. (Shah, Pirzada, Price, Shibiru, & Qurashi, 2022). Estas propriedades são muitas vezes obtidas recorrendo à nanotecnologia.

A nanotecnologia, refere-se ao estudo, manipulação, aplicação dos materiais, partículas e estruturas à escala nanométrica, sendo que a dimensão dos materiais deve ser menor do que 100 nm (Altammar, 2023). Os materiais à escala métrica quando são sujeitos à desfragmentação em pequenas partículas, com uma ou mais dimensões na escala nanométrica, evidenciam distintas propriedades promovidas individualmente por cada partícula. Deste modo, esta ciência tornou-se comercialmente viável para a indústria têxtil visto que, promove a obtenção de propriedades com durabilidade, denotando resistência ao uso e às lavagens, algo que com os métodos convencionais não é possível (Mishra & Militky, 2019).

Na indústria têxtil as NPs são frequentemente utilizadas, visto que estes podem conferir aos produtos têxteis distintas propriedades nomeadamente, retardação à chama, resistência ao enrugamento, atividade antibacteriana, anti estáticos, proteção UV, assim como afetam no que diz respeito, a resistência mecânica e condutividade elétrica (Nor, Chung, Teong, & Mohamed, 2013). Assim a incorporação da nanotecnologia promove a produção de têxteis multifuncionais que, podem ser utilizados em áreas de aplicação como a agricultura, a farmacêutica, a militar entre outras (Chen, et al., 2018) (Pereira, et al., 2020).

Para a funcionalização dos materiais têxteis com NPs, necessitou-se de ter em conta os seguintes princípios nomeadamente, a incorporação de nano aditivos funcionais cujos compostos

podem ser de natureza orgânica ou biológica, ou partículas inorgânicas e polímeros; o enxerto químico de nano aditivos na superfície da fibra; ou pela deposição das NPs através dos processos convencionais de revestimento (Textor & Mahltig, 2010). Deste modo, verificou-se que, o processo de revestimento foi o que reuniu um maior número de vantagens, tendo em conta que este método é bastante versátil, com uma boa capacidade produtiva, com aplicabilidade em qualquer tipo de material têxtil, bem como necessita de quantidades reduzidas de produtos e possibilita a obtenção de distintas funcionalidades. Posto isto, este último método caracterizou-se por ser económico e flexível, evidenciando potencial para diferentes aplicações da nanotecnologia nos têxteis (Mishra & Militky, 2019).

As NPs são geralmente divididas em várias categorias, sendo que a designação das mesmas depende da morfologia, tamanho e propriedades físicas/químicas das mesmas (Khan, Saeed, & Khan, 2019).

Deste modo, para a aplicação e propriedades pretendidas para este trabalho, utilizou-se as NPs metálicas e de óxidos metálicos, bem como nano materiais à base de carbono devido às propriedades que estes nanomateriais promovem aos materiais têxteis, bem como pela facilidade da funcionalização, podendo ser aplicáveis pelo método de revestimento. As propriedades e características individuais de cada um dos nanomateriais, vão ser descritas nos próximos subcapítulos.

2.3.1. Nanomateriais à base de carbono

O carbono é um material único, que na sua estrutura contém zonas cristalinas bem definidas e organizadas e também zonas amorfas, sendo que as propriedades das estruturas de carbono dependem do alotropismo do material. Os nanomateriais de carbono, desempenham um papel fundamental no desenvolvimento de novos equipamentos e tecnologias sustentáveis, sendo que nestes estão inseridos, os fulrenos, grafeno, óxido de grafeno e nanotubos de carbono (Mishra & Militky, 2019).

Os nanotubos de carbono são estruturas tubulares (Ibrahim, 2013), provenientes do enrolamento de uma ou mais folhas de grafite (Khan, Saeed, & Khan, 2019), com um diâmetro que pode variar entre os 1–2 nm, sendo que a sua classificação é influenciada pelos diâmetros dos mesmos (Aqel, Abou El-Nour, Ammar, & Al-Warthan, 2012). Contudo apesar das suas características físicas químicas e mecânicas (Saeed & Khan, 2013) (Saeed & Ibrahim, 2016), a sua

produção é muito dispendiosa e difícil (Güler & Bağcı, 2020). No entanto, o grafeno denotou as mesmas propriedades que os nanotubos de carbono, nomeadamente condutividade elétrica (Geim & Novoselov, Nature Materials (6), 2007) e térmica (Geim, 2009) (Balandin, et al., 2008); assim como propriedades óticas (Falkovsky, 2008) e mecânicas (Lee, Wei, Kysar, & Hone, Science Vol.321, 2008) como ilustrado na tabela 4.

Tabela 4. Propriedades físicas do grafeno

Propriedades físicas grafeno		Referências
Resistência à tração	1 TPa	(Lee, Wei, Kysar, & Hone, Science, 2008)
Condutividade térmica	5000 W/mK	(Wei & Kivioja, 2013)
Resistividade elétrica	Na ordem dos 10^{-6}	(Geim & Novoselov, Nature Materials (6), 2007)

O grafeno é um material de uma camada, bi-dimensional constituído por partículas de carbono, ligadas numa estrutura hexagonal planar, cujo valor da espessura teórica é 0,34 nm (Geim & Novoselov, 2007) (Wolf, 2014). As partículas de carbono contidas na camada bi-dimensional, apresentam ligações fortes, sendo que entre duas camadas de grafeno as ligações são Van der Waals. Assim, (Geim & Novoselov, 2007), desenvolveram um processo que fosse capaz de isolar uma camada de grafeno, proveniente do grafite, permitindo assim a utilização do grafeno (Stankovich, et al., 2006). Deste modo verificou-se que para a produção de uma camada exclusivamente de grafeno, não existe ainda tecnologia disponível, o que promove um aumento no preço do grafeno (Novoselov, et al., 2012).

Contudo, a produção de GNPs é mais rentável, visto que é possível produzir em grandes quantidades e a um custo reduzido (Cataldi, Athanassiou, & Bayer, 2018). Desse modo, este nano material é caracterizado por ser constituído por uma mistura de folhas de grafeno, geralmente entre 2 - 10 folhas, e grafite nano-estruturado. Posto isto, as GNPs são materiais híbridos visto que, incluem materiais entre 0,34 nm e 100 nm (Jang & Zhamu, 2008) (Cataldi, Athanassiou, & Bayer, 2018).

As GNPs, caracterizam-se pelas suas excelentes propriedades físicas excelentes nomeadamente: condutividade elétrica e térmica; bem como promove o aumento da resistência mecânica; são materiais leves (Chung, 2015). Deste modo, as GNPs têm uma vasta aplicabilidade visto que podem ser utilizadas para geradores (Zhong, et al., 2014), supercapacitores (Liu, Yan,

Lang, Peng, & Xue, 2012) e sensores eletroquímicos (Windmiller & Wang, 2012) e sensores de pressão e tensão (Boland, et al., 2014) (Jason, Wang, Bhanushali, & Cheng, 2016) (Li, et al., 2012).

2.3.2. Nanopartículas metálicas e óxidos metálicos

As NPs são partículas cuja dimensão tem de ser inferior a 100 nm, podendo conter 1 milhão de átomos, sendo que a maioria se encontra à superfície das NPs. As NPs diferenciam-se dos seus correspondentes em tamanho à macro escala devido às suas propriedades distintas, nomeadamente: físicas, químicas e biológicas bem como (Khan, et al., 2022):

- ✓ Elevada área de superficial, visto que maioria dos átomos se encontra à superfície da NPs;
- ✓ Aumento da reatividade ou estabilidade química;
- ✓ Ótima resistência mecânica.

As NPs podem ser diferenciadas segundo o seu tamanho, visto que o mesmo varia entre 1-100 nm, bem como na forma das mesmas, podendo conter uma forma esférica, cilíndrica, tubular, ou cónica, como também a superfície das mesmas pode ser homogénea, ou irregular, assim como a estrutura química pode variar entre a zona cristalina e amorfa (Machado, Pacheco, Nouws, Albergaria, & Delerue-Matos, 2015).

As NPs são classificadas segundo o seu tamanho, forma e características químicas (Altammar, 2023), sendo que podem ser designadas por: NPs orgânicas, que são sintetizadas através de polímeros orgânicos nomeadamente, lipossomas, ferritinas; e inorgânicas que são constituídas por metais e óxidos metálicos (Khan, et al., 2022).

As NPs metálicas são constituídas apenas por metais, nomeadamente por alumínio (Ghanta & Muralidharan, 2013), cádmio, estanho (Prakash, Sharma, Ahmad, Ghosh, & Sinha, 2010), cobalto (Mondal, Adhikary, & Mukherjee, 2015), cobre, (Din & Rehan, 2016) ouro (Jamkhande, Ghule, Bamer, & Kalaskar, 2019), ferro (Herlekar, Barve, & Kumar, 2014), Ag (Prakash, Sharma, Ahmad, Ghosh, & Sinha, 2010) (Schrand, et al., 2010) e zinco (Mohd. Esa & Sapawe, 2020), sendo estes frequentemente utilizados nas sínteses destas NPs. Estas NPs caracterizam-se pelas propriedades que promovem, designadamente: elétricas; catalíticas; térmicas; antibacterianas (Khan, et al., 2022).

As NPs Ag, são caracterizadas pelo seu comportamento antibacteriano, o que promove uma aplicabilidade em várias áreas (Oćwieja, Adamczyk, Morga, & Kubiak, 2015) (Salmiati, Salim, Kueh, Hadibarata, & Nur, 2017) (Pulit-Prociak, Stoklosa, & Banach, 2014), como por exemplo em equipamentos médicos, embalagens de produtos alimentares, eletrônica, assim como nos têxteis funcionais (Schluesener & Schluesener, 2013) (Suresh, et al., 2012). Os iões da Ag reagem com a membrana das bactérias, destruindo as mesmas permitindo que o citoplasma seja expelido por pressão osmótica resultando na destruição da parede celular (Shah, Pirzada, Price, Shibiru, & Qurashi, 2022). No entanto, apesar destas vantagens (Parham, et al., 2017)) as NPs Ag podem apresentar alguma toxicidade devido à libertação dos iões de Ag. Contudo, tendo em conta que no caso da funcionalização dos têxteis fornecidos pela empresa serem para uma aplicação específica, bem como não se encontrarem em contacto direto com a pele do utilizador, a toxicidade da prata não será um fator preponderante, sendo por isso um bom material a utilizar para a aplicação pretendida.

Deste modo, atualmente prevê-se um aumento significativo na produção mundial das NPs Ag, de 500 toneladas para 900 toneladas em 2025 (Calderón-Jiménez, et al., 2017) (Syafiuddin, et al., 2018) (Du, et al., 2018) (Massarky, Trudeau, & Moon, 2014) (Khan, Mukherjee, & Chandrasekaran, 2012).

As NPs Ag, podem ser sintetizadas de distintas formas, nomeadamente redução química ou foto redução UV. A redução química necessita de um agente precursor o nitrato de prata (AgNO_3) e um agente redutor, usualmente, citrato de sódio, hidrazina (Stiufiuc, et al., 2013). Esta síntese requer elevadas temperaturas, como também o uso de agentes estabilizadores de forma a evitar a formação de agregados, o que confere desvantagens ao processo, relativamente à sustentabilidade do mesmo. Para colmatar esta desvantagem, alguns autores recomendam o uso de polietileno glicol (PEG), visto que é um polímero capaz de evitar a formação de agregados, como também pode ser utilizado como agente redutor na síntese das nanopartículas de prata (Ferreira, Figueiro, & Armando, 2018).

Quanto às NPS de óxidos metálicos, os elementos químicos que se utilizam frequentemente são os semicondutores, uma vez que conferem aos materiais têxteis funcionalidades distintas, como por exemplo proteção UV (Wang, et al., 2011), atividade fotocatalítica (Yu M., et al., 2013) (Cheng, et al., 2017), como também atividade antibacteriana

(Hatamie, et al., 2015). Geralmente os elementos químicos mais utilizados são o óxido de zinco (ZnO), o TiO₂, o óxido de cálcio (CaO), o óxido de cobre (CuO), o óxido de magnésio (MgO), visto que têm uma vasta aplicabilidade nas mais distintas áreas, nomeadamente, medicina, agricultura, eletrónica, catálises entre outras (Chavali & Nikolova, 2019).

As NPs TiO₂, contêm inúmeras propriedades, tais como térmicas, elétricas magnéticas e degradação foto catalítica. Geralmente o TiO₂ pode ser encontrado sobre as formas polimorfas de anástase, rutilo e cristalina *brookite* (Irshad, et al., 2021). Estas NPs podem ser obtidas através de distintas formas, tais como:

- ✓ Deposição química em fase de vapor;
- ✓ Precipitação química;
- ✓ Mircoemulsão hidrotérmica;
- ✓ Método sol-gel (Julkapli, Bagheri, & Hamid, 2014).

As NPs de óxidos metálicos têm a particularidade de conter espécies reativas de oxigénio, que incluem os grupos hidroxilo e o oxigénio singlete (O₂) são os responsáveis pela atividade antibacteriana conferida aos materiais têxteis, uma vez que apresentam um elevado potencial redutor (Ashraf, Hussain, Riaz, & Hussain, 2019).

O mecanismo foto catalítico, ocorre devido à absorção da radiação UV dos eletrões do material semiconductor provocando a excitação dos mesmos, da banda de valência para a banda de condução. Este efeito causa o aparecimento de buracos (h⁺) e eletrões que vão reagir com água e oxigénio atmosférico, gerando espécies reativas de oxigénio, nomeadamente grupos hidroxilo e aniões superóxidos, que promovem reações de oxidação/redução quando em contacto com os compostos orgânicos (Pakdel, Wang, Kashi, Sun, & Wang, 2020).

Para a síntese de ambos os tipos de NPs, quer metálicas quer de óxidos metálicos as técnicas existentes são o *bottom-up* e o *top-down*. O *bottom-up* consiste na combinação de pequenos blocos à escala nanométrica, devido a forças químicas e físicas, desse modo os materiais são sintetizados desde a sua forma atómica até à formação de conjuntos de partículas à escala nanométrica (Mishra & Militky, 2019) (Altammar, 2023). O *bottom-up* engloba distintas técnicas nomeadamente, Sol-Gel, *Spinning*, *chemical vapor deposition*, pyrolysis e biossíntese. Por outro lado, o método de *top-down* consiste na quebra dos materiais em partículas pequenas até à

escala nanométrica, sendo que as técnicas utilizadas são, a trituração mecânica, a litografia nanométrica, ablação por via laser, *sputtering* e decomposição térmica (Altammar, 2023). Esta técnica é mais acessível, no entanto não permite uma variedade na obtenção de nanomateriais com distintas formas e tamanhos (Khan, et al., 2022).

Deste modo, nesta dissertação para a síntese das NPs o método utilizado foi o *bottom-up* sendo a técnica o sol-gel. Esta técnica utiliza precursores metálicos, e envolve uma reação em cadeia de hidrólises ou policondensação, resultando numa solução coloidal (sol) (Altammar, 2023). Deste modo, as moléculas contidas no sistema variam do estado líquido para o estado sólido (gel) a uma temperatura e pressão atmosférica (Nur, et al., 2022) (Su, Liu, Zhang, Zhang, & Shao, 2012) (Verma, Gangwar, & Srivastava, 2017). O tamanho das partículas depende das condições de temperatura, concentração do precursor utilizado, bem como o pH (Altammar, 2023). Por fim, este processo apresenta várias vantagens, tais como baixo custo, possibilidade de uma variedade de nanomateriais, podendo este método ser escalável, com algumas melhorias no processo de síntese (Biswas, et al., 2012) (Khan, Saeed, & Khan, 2019).

Devido a todas as propriedades enumeradas, a combinação destas NPs quer de óxidos metálicos, metálicas ou as GNPs com substratos têxteis permitem o desenvolvimento de substratos que poderão apresentar diversas funcionalidades ao mesmo tempo, caracterizando-os assim como têxteis multifuncionais.

2.4. Funcionalização de substratos têxteis com nanomateriais: têxteis multifuncionais

A conjugação da nanotecnologia com os substratos têxteis, sintéticos ou naturais, têm sido um desafio para os cientistas, engenheiros e designers têxteis, na obtenção de substratos têxteis multifuncionais através da incorporação de nano materiais, nomeadamente NPs metálicas e de óxidos metálicos, bem como nanomateriais à base de carbono. Esta conjugação permite a obtenção de substratos têxteis com inúmeras propriedades, tais como, repelência à água e óleo, propriedades antimicrobianas e anti estáticas, como também proteção contra a radiação eletromagnética, (Hussain, 2020), proteção UV, sensorização, monitorização, melhoria das propriedades mecânicas (Yetisen, et al., 2016).

A atividade antimicrobiana e a atividade foto catalítica, são incorporadas nos substratos têxteis com o principal objetivo a degradação/eliminação de agentes patogénicos, nomeadamente fungos e bactérias (Feng, et al., 2016) (Syduzzaman, Hassan, Anik, Akter , & Islam, 2023) (Zhou, et al., 2023) (Zuo, et al., 2023). Geralmente para a incorporação destas propriedades nos substratos têxteis, são utilizadas as NPs Ag e TiO₂ devido às suas características inerentes, como por exemplo elevada área superficial que promove um maior contacto entre estes nanomateriais e os agentes patogénicos (Yetisen, et al., 2016).

A propriedade de repelência à água e ao óleo, é frequentemente promovida aos substratos têxteis pelo facto de conferir aos mesmos distintas propriedades, como por exemplo *anti-fouling* (Koulivand, Shahbazi, Vatanpour, & Rahmandoust, 2019), autolimpeza (Peng, Chen, Su, Yu, & Jiang, 2019), anti corrosão (Lai, et al., 2018). Para que tal seja possível geralmente são incorporados nanomateriais, como por exemplo dióxido de silício (SiO₂) (Boticas , et al., 2019), ou nanotubos de carbono (Liu, et al., 2006), de forma a mimetizar as folhas de lótus, cujo ângulo de contacto é superior a 150° adquirindo assim um comportamento super-hidrofóbico.

No caso das NPs metálicas e óxidos metálicos, estas são incorporadas nos substratos têxteis de forma a conferir proteção contra as ondas eletromagnéticas aos mesmos, por exemplo na área da saúde, quando o ser-humano está exposto a radiações do tipo raio x (Hussain, 2020). Contudo, outras radiações também podem ser nocivas para o ser-humano como por exemplo as radiações UV, dessa forma é necessário incorporar nanomateriais que promovam a proteção. Desse modo é comumente utilizado as NPs TiO₂ para esse efeito (Shah, Pirzada, Price, Shibiru, & Qurashi, 2022).

A funcionalização dos substratos têxteis com nanomateriais com condutividade elétrica permitiu a obtenção de sensores de deteção de agentes químicos e biológicos nomeadamente na indústria da defesa (Zheng, et al., 2010), assim como promovem a proteção contra as ondas eletromagnéticas, como também melhoram as propriedades mecânicas (Yetisen, et al., 2016). Deste modo os nanomateriais frequentemente utilizados para o aumento da condutividade elétrica são geralmente os nanomateriais à base de carbono (Hussain, 2020).

Tendo em conta que este trabalho foi elaborado em parceria com a empresa IDEPA, foi definido que as propriedades inculidas às fitas de 100 % PES , 100% PP 100% CO seriam as seguintes:

- ✓ Condutividade elétrica;
- ✓ Atividade antibacteriana.

A obtenção destas propriedades regeu-se pelo facto de a empresa pretender que, o substrato têxtil evidenciasse uma proteção mais ativa, não apenas com a capacidade de repelência, mas também possibilitando a adsorção de eventuais agentes nocivos e posterior degradação/eliminação. Por outro lado, pretenderam promover ao substrato têxtil condutividade elétrica, de forma a substituir a os componentes elétricos no mesmo.

Sendo assim, de seguida serão apresentados vários exemplos da literatura onde se obtiveram as propriedades multifuncionais desejadas, utilizando fibras sintéticas e naturais com as NPs selecionadas anteriormente.

(Araújo, Teixeira, Fanguero, & Ferreira, 2022) funcionalizaram tecidos de linho com NPs MgO e SiO₂. A utilização destas NPs justificou-se devido às propriedades que estas incutem aos materiais têxteis, como por exemplo atividade antibacteriana, adsorção e decomposição de agentes nocivos (Araújo J. C., Ferreira, Teixeira, & Fanguero, 2020).

Para a síntese destas NPs, dissolveram-se em 100 mL de água destilada nitrato de magnésio de numa concentração de 0,2M a uma temperatura ambiente e com auxílio de agitação mecânica. De seguida colocou-se na solução ácido cítrico (0,1M), seguido pela adição de amónia de forma a promover um aumento no pH da solução, até à formação dos precipitados. Assim após 1 hora, os precipitados foram submetidos ao processo de centrifugação, durante 15 minutos a 5000 rpm, sendo posteriormente lavados e secos, sendo que o processo de secagem teve uma duração de dois dias, visto que foram secas à temperatura ambiente obtendo assim as nanopartículas de óxido de magnésio. Após o processo de secagem efetuou-se a calcinação a 150°C durante 6 horas. Relativamente à adição das NPs SiO₂ à solução contendo as NPs MgO, a mesma foi efetuada nas mesmas condições que a situação anterior, ou seja, antes da centrifugação, foi adicionado 50 mL de etanol e 4 mL de amónia, sendo que posteriormente foi adicionado uma 5 mL solução etanólica. Após agitação mecânica durante 24 horas a uma

temperatura ambiente, foi efetuada a centrifugação nas mesmas condições que foram efetuadas nas NPs MgO, bem como no caso do processo de calcinação (Araújo, Teixeira, Fangueiro, & Ferreira, 2022).

Posto isto, concluíram que a metodologia adotada para a síntese das NPs em causa, foi simples e sustentável, visto que a temperatura de calcinação (150°C) foi diminuída significativamente (Araújo, Teixeira, Fangueiro, & Ferreira, 2022) quando comparada com outras sínteses (400-550°C) das mesmas nanopartículas (Fouda, Hassan, Saied, & Hamza, 2021) (Hiremath, Shavi, & Seo, 2017) (Das, et al., 2018) (Pugazhendi, Prabhu, Muruganatham, Shanmuganathan, & Natarajan, 2018).

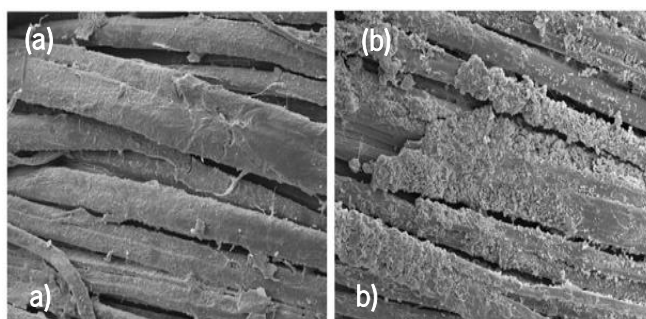


Figura 5. Imagens de FESEM da funcionalização de tecidos de linho com (a) nanopartículas MgO e (b) nanopartículas MgO-SiO₂ core-shell Retirado de "Multifunctional natural fibers: the potential of core shell MgO-SiO₂ nanoparticles" de J. C. Araújo, P. Teixeira, R. Fanguerio e D. P. Ferreira, 2022, *Cellulose*, 29, 5659-5676. Direito autoral 2022 por Springer Nature B.V.

Relativamente à funcionalização dos tecidos de linho com estes nanomateriais, verificou-se que a mesma foi efetuada com sucesso, visto que a deposição das NPs foi uniforme, sendo tal facto confirmado pelas imagens de FESEM ilustradas na figura 5. A eficácia da funcionalização, promoveu a multifuncionalidade dos tecidos conferindo-lhes algumas propriedades nomeadamente, a possibilidade de degradação de agentes químicos como o azul metileno, atividade bactericida contra a bactéria *S.aureus* e bacteriostática no caso da *E.coli*, proteção UV com um fator de proteção de 50+ .

Os mesmos investigadores (Araújo J. C., Ferreira, Teixeira, & Fangueiro, 2020) funcionalizaram tecidos de juta, com NPs CaO e SiO₂ de forma a inculirem aos materiais têxteis distintas propriedades tais como: atividade antibacteriana, degradação de agentes químicos, hidrofobicidade, proteção UV e forte adesão aos substratos têxteis.

A metodologia adotada no que concerne à síntese *in-situ* das NPs CaO, consistiu na produção de uma solução aquosa contendo 50 mL de nitrato de cálcio (0,2M), sendo

posteriormente adicionado o hidróxido de sódio (0,1M), com auxílio da agitação mecânica durante 1 hora a 50 °C. Posteriormente, as amostras retiradas da solução foram submetidas a um processo de secagem cujas condições foram 150 °C durante 6 horas. Relativamente à adição das NPs SiO₂, as mesmas foram adicionadas antes das amostras serem submetidas ao processo de secagem, sendo que foram colocados na solução aquosa 100 mL de etanol e 4 mL de amônia, sendo por fim adicionado 5 ml de solução etanólica com auxílio de agitação mecânica durante 24 horas à temperatura ambiente (Araújo J. C., Ferreira, Teixeira, & Fangueiro, 2020).

Posto isto, constatou-se que a metodologia da síntese *in-situ* destas NPs nos tecidos de juta, foi simples e amigável ao ambiente visto que as temperaturas utilizadas foram mais baixas (150°C) (Araújo J. C., Ferreira, Teixeira, & Fangueiro, 2020) quando comparadas com outros trabalhos efetuados na síntese destas NPs (500 - 700°C) (Alavi & Morsali, 2010) (Anantharaman, Ramalakshmi, & George, 2016) (Bharathiraja, et al., 2017).

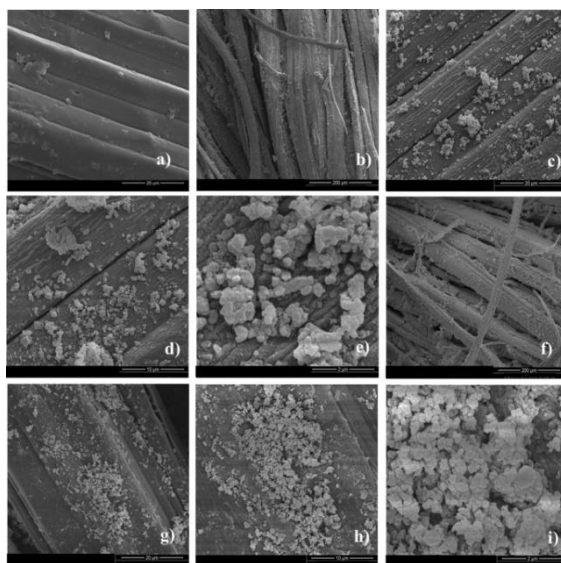


Figura 6. Imagens obtidas por FESEM: a) Superfície de tecido de juta; b - e) Superfície de tecido de juta funcionalizado com Nanopartículas de óxido de cálcio; f - i) Superfície de tecido de juta funcionalizado com nanopartículas de óxido de cálcio e dióxido de silício. Retirado de "In-situ synthesis of CaO and SiO₂ nanoparticles onto jute fabrics: exploring the multifunctionality" de J. C. Araújo, P. Teixeira, R. Fangueiro e D. P. Ferreira, 2021, *Cellulose*, 28, 1123-1138. Direito autoral 2020 por Springer Nature B.V.

Relativamente à funcionalização dos tecidos de linho com as NPs referidas anteriormente, verificou-se pela análise das imagens obtidas pelo FESEM, que as NPs evidenciaram uma estrutura esférica, bem como uma distribuição uniforme como ilustrado na figura 6. A eficaz deposição das NPs nos tecidos, conferiu aos mesmos as seguintes propriedades nomeadamente, capacidade de degradação do azul metileno; atividade antibacteriana de 99,8 % contra a bactéria *E.coli* e *S.aureus*; fator de proteção contra as radiações UV 50+; durabilidade das nanopartículas no

material mesmo após as lavagens efetuadas o que indica a eficaz adesão das mesmas aos substratos têxteis (Araújo J. C., Ferreira, Teixeira, & Fangueiro, 2020).

(Costa, Ferreira, Ferreira, Vaz, & Fangueiro, 2018), desenvolveram estruturas hierárquicas de NPs Ag e ZnO, para funcionalizar materiais têxteis de linho. Utilizaram estas NPs pelo facto de que promoverem propriedades distintas, nomeadamente: atividade foto catalítica, atividade antibacteriana, condutividade elétrica, proteção UV e propriedades piezoresistivas (Pandimurugan & Thambidurai, 2017) (Seki, 2017) (Rehan, et al., 2017) (Mahmud, Zakia Sultana, Nahid Pervez, Ahsan Habib, & Liu, 2017) (Shaban, Mohamed, & Abdallah, 2018).

No que concerne à síntese das NPs Ag, utilizou-se nitrato de prata 0,1M (agente precursor) e polietileno glicol 200 (PEG 200) (agente redutor), sendo que após a mistura dos dois agentes a solução foi submetida a agitação mecânica durante 1 hora a 25°C (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018). A mudança de cor da solução indica a formação das NPs, visto que ocorre a redução dos iões prata para a obtenção da prata em metal. Posteriormente foram colocadas as amostras de linho na solução e foram mantidas durante uma noite em solução, sendo posteriormente submetidos ao processo *dip-pad-dry*, de forma a melhorar a incorporação das NPs no material. Por fim, as amostras foram secas a 100°C durante 20 minutos, seguidas de lavagens com água, finalizando com uma nova secagem a 100°C durante 6 minutos. A incorporação da NPs ZnO foi efetuada *in-situ*, após a impregnação das NPs Ag, sendo que as amostras foram imersas numa solução aquosa contendo $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, em diferentes concentrações. Posteriormente à solução aquosa foi adicionado 10 mL de hidróxido de sódio durante 1 hora a 50°C, sendo que após isto as amostras foram retiradas da solução onde foram sujeitas a um processo de secagem de 100°C durante 6 horas (Costa, Ferreira, Ferreira, Vaz, & Fangueiro, 2018).

Relativamente à síntese das NPs e posterior funcionalização dos substratos têxteis de linho, constatou-se que a síntese ocorreu eficazmente como comprovado pelo espectrofotómetro de esfera integradora. Já a deposição das estruturas hierárquicas efetuou-se com sucesso, visto que se constatou uma deposição densa e uniforme sendo que, foi possível observar duas morfologias nomeadamente esféricas ZnO e *platelets* Ag. No que diz respeito à multifuncionalidade, verificou-se que as amostras funcionalizadas com NPs Ag, denotaram uma diminuição da resistividade elétrica de $1,5 \times 10^7$ para $3,3 \times 10^3 \Omega/m^{-1}$, sendo que a incorporação

das NPs ZnO nas amostras promoveu um aumento no *Gauge factor*, o que consequentemente aumentou a sensibilidade dos sensores piezoresistivos (Costa, Ferreira, Ferreira, Vaz, & Fangueiro, 2018). Também as amostras funcionalizadas com as duas NPs, evidenciaram um aumento na atividade antibacteriana contra as bactérias *S.aureus* e *E.coli*.

(Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, & Fangueiro, 2020) desenvolveram tecidos de linho multifuncionais, que foram revestidos por uma formulação polimérica composta por GNPs tendo como agentes dispersantes e ligantes, o quistosano (CS) e o PEG. Para a obtenção da formulação polimérica, colocou-se num gobelé com água destilada, quistosano 2% (m/V), onde a solução foi agitada mecanicamente durante 30 minutos a 350 rpm. Posteriormente adicionou-se lentamente 1% (m/V) de ácido acético, com agitação mecânica durante 30 minutos, seguida da adição de PEG 2% (m/V) e glicerol 3% (m/V), onde posteriormente efetuou-se um banho de ultrassom durante 30 minutos. Por fim adicionou-se diferentes quantidades de GNPs, onde posteriormente foram submetidas a um banho de ultrassom durante 30 minutos e agitação mecânica durante 60 minutos.

Após a impregnação desta formulação polimérica nos tecidos, verificou-se pelas imagens de FESEM uma uniforme deposição das GNPs sobre os tecidos. Por fim, os autores avaliaram as seguintes propriedades: proteção UV, repelência à água e condutividade elétrica. No que diz respeito às propriedades obtidas os resultados encontram-se evidenciados na tabela 5.

Tabela 5. Resultados obtidos da avaliação das propriedades dos tecidos de linho funcionalizados com GNPs
Adaptado de “The potential of graphene nanoplatelets in the development of smart and multifunctional ecocomposites” de P. Pereira, D. P. Ferreira, J. C. Araújo, A. Ferreira e R. Fangueiro, 2020, *Polymers*, 12(10). Direito autoral 2020 por Autores.

Propriedades	Valores obtidos
Proteção UVA (1% GNPs)	99,48%
Proteção UVB (1%GNPs)	99,52%
Repelência à água (2% GNPs)	115°C ± 2,37°C
Condutividade elétrica (2% GNPs)	4,00 x 10 ⁻² ± 2,00 x 10 ⁻³

(Ferreira, Costa, Felgueiras, & Fangueiro, 2019), estudaram o efeito da impregnação de NPs Ag em fibras naturais, como também o desenvolvimento de compósitos poliméricos baseados

nas fibras impregnadas com NPs Ag e filmes de ácido poliláctico. Foram avaliadas as propriedades de condutividade elétrica do material, como também a atividade antibacteriana.

No que diz respeito à síntese das NPs Ag, utilizou-se como agente precursor o nitrato de prata (AgNO_3) e como agente redutor o PEG 200 nas condições definidas na literatura (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018). A adição do filme poliláctico efetuou-se pelo processo de moldagem por compressão a uma temperatura de 180°C com uma pressão de 10 toneladas (Ferreira, Costa, Felgueiras, & Fangueiro, 2019).

Após a funcionalização dos diferentes substratos têxteis, confirmou-se assim que a condutividade elétrica do material aumentou significativamente, bem como a atividade antibacteriana contra as bactérias *E.coli* e *S.aureus*. com a incorporação das NPs Ag.

A funcionalização de substratos têxteis de PES e CO com os diferentes tipos de NPs e materiais à base de carbono nomeadamente: Ag, TiO_2 e GNPs que irão ser utilizadas para o desenvolvimento deste trabalho, encontram-se descritos na seguinte tabela 6.

Tabela 6. Tabela resumo da funcionalização dos materiais têxteis

Substrato têxtil	Nanomaterial	Aplicações/Funcionalidades	Referências
CO	NPs Ag, depositadas <i>in-situ</i> .	Antimicrobianas	(Patil, Jadhav, More, Sonawane, & Patil, 2020)
CO	NPs TiO_2 , depositadas pelo método de impregnação.	Antibacteriana/degradação de agentes químicos	(Zhang, et al., 2019)
CO	Incorporação de NPs Ag e TiO_2 pelo método <i>solid-state</i> e <i>sol-gel</i>	Proteção UV/Atividade antibacteriana	(El-Naggar, Shaarawy, Abdel-Aziz, El Moneim Katry, & Youssef, 2022)
CO	GNPs, depositadas pela técnica <i>screen-printing</i> .	Condutividade elétrica/criação de sensores piezoresistivos	(Arruda, Moreira, Sanivada, Carvalho, & Fangueiro, 2022)
PES	NPs Ag, deposição efetuada pelo método de esgotamento.	Antibacteriana	(Hassan, et al., 2019)
PES	NPs Ag, deposição efetuada pela impregnação da	Antioxidante/antibacteriana	(Allehyani, Almulaiky, Al-Harbi,

	amostra durante uma noite em AgNO ₃		& El-Shishtawy, 2022)
PES	NPs TiO ₂ e ZnO, deposição efetuada por esgotamento	Atividade antibacteriana/Degradação azul metileno/ Proteção UV	(Abdelghaffar, Hamoda, & Elgohary, 2021)
PES	Deposição de NPs TiO ₂ , por <i>sputtering</i> e <i>sol-gel</i> .	Atividade fotocatalítica	(Zgura, et al., 2015)
PES	Deposição de GNPs por várias técnicas.	Condutividade elétrica	(Sadanandan, et al., 2020)
PP	Deposição de um nanocompósito de grafeno	Estudo da morfologia, cristalinidade da fibra de PP	(Bafana, et al., 2017)

Após a análise do estado de arte, as NPs Ag, TiO₂ e as GNPs são frequentemente utilizadas para a incorporação de distintas propriedades nomeadamente, atividade antibacteriana, atividade foto catalítica e condutividade elétrica. Desse modo, neste trabalho irão ser utilizados estes nanomateriais, tendo em conta as sínteses referidas anteriormente, ou seja, processos verdes e escaláveis para a indústria têxtil.

3. Materiais e métodos

O objetivo geral deste trabalho foi a impregnação três tipos diferentes de NPs pelo método de foulardagem das fitas 100% PES 100% CO e 100% PP para a obtenção de fita multifuncionais. Para tal, diferentes formulações de impregnação foram desenvolvidas e otimizadas, com o objetivo de inculir multifuncionalidade aos materiais têxteis, tendo sempre em conta que as mesmas devem ser aplicáveis em contexto industrial. Assim sendo, a impregnação das fitas foi efetuada num *foulard*, sendo posteriormente secas na râmola alterando os parâmetros de funcionamento dos equipamentos nomeadamente: tempo de secagem, temperatura, quantidade de impregnações quantidades de passagens pelo *foulard* e pela râmola. Após a impregnação e secagem dos materiais, todas as amostras foram submetidas aos ensaios de caracterização, bem como de avaliação das propriedades conferidas às fitas têxteis.

3.1. Materiais fornecidos pela empresa

3.1.1. Estruturas fibrosas

Foram fornecidas pela empresa 4 fitas têxteis de diferentes constituições nomeadamente:

- ✓ B4092A – CO;
- ✓ B4855A – PES;
- ✓ B4099B – PP;
- ✓ B3131H – PES;

3.1.2. Formulações da empresa

Um dos principais objetivos da presente dissertação foi tornar o processo exequível em termos industriais, sendo essencial a utilização dos produtos que são já utilizados na empresa. Posto isto, foram fornecidas duas formulações o Pernamul 806 e o Tecnil 50 NP e respetivas fichas técnicas com propriedades e métodos de aplicação distintos como demonstrado na figura 7 e na tabela 7.



Figura 7. Formulações fornecidas pela empresa
Acervo próprio

Tabela 7. Fichas técnicas dos produtos fornecidos pela empresa
Acervo próprio

	Tecnivil 50 NP	Pernamul 806
Características	Dispersão vinílica	Resina
Carga iônica	Não-iônico	Aniônico
Resistência à lavagem	Boa	Boa
Solubilidade	Dilui-se em água quente ou fria	Dilui-se em água à temperatura ambiente
Preparação das soluções	Utilizar entre 30 a 50 g/L, secagem do material deverá ser efetuada a uma temperatura superior a 70°C	Utilizado normalmente no <i>foulard</i> , sendo necessário submeter os materiais a uma temperatura de 100°C

Para a impregnação dos substratos têxteis com as formulações da empresa, utilizaram-se 0,5 g/L de concentração de cada um dos produtos. O processo utilizado foi o *dip-pad-dry*, cuja metodologia consistiu primeiramente na imersão das fitas têxteis nas soluções contendo, (água + Pernamul 806) e (água + Tecnivil 50 NP), posterior passagem nos rolos espremedores e finalizando com a secagem na râmola. Este processo foi repetido cinco vezes, de forma a garantir uma maior homogeneidade na distribuição destes produtos sobre as fitas têxteis.

3.2. Síntese das NPs Ag

Para sintetizar as NPs Ag utilizaram-se como agente redutor o PEG 200 e como agente precursor o AgNO₃ (0,1M) da *Sigma-Adlrich*, sendo que a solução foi submetida à agitação mecânica e à temperatura ambiente. (Ferreira, Fanguero , & Armando, 2018). A síntese destas NPs está representada na seguinte figura 8.

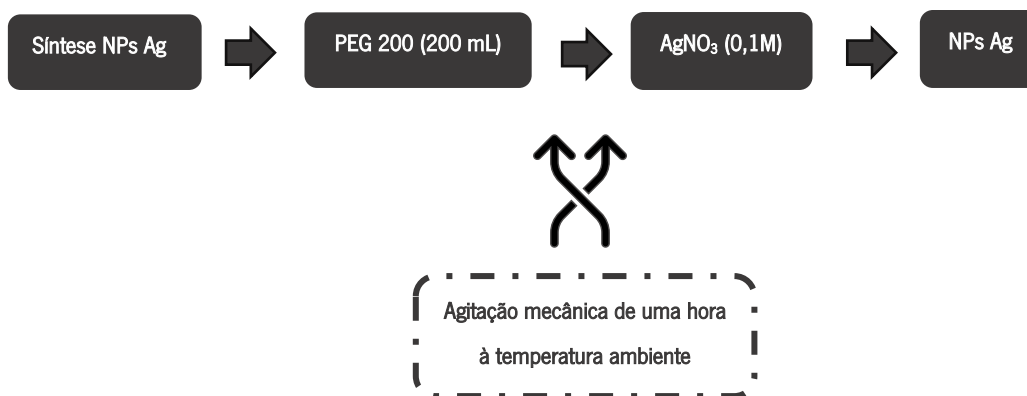
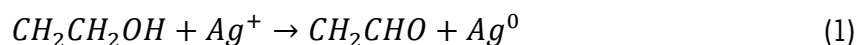


Figura 8. Procedimento da síntese de nanopartículas de prata
Acervo próprio

Posto isto, verificou-se que ao longo do tempo a solução com os dois agentes foi alterando de cor, devido à redução dos íons Ag^{2+} para prata metálica Ag^0 , provocada pelos grupos hidroxilo do PEG 200 como ilustrado na equação 1. Esta redução dos íons prata promove o aparecimento da cor mais acastanhada da solução (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018).



Pela análise da figura 9, observou-se que a solução alterou de cor ao longo do tempo, que indica que íons de Ag foram reduzidos formando assim as NPs Ag. Após a síntese das NPs Ag efetuou-se a impregnação nas fitas têxteis B4855A e B4092A.



Figura 9. Processo de síntese das nanopartículas de prata
Acervo próprio

3.3. Dispersão das NPs TiO_2

As NPs de TiO_2 foram adquiridas à empresa *Sigma-Aldrich*, cujo tamanho é de 21 nm. Para o processo de impregnação, as NPs foram dispersas em etanol 99% com uma concentração

de 1% (m/V) como se verifica na figura 10. Após uma hora, obteve-se uma solução opaca evidenciado na figura 11.

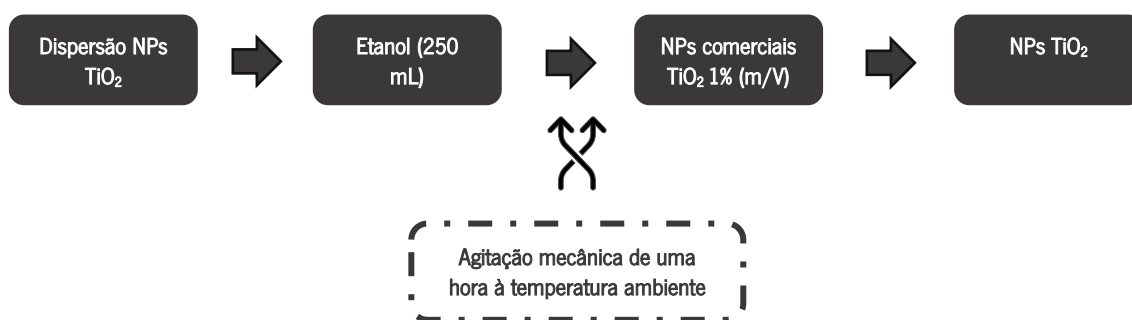


Figura 10. Procedimento da síntese de nanopartículas de dióxido de titânio
Acervo próprio



Figura 11. Solução opaca de NPs TiO₂
Acervo próprio

3.4. Formulação das GNPs

No caso da preparação das formulações de GNPs utilizou-se como referência o método descrito por (Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, & Fangueiro, 2020). Posto isto, adicionou-se CS 2% (m/V) em água destilada, seguido pela adição de ácido acético 1% (m/V) e posterior agitação mecânica durante 30 minutos, de forma dissolver o CS. Em paralelo a este último passo, ocorreu a adição do PEG 2% (m/V) em água destilada e agitação mecânica durante 15 minutos, sendo posteriormente adicionadas as GNPs à solução onde estas também foram novamente agitadas mecanicamente durante 60 minutos, obtendo assim uma solução dissolvida. De seguida foi adicionado à solução dissolvida contendo o CS, o PEG e as GNPs, onde a solução final foi submetida à agitação mecânica durante 60 minutos. Por fim adicionou-se o glicerol 3% (m/V), e posterior tratamento em banho de ultrassons durante 30 minutos.

Para o desenvolvimento da formulação das GNPs, utilizou-se os seguintes materiais: o CS foi fornecido pela *Acros Organics* com um peso molecular entre os 100000 – 300000 g/mol; PEG

com um peso molecular de 35000g/mol da *Sigma Aldrich*; o glicerol 99% da *Scharlab*; e as GNPS fornecidas pela *Graphenest*. Relativamente às propriedades das GNPs fornecidas pela *Graphenest*, constatou-se que o número de camadas varia entre 8-30, com umas dimensões laterais compreendidas entre 0,5 - 2,0 µm e uma espessura variável entre 3 – 10 nm, e uma área superficial de 150 m²/g.

Após a obtenção da formulação otimizada, constatou-se que ocorreu uma mudança de cor na solução final como demonstrado na figura 12, consequência da colocação das GNPs na solução.

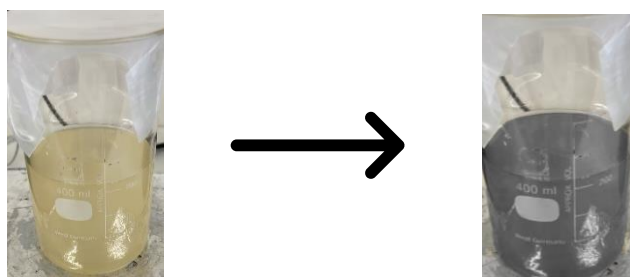


Figura 12. Processo da obtenção da formulação otimizada de GNPs
Acervo próprio

3.5. Impregnação das fitas com as formulações desenvolvidas

Após a efetuadas as sínteses e dispersão das NPs, bem como dos materiais à base de carbono, efetuou-se a impregnação das estruturas fibrosas com as formulações otimizadas. Com o objetivo de mimetizar o processo de impregnação têxtil utilizado na empresa, recorreu-se assim ao uso de um *foulard*, cujos objetivos são remover o excesso de solução das amostras, como também promover a impregnação das formulações nos substratos têxteis. Por fim as amostras impregnadas foram submetidas à râmola cujo objetivo foi a secagem e ligação das formulações nas fitas têxteis. No entanto, previamente ao uso do *foulard* foi necessário calcular a taxa de expressão (TE%), cujo valor foi calculado segundo a equação 2.

$$TE(\%) = \frac{\text{peso amostra húmida} - \text{peso amostra seca}}{\text{peso amostra seca}} \times 100 \quad (2)$$

Relativamente aos parâmetros da râmola, foram utilizados os seguintes para cada formulação dos nanomateriais:

- ✓ **Formulação com NPs Ag:**
 - **Tempo:** 6 minutos;
 - **Temperatura:** 100 °C.
- ✓ **Formulação com NPs TiO₂:**
 - **Tempo:** 6 minutos;
 - **Temperatura:** 100 °C.
- ✓ **Formulação com GNPs:**
 - **Tempo:** 5 minutos;
 - **Temperatura:** 80 °C.

O processo *dip-pad-dry*, como ilustrado na figura 13, foi efetuado cinco vezes de forma a promover uma maior distribuição na uniformidade dos nanomateriais, e uma maior eficácia, no que diz respeito à adesão dos mesmos às estruturas fibrosas.

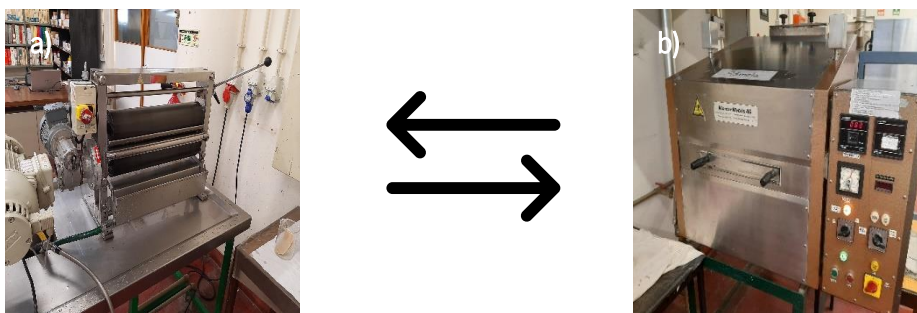


Figura 13. Processo de impregnação dos substratos fibrosos: a) *Foulard*; b) *Râmola*
Acervo próprio

3.6. Caracterização dos materiais fibrosos

3.6.1. Espectroscopia de infravermelho com transformada de *Fourier* com reflexão atenuação total (ATR-FTIR)

Para tal recorreu-se à técnica de ATR-FTIR que é frequentemente utilizada para caracterizar os materiais têxteis, visto que analisa a superfície dos mesmos indicando quais os grupos funcionais que os constituem.

Para a análise das fitas, utilizou-se o equipamento IRAffinity-1S SHIMADZU como demonstrado na figura 14, tendo como parâmetros de leitura, um intervalo de número de onda compreendido entre 4000-400 cm^{-1} , um varrimento de 45 leituras por minuto e com uma resolução de 8 cm^{-1} , sendo efetuados 3 ensaios em cada amostra.

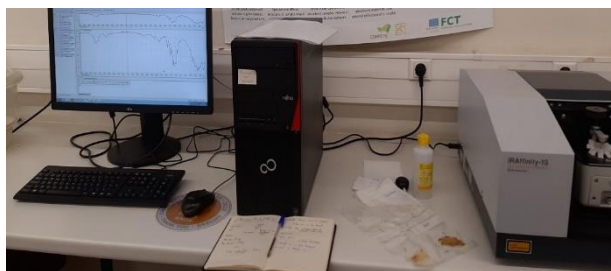


Figura 14. Equipamento ATR-FTIR
Acervo próprio

3.6.2. Espectrofotômetro UV com esfera integradora

Após serem funcionalizadas com os nanomateriais, as fitas têxteis foram analisadas utilizando um espectrofotômetro de UV com esfera integradora acoplada como evidenciado na figura 15. Para tal, efetuou-se 3 ensaios nas amostras e definiu-se como intervalo de comprimento de onda a analisar entre 200-800 nm com uma frequência de leitura de 2 nm. Após a obtenção dos valores da reflectância dos respectivos comprimentos de onda, efetuou-se o cálculo para a obtenção da função de remissão, recorrendo ao uso da equação 3 (Ferreira, Fanguero , & Armando, 2018).

$$F(R) = \frac{(1 - R)^2}{2R} = K/S \quad (3)$$

Onde:

- ✓ **K**: equivale ao coeficiente de absorção;
- ✓ **S**: corresponde ao coeficiente de dispersão.

Este equipamento permitiu também determinar a alteração de cor, indicando as coordenadas de cor CIELAB (L^* , a^* , b^*) dos materiais analisados, sendo a luminância utilizada a D65 num ângulo de observação de 10° . A coordenada L^* , refere-se à luminosidade do material que corresponde à escala de cinzentos, sendo que o valor está compreendido entre 0 (preto) e 100 (branco), quanto mais próximo de 100 for o valor de L^* , mais branca será a amostra. No que diz respeito à coordenada de cor a^* , constatou-se que as cores que lhe correspondem são o verde e o vermelho, correspondendo estas cores a valores negativos e positivos de a^* respetivamente. Por fim, a coordenada de cor b^* refere-se à relação entre o amarelo e o azul, que corresponde a valores negativos e positivos de b^* respetivamente (Ly, Dyer, Feig, Chien, & Bino, 2020). Para o cálculo do valor de diferença de cor ΔE , recorreu-se ao uso da equação 4 (Montazer, Alimohammadi, Shamei, & Rahimi, 2012). A empresa Idepa, definiu como valor máximo para a

diferença de cor $\Delta E=5$, sendo que com as funcionalizações das amostras este valor vai ser ultrapassado o que é expectável.

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2} \quad (4)$$



Figura 15. Espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada
Acervo próprio

3.6.3. Análise termo-gravimétrica

O equipamento *STA 700 SCANSC* foi utilizado com o objetivo de determinar a eficácia da funcionalização nas estruturas fibrosas, determinando a quantidade de NPs nos substratos fibrosos, através da perda de massa das mesmas. Após a elaboração do ensaio, são apresentadas duas curvas nomeadamente, a curva termo-gravimétrica e a derivada da primeira curva. Este ensaio foi realizado num intervalo entre 25-700°, com um aumento constante da temperatura de 10°C/min, no caso das fitas B4855A e B4092A. Já nas fitas B3131H e B4099B o ensaio foi realizado no intervalo entre 25-600°C, com um aumento constante de temperatura de 10°C/min.



Figura 16. Equipamento utilizado para medição de degradação térmica
Acervo próprio

3.6.4. Microscopia eletrónica de varrimento (FESEM)

Para confirmação da deposição dos nanomateriais nos substratos fibrosos, as amostras foram analisadas por microscópio eletrónico de varrimento (*Nova NanoSEM 200*). As amostras foram cortadas numa dimensão de 1X1 cm, e foram colocadas numa fita de carbono e cobertas com ouro (Au) e paládio (Pd). Por fim, as imagens foram obtidas pelo método topográfico numa voltagem de 10 kV.

3.6.5. Resistência à lavagem

Posteriormente à impregnação das formulações com GNPs e os produtos da empresa (Pernamul e Tecnivil) nas fitas têxteis B3131H e B4099B, efetuou-se o ensaio da resistência à lavagem com o objetivo de compreender a resistência dos nanomateriais às fitas têxteis bem como, a durabilidade das propriedades pretendidas.

Deste modo, recorreu-se à norma “ISO 6330- *Textiles, Domestic, Washing and drying, procedure for textile testing*”, que apresenta os seguintes parâmetros de lavagem, cujo método encontra-se descrito (Araújo, Teixeira, Fangueiro, & Ferreira, 2022).

- ✓ **Tempo de lavagem:** 6 h;
- ✓ **Rotações por minuto:** 200 rpm;
- ✓ **Detergente:** detergente de fosfato ECE-B 4% (m/v).

No entanto, devido às dimensões das amostras e às condições do equipamento a lavagem foi efetuada numa centrífuga, onde os parâmetros indicados anteriormente foram respeitados.

Contudo, a centrífuga apresentou com limite mínimo de 500 rpm, sendo desse modo necessário diminuir os rpm. Desse modo, foi necessário calcular a força g que correspondia a 200 rpm, tendo sido utilizada para esse cálculo utilizou-se a equação 5.

$$g = rpm^2 \times r \times 1,118 \times 10^{-5} \quad (5)$$

Onde:

- ✓ **RPM pretendidos:** 200 RPM;
- ✓ **Raio da centrífuga:** 0,23 m;
- ✓ **g:** 75,67

3.7. Avaliação das propriedades

3.7.1. Condutividade elétrica

De forma a avaliar a condutividade elétrica do material, utilizou-se como equipamento um multímetro digital, Keitley 487 *Picoammeter/Voltage Source* (figura17), que permitiu calcular as resistências elétricas das estruturas fibrosas. Para tal, mediu-se a corrente que os materiais apresentaram quando sujeitos a uma diferença de potencial, num intervalo de (-0,8 - 0,8) V. Após a realização de cada ensaio, foram obtidos os valores de corrente correspondentes ao valor da diferença de potencial, gerando assim um gráfico que relaciona a corrente com a diferença de potencial, sendo o declive da reta o valor da resistência elétrica do material.

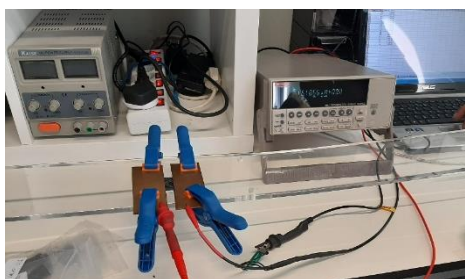


Figura 17. Montagem do circuito para a medição da condutividade elétrica
Acervo próprio

Depois de obtido o valor da resistência elétrica, foi necessário calcular a resistividade elétrica da estrutura fibrosa, recorrendo-se para tal à equação 6:

$$\rho = R \times \frac{A}{L} \quad (6)$$

Na qual:

- ✓ R: corresponde à resistência elétrica (Ohm);
- ✓ A: diz respeito à área da secção a analisar (mm);
- ✓ L: é a distância entre os elétrodos (mm).

Posteriormente calculou-se o valor da condutividade elétrica do material, recorrendo à equação 7.

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (7)$$

3.7.2. Atividade antibacteriana

O ensaio da atividade antibacteriana (Padrão, et al., 2022) foi realizado através da adaptação entre as normas *American Type Culture Collection* (ATCC) 100-TM 100, e a ISO 18184, que consiste em colocar em contacto direto as amostras funcionalizadas com uma concentração definida de bactérias e posteriormente verificar se existem colónias viáveis. Para tal, as amostras foram testadas utilizando duas bactérias, uma Gram-positiva *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) e uma Gram-negativa *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853). A bactéria *Staphylococcus aureus* provoca infeções geralmente na pele do ser humano (Otto, 2014), e a *Pseudomonas aeruginosa* doenças pulmonares, queimaduras, cancro e infeções graves que podem requerer ventilação (Qin, et al., 2022). Posto isto, estas bactérias geralmente encontram-se disponíveis no ar e podem infectar o ser-humano sendo imprescindível a remoção das mesmas dos materiais têxteis.

Assim o ensaio realizado, consistiu no contacto com os inóculos bacterianos com a concentração aproximada de 1×10^7 Unidades Formadoras de Colónias (CFU)/mL, sendo que as amostras são imersas na solução *phosphate buffer saline* (PBS) e vortexadas vigorosamente durante pelo menos um minuto, sendo posteriormente efetuadas diluições. Seguidamente, as diluições seriadas foram colocadas sobre placas de Petri com meio de cultura *tryptic soy agar* (TSA), que foram deixadas durante a noite numa estufa a uma temperatura de 37 °C, de forma a promover o crescimento das bactérias. No dia seguinte removeu-se da estufa e contou-se CFU e determinou-se a concentração de bactérias viáveis (CFU/mL).

Após a determinação da concentração de bactérias viáveis, recorreu-se ao cálculo da redução logarítmica (Red.Log), utilizando a equação 8.

$$\begin{aligned} \text{Red. Log} = & \log_{10}[\text{Amostra controlo}(\text{CFU/mL})] \\ & - \log_{10}[\text{Amostra funcionalizada}(\text{CFU/mL})] \end{aligned} \quad (8)$$

Para a classificação do comportamento dos substratos fibrosos funcionalizados com os nanomateriais à base de carbono e com as NPs metálicas e óxido metálicas, recorreu-se à tabela 8:

Tabela 8. Classificação da atividade antibacteriana

Retirado de "A comprehensive analysis of the uvc leds' applications and decontamination capability" de T. Nicolau, N. G. Filho, J. Padrão e A. Zille, 2022, *Materials*, 15(8). Direito autoral 2022 por autores.

Redução logarítmica	Redução (R) %	Classificação
$\log_{10} < 1$	$R < 90$	Não tem atividade antibacteriana
$1 \leq \log_{10} < 2$	$90 \leq R < 99$	Descontaminante fraco
$2 \leq \log_{10} < 3$	$99 \leq R < 99,9$	Descontaminante forte
$3 \leq \log_{10} < 4$	$99,9 \leq R < 99,99$	Desinfetante fraco
$4 \leq \log_{10} < 5$	$99,99 \leq R < 99,999$	Desinfetante moderado
$5 \leq \log_{10} < 6$	$99,999 \leq R < 99,9999$	Desinfetante forte
$\log_{10} \leq 6$	$99,9999 \leq R$	Esterilizador

4. Resultados e discussão

Tal como referido anteriormente, este trabalho foi feito em colaboração com a empresa Idepa, tendo sido desenvolvido em duas etapas. A primeira consistiu no desenvolvimento de formulações de diferentes nanomateriais (Ag, TiO₂ e GNPs) para impregnação de fitas de CO B4092A e PES B4855A fornecidas pela empresa e avaliação de algumas propriedades. Numa segunda etapa, após várias reuniões de trabalho, decidiu-se focar o desenvolvimento do trabalho experimental apenas nas GNPs dispersas em formulações comerciais fornecidas pela empresa (Tecnil e Pernamul), e posterior impregnação nas fitas têxteis de PES (B3131H) e PP (B4990B). Deste modo considerou-se como propriedades finais pretendidas pela empresa, a condutividade elétrica e a atividade antibacteriana.

4.1. Funcionalização das fitas de algodão B4092A com os diferentes nanomateriais

4.1.1. Funcionalização com NPs Ag, respetiva caracterização e análise de propriedades

As fitas de algodão fornecidas foram sujeitas a um pré-tratamento, cuja metodologia consistiu na colocação das fitas B4092A num gobelé contendo *Kieralon OLB NEW* numa concentração de 5 g/L, a 100°C durante 15 min.

Após o pré-tratamento, as NPs Ag devidamente sintetizadas pelo processo descrito (Ferreira, Figueiro, & Armando, 2018) e impregnadas pelo processo de *dip-pad-dry*, nas fitas de B4092A, sendo necessário calcular o valor da taxa de expressão utilizado. Para tal recorreu-se à equação 2, obtendo os seguintes valores:

- ✓ **Peso da amostra seca:** 3,85 g;
- ✓ **Peso da amostra húmida:** 6,99g

A figura 18 exhibe a imagem da fita B4092A antes e após impregnação com as NPs Ag, sendo que se constatou que a mesma foi realizada com sucesso uma vez que, a amostra de CO adquiriu cor acastanhada devido à presença das NPs Ag.

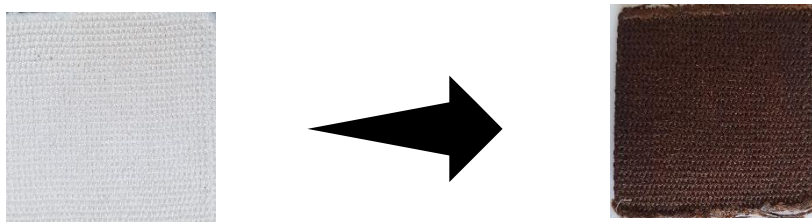


Figura 18. Resultado obtido após a funcionalização da amostra B4092A com NPs Ag
Acervo próprio

Relativamente às leituras do espectrofotômetro da fita B4092A funcionalizadas com as NPs Ag, primeiramente calculou-se a função de remissão e de seguida a alteração de cor. De realçar que todos os resultados da leitura do espectrofotômetro foram comparados com as estruturas sem qualquer funcionalização. Deste modo os resultados obtidos foram os seguintes como ilustrado na figura 19.

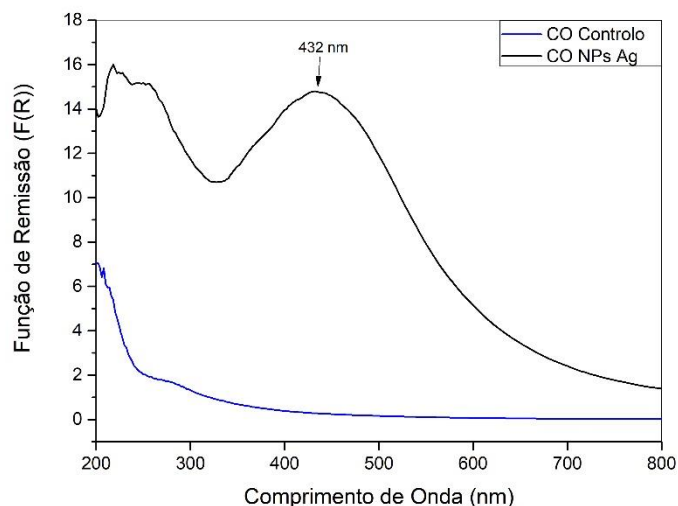


Figura 19. Espectro GSDR da amostra B4092A, funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Pela análise do espectro das fitas B4092A funcionalizada com as NPs Ag e o PEG 200, verificou-se a formação de uma banda de plasmão, que ocorreu por volta dos 432 nm o que confirma a presença das NPs Ag nas fitas B4092A (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018). O valor máximo da absorbância destas NPs poderá indicar a existência de partículas com tamanhos que podem variar entre os 70 – 100 nm (Agnihotri, Mukherji, & Mukherji, 2014).

No que concerne à alteração de cor obteve-se os seguintes resultados como evidenciado na tabela 9:

Tabela 9. Resultados obtidos no data *color* da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag, Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
CO controlo	83,5	-54	2,50	7,21	12,1	2,0
CO Ag	29,5		9,71		14,1	
ΔE CO controlo CO Ag	54,6					

Pela análise da tabela 9, tornou-se evidente que a deposição das NPs Ag na fita têxtil B4092A, promoveu uma diferença de cor significativa comparativamente à mesma sem funcionalização, visto que se obteve um valor ΔE elevado. Assim, a amostra ficou com uma tonalidade mais escura, mais avermelhada e mais azul como se verificou pela análise dos valores de Δa^* , Δb^* e ΔL^* .

A análise por ATR-FTIR foi realizada e a figura 20 exhibe os espectros relativos à amostra B4092A funcionalizada com as NPs Ag.

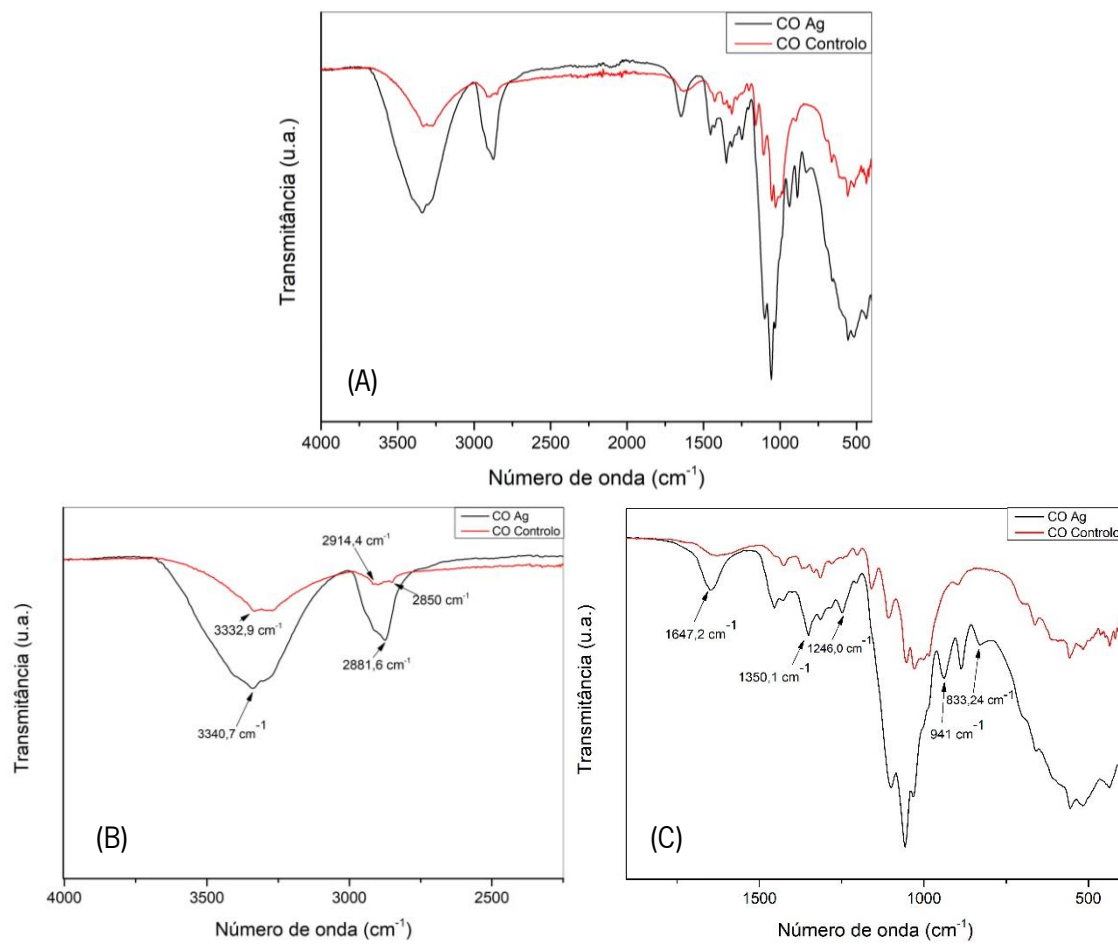


Figura 20. Espectro ATR-FTIR da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag: (A) - Espectro total; (B) – Espectro ampliado dos 4000 aos 2000 cm^{-1} ; (C) - Espectro ampliado dos 2000 aos 400 cm^{-1}
Acervo próprio

Pela observação da figura 20, evidenciou-se a presença de celulose, hemicelulose e lignina confirmando que possivelmente a composição da fita B4092A é algodão. Esta confirmação deve-se ao pico por volta dos $3332,9 \text{ cm}^{-1}$, cuja atribuição vibracional corresponde estiramento dos grupos O-H da celulose. Por volta dos $2914,4 \text{ cm}^{-1}$ corresponde à vibração assimétrica de estiramento dos grupos C-H da hemicelulose e celulose (Rout, Tripathy, Padhi, Kar, & Mishra, 2017) (Cao, Ding, Yu, & Al-Deyab, 2012) (Kafi, Magniez, & Fox, 2011).

Relativamente ao espectro de ATR-FTIR da fita B4092A funcionalizada com as NPs Ag verificou-se a presença do PEG 200 por volta dos $833, 941, 1246 \text{ cm}^{-1}$, como também por volta dos $1350 \text{ e } 2881,6 \text{ cm}^{-1}$, devido à vibração estiramento e alongamento dos grupos C-N (Ferreira, et al., 2016). Por fim, verificou-se um aumento na intensidade do pico por volta $1647,2 \text{ cm}^{-1}$, comparativamente à fita B4092A sem funcionalização, possivelmente devido à formação dos grupos carbonilo do PEG 200 (Fahmy, et al., 2016), que poderá ser devido à oxidação dos grupos

hidroxilo pelos iões de Ag^+ resultantes da redução dos mesmos para Ag^0 (Ferreira, Fanguero, & Armando, 2018).

A análise termogravimétrica ilustrada na figura 21 (A), evidenciou-se inicialmente uma perda de massa de 4,16% por volta dos 100°C, atribuído à vaporização de componentes associados às fibras e água. Entre os 100°C e os 341°C ocorreu uma perda de massa significativa com um valor de 75,53%, que se deve à degradação da celulose presente na fita B4092A (Portella, Romanzini, Angrizani, Amico, & Zattera, 2016). Relativamente à curva (B) a fita b4092A funcionalizada com as NPs Ag, evidenciou também uma perda inicial de 4,02 % tal como na amostra de controlo, no entanto por volta dos 231°C verificou-se uma perda de massa (41,46%) considerável que poderá dever-se à degradação da hemicelulose 220 - 310°C e da lignina 220 - 400°C (Monteiro, Calado, Rodriguez, & Margem, 2012) (Rosa, Kenny, Puglia, Santulli, & Sarasini, 2009). Por fim, por volta dos 300°C até aos 369°C ocorreu uma perda de massa considerável o que se deve à degradação da celulose, eventualmente da lignina, como também do PEG 200, visto que a degradação deste último composto pode ocorrer no intervalo de 340°C e 415°C (Kwon & Kim, 2014).

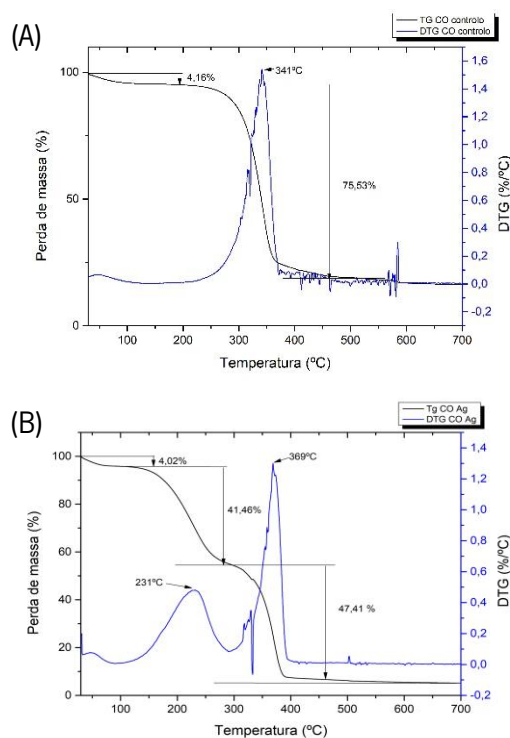


Figura 21. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica; (A) fita B4092A controlo; (B) fita B4092A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Os substratos multifuncionais foram desenvolvidos procurando que também apresentassem atividade antibacteriana. Desse modo, os substratos foram submetidos a dois tipos de bactérias a *S.aureus* e a *P.aeruginosa*, tendo os valores obtidos sido comparados com os da amostra de controlo, sem qualquer funcionalização. Assim, obtiveram-se os seguintes resultados como evidenciado nas figuras 22 e 23.

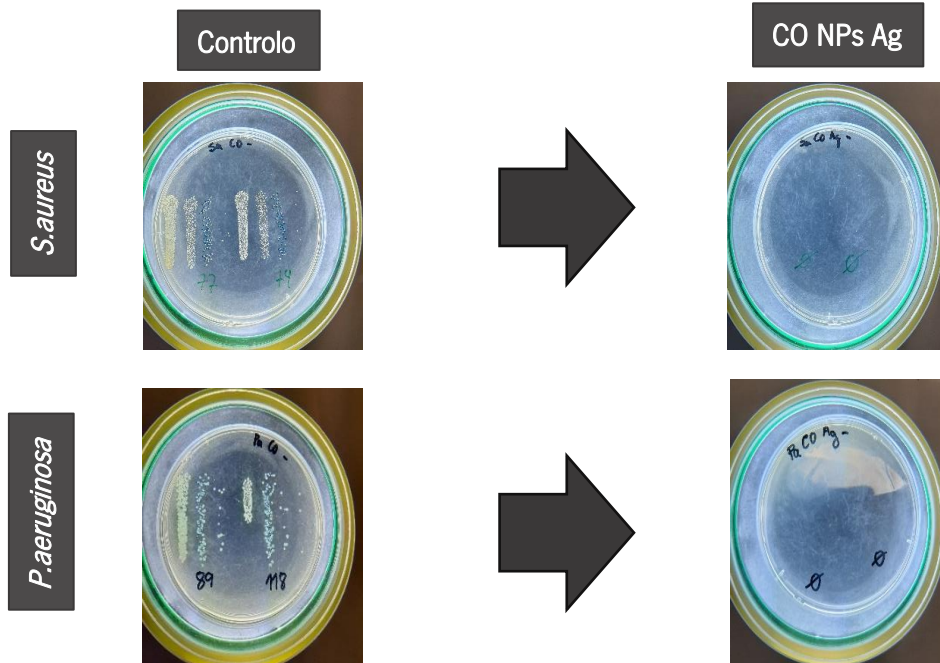


Figura 22. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

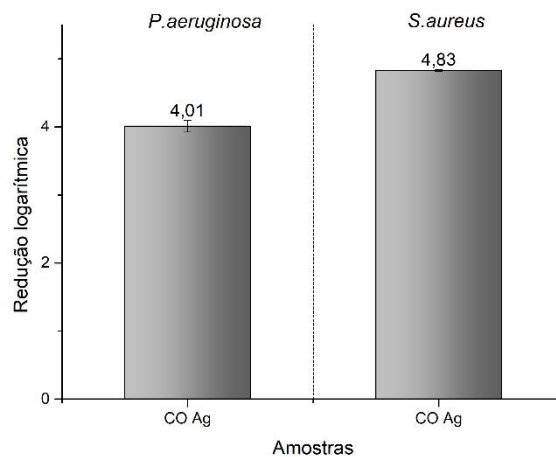


Figura 23. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Pela análise da figura 22 evidenciou-se que as amostras de controlo da fita B4092A, permitiram o crescimento de colónias de bactérias viáveis o que seria de esperar visto que, o algodão promove o crescimento de microrganismos. Contudo, após a funcionalização com as NPs

Ag constatou-se uma redução no crescimento das bactérias viáveis. A contagem de unidades formadoras de colónias viáveis, pela análise de figura 23, constatou-se que as amostras funcionalizadas com as NPs Ag evidenciaram uma redução logarítmica de 4,01 conferindo um comportamento idêntico a um desinfetante fraco e no caso da bactéria *P.aeruginosa* e 4,83 na *S.aureus*, promovendo um comportamento de desinfetante moderado. Este facto, é devido aos iões da prata que reagem com a membrana das bactérias, destruindo as mesmas permitindo que o citoplasma seja expelido por pressão osmótica resultando na destruição da parede celular (Shah, Pirzada, Price, Shibiru, & Qurashi, 2022).

No que diz respeito à condutividade elétrica, os ensaios foram efetuados em distintas zonas da amostra de forma a verificar a homogeneidade da impregnação com a formulação. Desse modo, a amostra apresentou os seguintes resultados como demonstrado na tabela 10.

Tabela 10. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
CO controlo	$2,00 \times 10^8$	45,23	10	$1,11 \times 10^{-6}$
CO + NPs Ag	133177	47,79	10	$1,57 \times 10^{-3}$

Pela análise da tabela 10 verificou-se que a funcionalização com as NPs Ag no substrato fibroso de CO, aumentou significativamente a condutividade do material, sendo isto devido ao facto da Ag ser um ótimo condutor metálico (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018).

4.1.2. Funcionalização com NPs TiO_2 , respetiva caracterização e análise de propriedades

Previamente ao processo de impregnação da fita B4092A com a solução contendo NPs TiO_2 , foi também sujeita uma pré-lavagem, de forma a remover eventuais resíduos que poderiam estar a dificultar o processo de absorção.

Posteriormente efetuou-se o processo de *dip-pad-dry* cinco vezes nos parâmetros referidos anteriormente. Após os cinco ciclos de impregnação as amostras foram bem secas e apresentaram diferença na tonalidade de cor como ilustrado na figura 24.

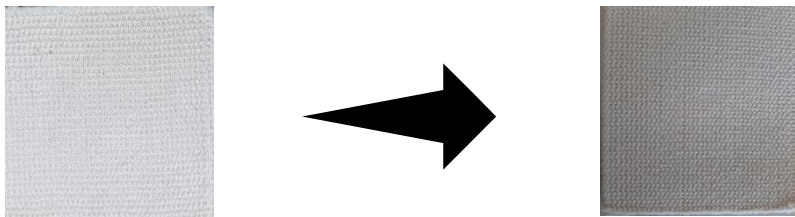


Figura 24. Resultados obtidos da amostra B4092A após a funcionalização com NPs TiO₂
Acervo próprio

Apesar da diferença de tonalidade na amostra após a impregnação observada visualmente, foi efetuado os ensaios de caracterização de forma a comprovar que as NPs TiO₂ estavam na fita textil.

Realizou-se também 3 ensaios no espectrofotômetro de UV com esfera integradora acoplada, de forma confirmar a presença das NPs TiO₂ na amostra B4092A.

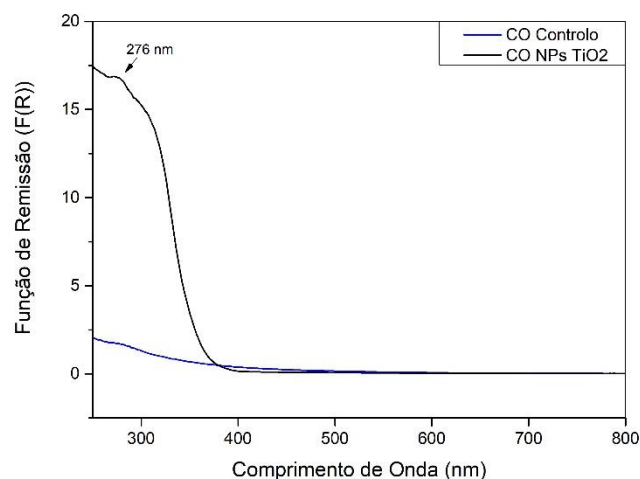


Figura 25. Espectro GSDR da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO₂
Acervo próprio

O aparecimento da banda de absorção das NPs TiO₂ é por volta dos 300 nm (Abid, Bouattour, Conceição, & Ferraria, 2016), ou por volta dos 270-280 nm (Zhang, et al., 2019) o que pela análise da figura constatou-se o aparecimento de uma banda por volta dos 276 nm, o que poderá comprovar uma eventual deposição das NPs TiO₂ na fita B4092A.

No que diz respeito às diferenças na tonalidade das amostras, obtiveram-se os seguintes resultados, apresentados na tabela 11.

Tabela 11. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO₂, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL*	a*	Δa*	b*	Δb*
CO controle	83,5	4,43	2,50	-1,12	12,1	-6,1
CO TiO ₂	87,93		1,38		6	
ΔE CO controle CO TiO ₂	7,60					

Analisando a tabela 11, a amostra funcionalizada com as NPs TiO₂ apresentou uma diferença de cor considerável, visto que obteve ΔE de 7,60. Desse modo, a amostra funcionalizada com as NPs TiO₂ denotou uma tonalidade mais branca, mais verde e mais azul.

De forma a confirmar a presença de determinados grupos na amostra com as NPs TiO₂, a mesma foi sujeita a um ensaio no ATR-FTIR, sendo o resultado apresentado na figura 26.

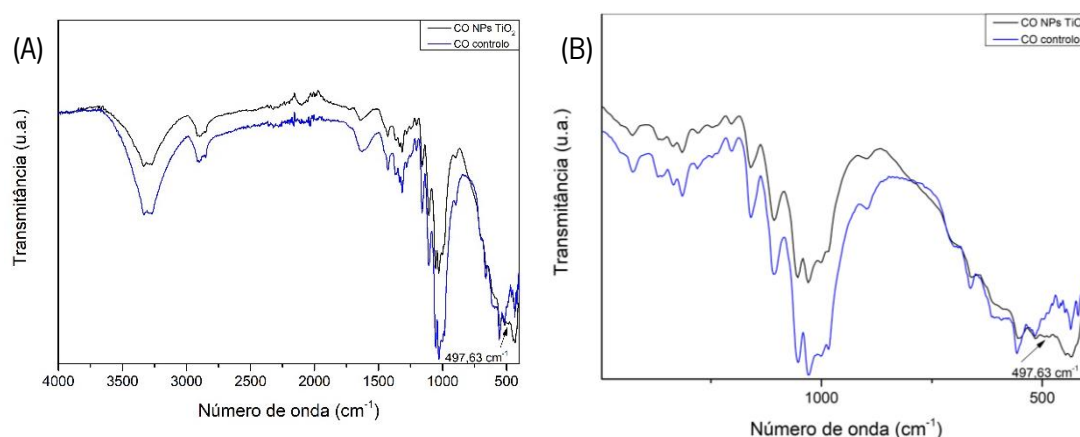


Figura 26. ATR - FTIR da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO₂; (A): Espectro completo; (B): Ampliação do espectro
Acervo próprio

Pela análise dos resultados obtidos no equipamento ATR-FTIR, ilustrado na figura 26, constatou-se que os espectros obtidos em (A), não evidenciaram diferenças significativas no aparecimento ou na inibição dos picos ou bandas, apenas nas intensidades dos mesmos. Contudo segundo a literatura, a presença das NPs TiO₂ denota-se entre o intervalo dos 1000 - 400 cm⁻¹ (Alvarez-Amparán, et al., 2022), ocorrendo a vibração de estiramento dos grupos Ti-O e distintos modos de alongamento de ponte dos grupos Ti-O-Ti, provenientes das NPs TiO₂ (Praveen, Viruthagiri, Mugundan, & Shanmugam, 2014). Contudo alguns autores afirmam que, também por volta dos 450 cm⁻¹, as bandas de absorção são devidas à presença das NPs TiO₂ (Akhavan Sadr

& Montazer, 2013). Desse modo, verificou-se por volta dos $497,63 \text{ cm}^{-1}$, uma ausência dos picos comparativamente à amostra de controlo, o que poderá ser devido à presença das NP TiO_2 .

Após a realização da espectroscopia de esfera integradora, efetuou-se o ensaio da degradação térmica recorrendo à técnica de TGA, tendo os resultados obtidos sido evidenciados na figura 27.

Analisando a figura 27 e 21(A) verificou-se que as curvas termo-gravimétricas das amostras são praticamente idênticas. Verificou-se que a amostra B4092A funcionalizada com as NPs TiO_2 inicialmente tem uma perda de massa de 5,33 % por volta dos $100 \text{ }^\circ\text{C}$, o que é devido à vaporização da água como referido anteriormente. Por volta dos $369 \text{ }^\circ\text{C}$, a derivada da curva termogravimétrica tem o pico de degradação máxima, cuja perda de massa foi de 82,04%, que se deveu à degradação da celulose contida na fita têxtil B4092A. No entanto, o pico da degradação máxima das NPs TiO_2 , geralmente encontra-se por volta dos ($305 - 345 \text{ }^\circ\text{C}$), sendo que poderá ser devido às ligações de pontes de hidrogénio entre o substrato fibroso e as NPs TiO_2 (Morshed, et al., 2018).

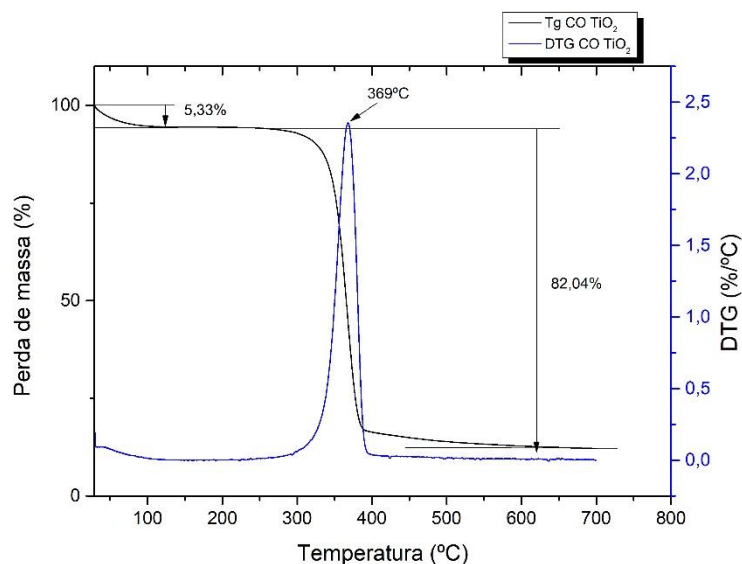


Figura 27. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO_2
Acervo próprio

No que diz respeito, à avaliação da capacidade antibacteriana dos substratos fibrosos B4092A funcionalizados com NPs TiO_2 , verificou-se os seguintes resultados, como demonstrado na figura 28 e 29.

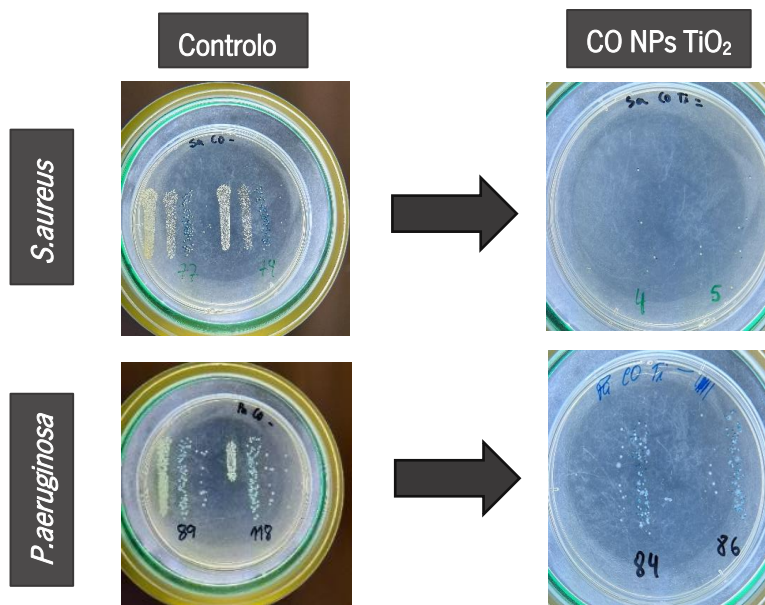


Figura 28. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO_2
Acervo próprio

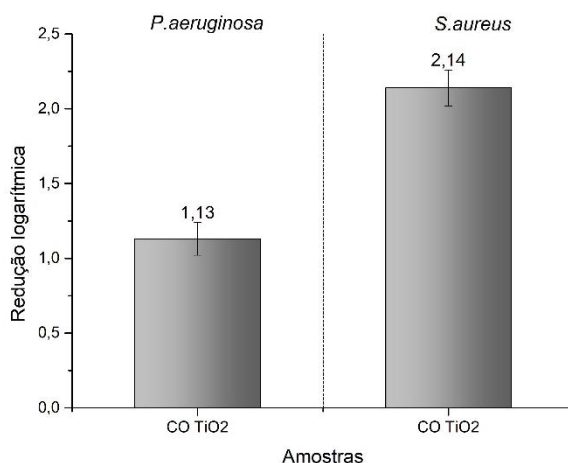


Figura 29. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO_2
Acervo próprio

Analisando a figura 28 e 29, evidenciou-se que os substratos funcionalizados com as NPs TiO_2 promoveram uma redução logarítmica considerável de 2,14, ou seja, um comportamento semelhante a um descontaminante forte no caso da bactéria *S.aureus*. Já na bactéria *P. aeruginosa* os resultados foram diferentes, visto que a funcionalização promoveu apenas uma redução logarítmica de 1,13, ou seja, um comportamento idêntico a um descontaminante fraco, possivelmente devido à estrutura da membrana celular desta bactéria.

Estes resultados devem-se devido à atividade foto catalítica das NPs TiO_2 , cujo mecanismo promove propriedades antibacterianas aos materiais têxteis (Ashraf, Hussain, Riaz, & Hussain,

2019) (Pakdel, Wang, Kashi, Sun, & Wang, 2020). As NPs TiO₂, são frequentemente utilizadas para a obtenção de atividade antibacteriana nos materiais têxteis, visto que estas inativam o crescimento das bactérias devido ao seu mecanismo de ligações com as mesmas, através de grupos doadores de elétrons o que posteriormente causa o aparecimento de pequenos poros nas paredes celulares bacterianas, promovendo um aumento da permeabilidade e consequente morte celular (Manjunath, et al., 2017).

No que concerne à condutividade elétrica, as amostras funcionalizadas com as nanopartículas de dióxido de titânio apresentaram os seguintes resultados, como evidenciado na tabela 12.

Tabela 12. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com NPs TiO₂, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm) ²	Distância entre os eletrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm ⁻¹)
CO controlo	2,00 x 10 ⁸	45,23	10	1,11 x 10 ⁻⁶
CO + NPs TiO ₂	2,81 x 10 ⁷	56,1	10	3,56 x 10 ⁻⁸

Pela análise da tabela 12, demonstrou-se que a funcionalização das amostras B4092A com as NPs TiO₂ permitiu uma melhoria na resistência elétrica, contudo ainda insuficiente. Assim este fenómeno poderá ser devido ao estado de composição das NPs TiO₂, visto que pode ter influência no que diz respeito à condutividade elétrica, sendo o estado de anástase o mais indicado para a obtenção de têxteis condutores (Fal, et al., 2022).

4.1.3. Funcionalização com GNPs, respetiva caracterização e análise de propriedades

Posteriormente à preparação da formulação otimizada com as GNPs, efetuou-se a impregnação da mesma no substrato fibroso B4092A tendo sido necessária efetuar uma pré-lavagem para eliminação de eventuais impurezas. O processo de impregnação decorreu nos mesmos parâmetros que as impregnações das formulações anteriores, no entanto no que concerne à temperatura da râmola, utilizou-se 80°C como descrito na formulação (Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, & Figueiro, 2020). Depois de efetuados cinco ciclos de impregnação obteve-se a seguinte amostra como ilustrado na figura 30.

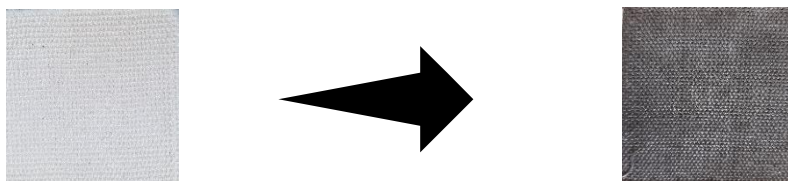


Figura 30. Resultados obtidos da amostra B4092A após a funcionalização com GNPs
Acervo próprio

Visualmente foi possível confirmar que após a secagem da amostra, as GNPs aderiram eficazmente à mesma, comprovado pela alteração de cor, e pelas técnicas de caracterização que serão descritas de seguida. Esta excelente adesão poderá dever-se aos reagentes utilizados na formulação de GNPs, nomeadamente o PEG que contém grupos O-H na sua estrutura química, formando-se ligações por pontes de hidrogénio quando em contacto com a amostra B4092A, promovendo uma adesão superior dos materiais à base de carbono ao material.

Para evidenciar a deposição das GNPs no substrato B4092A, submeteu-se ao espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada, a amostra B4092A funcionalizada com as GNPs e obteve-se o seguinte espectro, tal como evidenciado na figura 31.

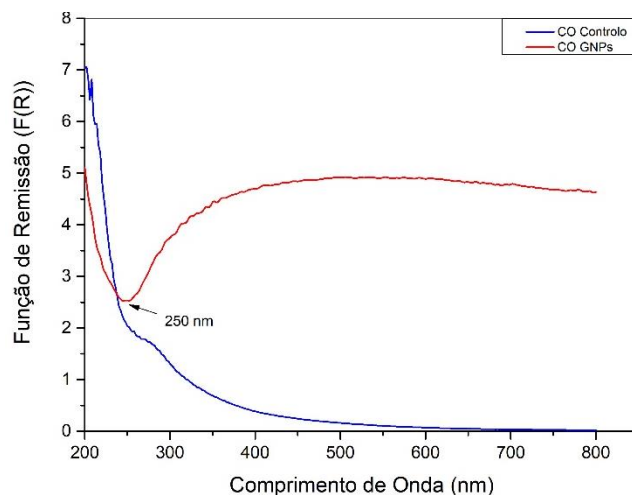


Figura 31. Espectro GSDR da amostra B4092A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Observando a figura 31, verificou-se que ocorreu um aparecimento de uma banda por volta dos 250 nm, sendo o motivo da transição da banda de valência de $\pi-\pi^*$ do anel aromático da ligação C-C (Çiplak, Yildiz, & Çalimli, 2014), sendo estas ligações correspondias às GNPs visto que contém na sua estrutura ligações C-C. Alguns autores indicam que à medida que se aumenta a concentração das GNPs ocorre uma diminuição na banda de absorção (Arruda, Moreira,

Sanivada, Carvalho, & Fanguero, 2022), devido ao facto das GNPs possuírem um elevado índice de reflexão (Zhang, et al., 2012).

No que diz respeito à diferença de cor obtiveram-se os seguintes resultados como evidenciado na tabela 13.

Tabela 13. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4092A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
CO controlo	83,5	-48,4	2,50	-2,22	12,1	-12,42
CO GNPs	35,1		0,28		-0,32	
ΔE CO controlo CO GNPs	50,1					

Analisando a tabela 13, comprovou-se que a funcionalização da amostra B4092A com as GNPs provocou uma diferença de cor significativa cujo valor de ΔE foi de 50,1. Desse modo, comparativamente ao controlo, a amostra B4092A funcionalizada com as GNPs apresentou uma tonalidade mais escura, mais verde e mais azul segundo as coordenadas de cor.

De forma a comprovar a existência das GNPs foi efetuado um ensaio de análise de superfície como é o caso do ATR-FTIR, sendo que os espectros são apresentados na figura 32.

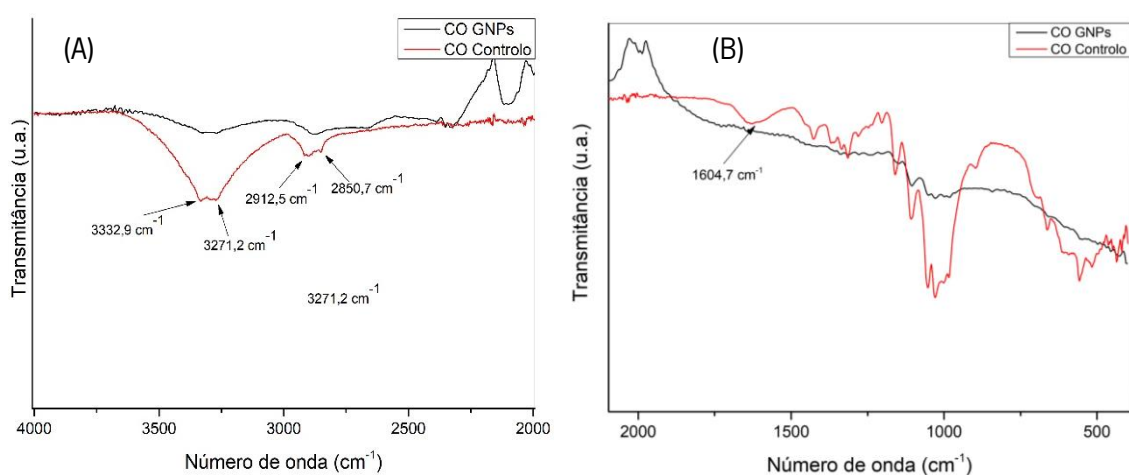


Figura 32. ATR-FTIR da amostra B4092A funcionalizada com GNPs: (A)- ampliação 4000 cm^{-1} aos 2000 cm^{-1} ; (B): 2000 cm^{-1} aos 400 cm^{-1}
Acervo próprio

Analisando a figura 32, verificou-se uma significativa diferença nos espectros, na amostra B4092A funcionalizada com as GNPs, comparativamente à amostra de controlo. Tendo em conta

que, para o desenvolvimento da formulação de GNPs se utilizou CS, PEG e glicerol, evidenciou-se segundo a literatura que os picos característicos do CS encontram-se por volta dos 1653 cm^{-1} cuja vibração deve-se ao estiramento da ligação C=O e por volta dos 1581 cm^{-1} (Mansur & Mansur, 2015) (Mucha, Piekielna, & Wieczorek, 2011) (Kolhe & Kannan, 2003). Já o PEG tem picos característicos por volta dos 1342 cm^{-1} e 2883 cm^{-1} que correspondem à vibração da ligação C-N (Wang, Dong, Du, & Kennedy, 2007). Por fim, o glicerol pode ser identificado pelo aparecimento de três bandas, 3321 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} e 910 cm^{-1} (Danish, Mumtaz, Fakhar, & Rashid, 2016).

Constatou-se pela análise da figura (B) também que entre os 1750 cm^{-1} e os 400 cm^{-1} , uma diferença significativa nos espectros, ou seja, diminuição das intensidades dos picos sendo que (Cao, Huang, & Wang, 2018), após a deposição do grafeno ocorreu o desaparecimento ou diminuição da intensidade dos picos. Contudo outros autores afirmaram que a confirmação da deposição das GNPs, ocorre por volta dos 1600 cm^{-1} , correspondendo às ligações C=C (Rao, Upadhyay, Polychronopoulou, Umer, & Das, 2018). No caso da amostra B4092A funcionalizada com GNPs tal facto não se evidenciou, possivelmente devido ao facto de as GNPs não se encontrarem disponíveis à superfície da mesma.

No caso da degradação térmica da amostra impregnada com as GNPs, foram obtidas as seguintes curvas como demonstrado na figura 33.

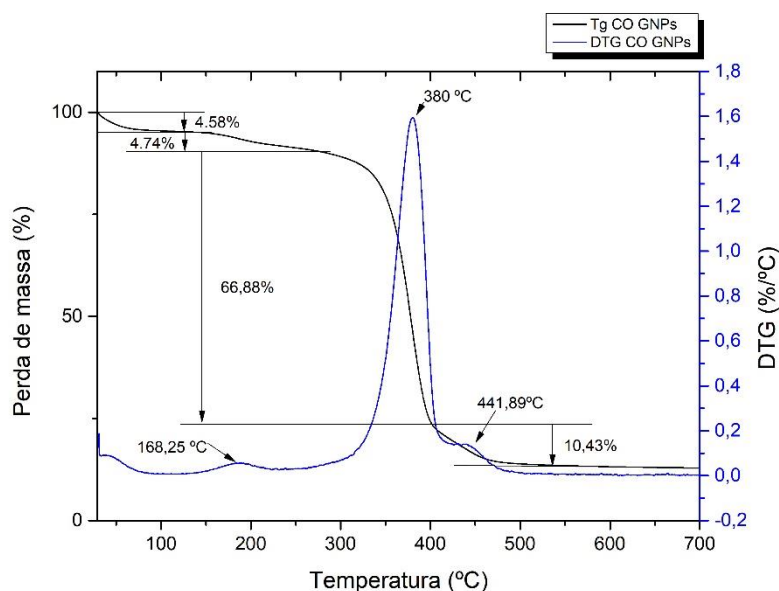


Figura 33. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Observando a figura 33, constatou-se que a amostra funcionalizada com as GNPs sem lavagem, promoveu um aumento de cerca de 30°C, no que diz respeito à temperatura correspondente à degradação máxima, visto que a amostra b4092A sem funcionalização degradou-se completamente por volta dos 349°C. Relativamente à curva de perda de massa da amostra funcionalizada com as GNPs, verificou-se que por volta dos 100°C, ocorre a vaporização da água presente na amostra como referido anteriormente. Por volta dos 168,9 °C ocorreu uma perda de massa de 4,74 %, o que poderá ser devido à degradação do glicerol presente na amostra, visto que a degradação deste ocorre por volta dos 100-150 °C (Mena-Cervantes, Altamirano, & Tiscareño-Ferrer, 2020). Após isto, a amostra obteve a maior perda de massa 66,88%, cuja causa deve-se à degradação da celulose, bem como a degradação do PEG (Kwon & Kim, 2014) e do CS parcialmente, visto que a degradação deste ocorre em duas fases, iniciando por volta dos 247 °C e terminando por volta dos 450 °C (Kumar & Koh, 2012).

Relativamente à atividade antibacteriana, o substrato fibroso funcionalizado com as GNPs, apresentou os seguintes resultados, como demonstrado na figura 34 e 35.

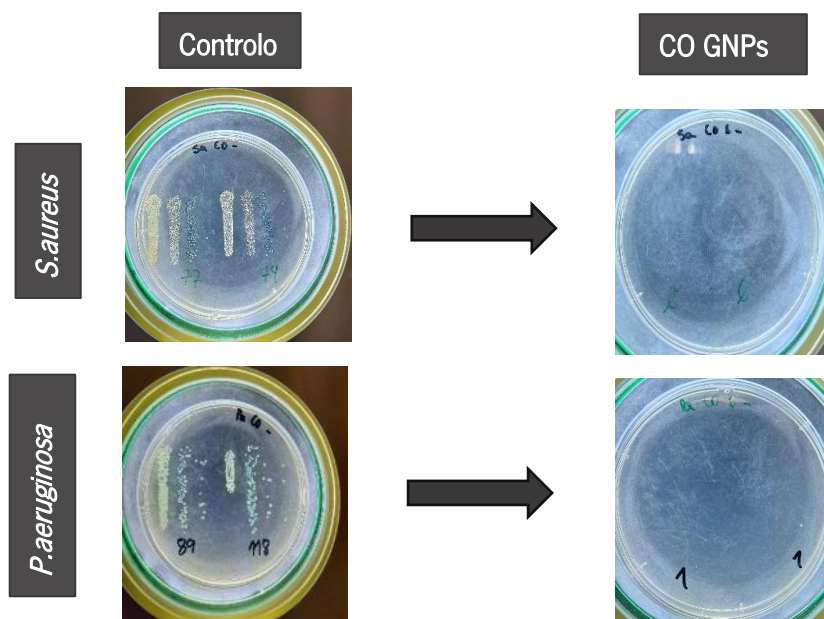


Figura 34. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4092A funcionalizada com GNPs, Acervo próprio

Pela análise da figura 34, verificou-se que a amostra funcionalizada com as GNPs, não promoveu o crescimento de unidades formadoras de colónias, devido à sua morfologia, inculindo na amostra B402A a seguinte redução logarítmica como ilustrado na figura 35.

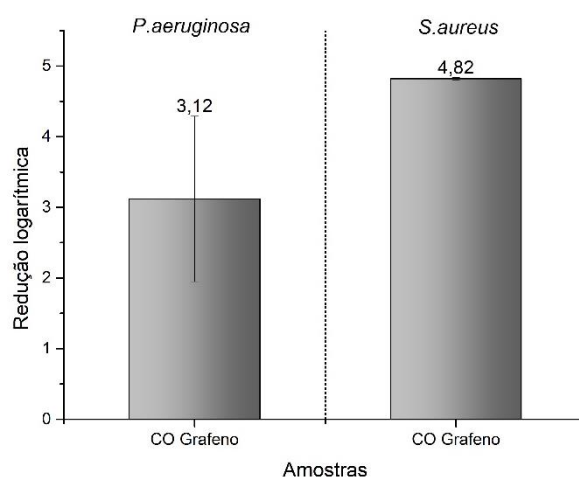


Figura 35. Redução logarítmica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

A funcionalização das GNPs permitiu a obtenção de têxteis com um comportamento idêntico a um desinfetante fraco no caso da bactéria *P.aeruginosa*, visto que têm uma redução logarítmica 3,12. Já no caso, da bactéria de Gram-positiva *S.aureus*, a amostra B4092A evidenciou um comportamento semelhante a um desinfetante moderado, uma vez que apresentou uma redução logarítmica de 4,82. Tal facto, deve-se à morfologia das GNPs que promovem uma degradação da membrana celular pelo processo designado de *knifekilling* (Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, & Fangueiro, 2020).

Tendo em conta as propriedades dos materiais à base de carbono no que diz respeito à condutividade elétrica, a amostra B4092A funcionalizada com as GNPs, obtiveram os seguintes valores como ilustrado na tabela 14.

Tabela 14. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4092A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
CO controlo	$2,00 \times 10^8$	45,23	10	$1,11 \times 10^{-6}$
CO + GNPs	1367,2	53,2	10	$1,38 \times 10^{-1}$

Pela observação da tabela 14, constatou-se que a funcionalização com as GNPs, promoveu a obtenção de um material condutor, sendo que os resultados obtidos foram ligeiramente melhores aos encontrados na literatura. (Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, &

Fangueiro, 2020). Este fenómeno deve-se ao facto dos agentes ligantes, terem promovido uma excelente adesão das GNPs à amostra B4092A, bem como uma dispersão eficaz, permitindo que os substratos fibrosos obtivessem outra funcionalidade.

4.2. Funcionalização das fitas de poliéster B4855A com os diferentes nanomateriais

4.2.1. Funcionalização com NPs Ag, respetiva caracterização e análise de propriedades

No caso da fita de poliéster, a pré-lavagem não se efetuou visto que a absorção de água ocorreu perfeitamente facilitando desse modo o cálculo da TE (%). Assim, recorreu-se ao uso da equação 2, para determinar a TE (%) a utilizar no caso desta amostra.

Onde:

- ✓ **Peso seco da amostra:** 2,02 g
- ✓ **Peso húmido da amostra:** 3,69 g
- ✓ **TE (%):** 82,6

Após o cálculo da TE%, realizou-se a impregnação da amostra B4855A na solução contendo as NPs Ag, sendo submetidas ao *foulard* e posteriormente à râmola, onde os parâmetros do último equipamento mantiveram-se constantes tendo em conta, os parâmetros utilizados na amostra de B4092A. O processo de *dip-pad-dry* também foi efetuado cinco vezes.

A amostra obtida após sujeita ao processo de impregnação, também apresentou uma ligeira alteração na cor como constatado na figura 36.

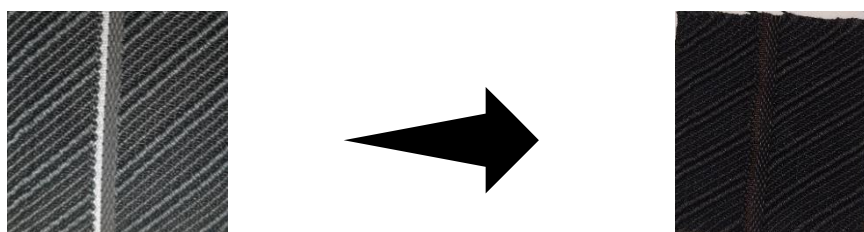


Figura 36. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com NPs Ag
Acervo próprio

Devido ao facto desta amostra estar tingida previamente, não é possível verificar visivelmente diferenças de cor, algo que necessitou de ser confirmado através de um espectrofotómetro.

Posteriormente à impregnação e secagem da amostra B4855A, efetuou-se uma análise no espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada, de forma a verificar a presença de determinadas bandas, com o principal objetivo verificar a presença das NPs Ag na amostra B4855A. Assim, o resultado obtido na análise do espectrofotómetro, encontra-se ilustrada na figura 37.

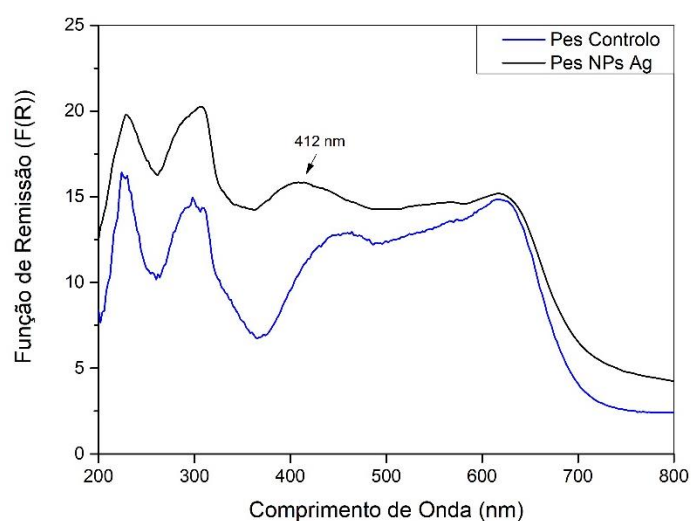


Figura 37. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Pela análise da figura 37, verificou-se o aparecimento de um pico por volta dos 412 nm que pode ser devido à banda de plasmão, que pode ser uma provável evidência da presença das NPs Ag na amostra B4855A (Ferreira, Fangueiro, & Armando, 2018).

Relativamente ao ensaio no *data color*, os resultados obtidos encontra-se demonstrados na tabela 15.

Tabela 15. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag,
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PES controlo	22,1	-1,18	-0,51	0,24	-1,17	1,81
PES + NPs Ag	20,92		-0,27		0,64	

ΔE PES controlo PES + NPs Ag	2,15
--	------

Pela observação da tabela 15, constatou-se que a diferença de cor entre as amostras funcionalizadas com as NPs Ag, não obtiveram diferenças significativas, o que poderá ser devido à impercetibilidade devido à semelhança entre as cores da amostra B4855A e da formulação das NPs Ag. Contudo, analisando as coordenadas de cor, verificou-se que a amostra B4855A, funcionalizada com as NPs Ag, adquiriu uma tonalidade mais escura, mais vermelha e amarela, quando comparada com a amostra de controlo.

Foi efetuado o mesmo ensaio para a fita B4855A, com os mesmos parâmetros que foram utilizados na amostra anterior. Desse modo, obteve-se o seguinte espetro e classificação dos picos mais preponderantes para a análise, como demonstrado na figura 38.

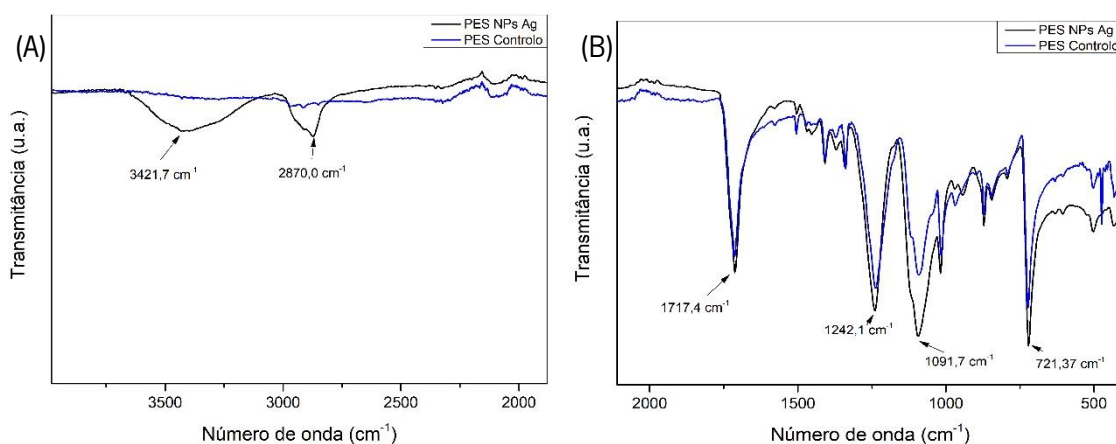


Figura 38. ATR-FTIR da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag, Acervo próprio

Analisando a figura 38 (A), verificou-se que após a funcionalização da amostra b4855A com as NPs Ag, a presença de uma banda por volta dos $3421,7 \text{ cm}^{-1}$ e $2870,0 \text{ cm}^{-1}$ correspondendo ao estiramento dos grupos O-H e C-N respetivamente. Isto deve-se ao facto da presença do PEG 200 na formulação das NPs Ag como referido anteriormente (Ferreira, et al., 2016).

A figura 38 (B), permitiu confirmar que a natureza da amostra B4855A corresponde a um poliéster, devido ao aparecimento de bandas de absorção características dos grupos éster. Desse modo, denotou-se o aparecimento de três bandas características do PES nomeadamente: o pico por volta dos $1717,4 \text{ cm}^{-1}$ e $1091,7 \text{ cm}^{-1}$ correspondentes ao estiramento dos grupos carbonilo C=O e e do grupo O-C-O, respetivamente (Mecozzi & Nisini, 2019) (Ding, Zhang, Chen, Li, & Ren,

2022) (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022). Já o pico de 1242 cm^{-1} , corresponde a um estiramento assimétrico do grupo C-C-O que está ligado ao anel aromático do PES (Mecozi & Nisini, 2019). Por fim, o pico por volta dos 721 cm^{-1} , deve-se ao alongamento do anel aromático C-C e C-H fora do plano (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022) (Djebara, M.; Stoquert, J.; Abdesselam, M.; Muller, D.; Chami, A., 2012).

No que concerne ao aparecimento das NPs Ag, tal evidência não foi possível de comprovar, sendo necessário a realização de outros ensaios para verificar a presença destes nanomateriais na amostra B4855A.

Relativamente à degradação térmica deste substrato fibroso, o resultado obtido foi o evidenciado na figura 39.

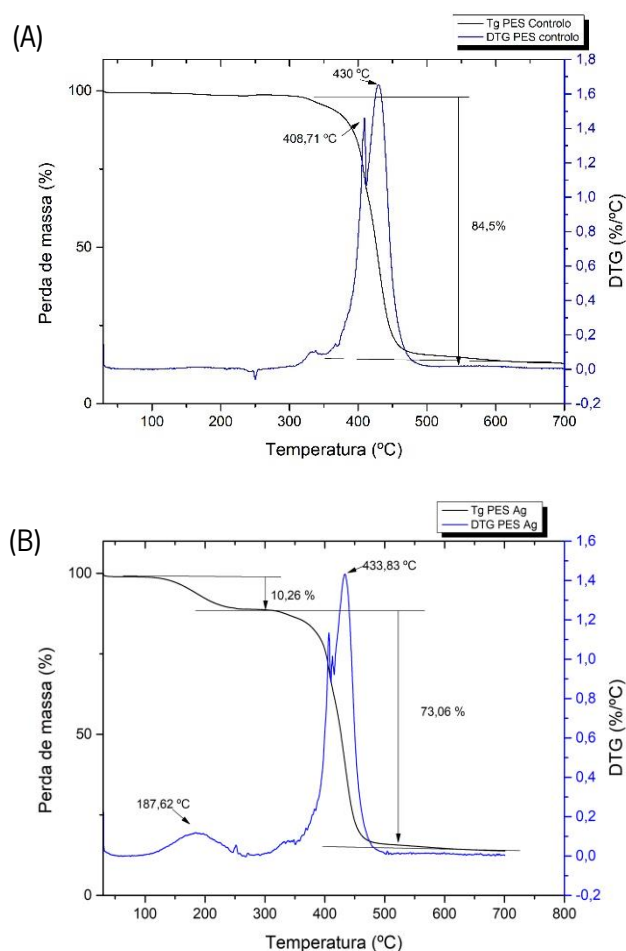


Figura 39. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A: (A)- amostra B4855A de controle; (B)- amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Pela análise da figura 39 (A), constatou-se que a degradação do PES ocorreu por volta dos $433,83^{\circ}\text{C}$, cuja perda de massa foi cerca de 84,5%. Estes valores são confirmados pela literatura

visto que, a degradação do PES por ação da temperatura, ocorre em apenas um passo, cujo intervalo está compreendido entre os 350 e os 515°C (Ding, Zhang, Chen, Li, & Ren, 2022) (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022) (Hu, et al., 2020). Deste modo, possivelmente o aparecimento de um pico na derivada da curva de degradação térmica por volta dos 408,71 °C poderá ser devido a uma degradação parcial do poliéster, ou possivelmente algum erro do equipamento.

Relativamente à amostra B4855A funcionalizada com as NPs Ag como ilustrado na figura 39 (B), verificou-se uma perda de massa de 10,26 % por volta dos 187,62 °C, eventualmente devido a algum composto já incorporado na fita têxtil, visto que PEG 200 degrada-se por volta dos 350°C (Kwon & Kim, 2014). Aos 433,83 °C ocorreu a perda de massa mais significativa no valor de 73,06%, devido à degradação térmica das cadeias poliméricas do poliéster.

Relativamente á atividade antibacteriana o substrato fibroso funcionalizado com as NPs Ag, evidenciou os seguintes resultados como demonstrado nas figuras 40 e 41.

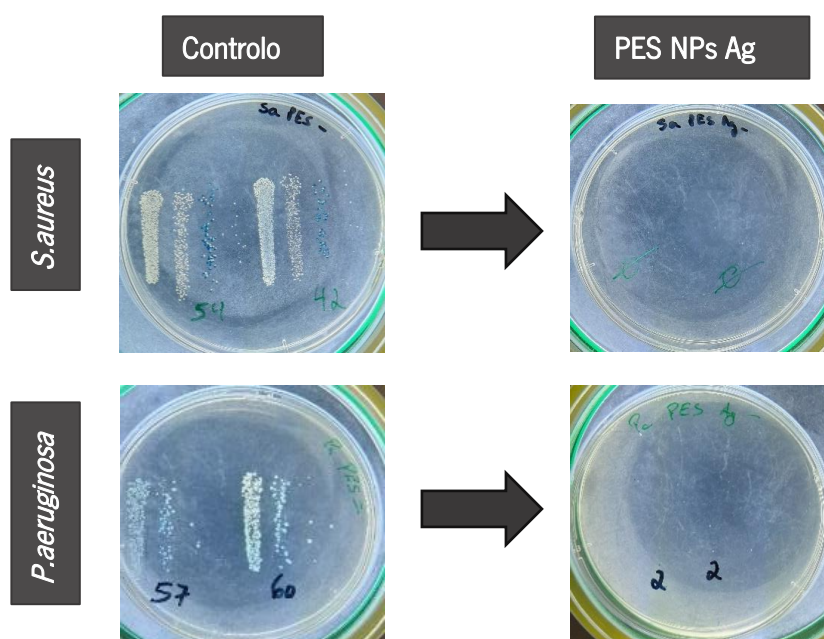


Figura 40. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag, Acervo próprio

Pela análise da figura 40, constatou-se que a funcionalização da amostra B4855A com as NPs Ag, promoveu uma diminuição nas unidades formadoras de colónias viáveis, devido à capacidade destas NPs conseguirem penetrar nas membranas celulares destas bactérias (Shah, Pirzada, Price, Shibiru, & Qurashi, 2022). Esta diminuição das unidades formadoras de colónias

viáveis corresponde a um valor de redução logarítmica, cujos valores estão apresentados na figura 41.

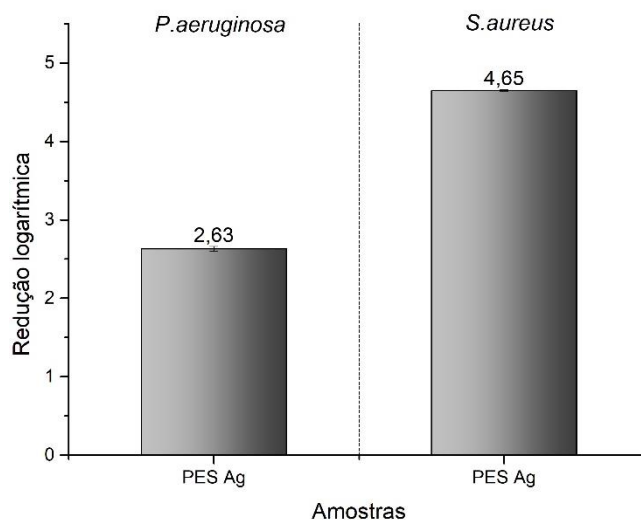


Figura 41. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag
Acervo próprio

Pela observação da figura 41, constatou-se que a funcionalização do substrato fibroso B4855A com as NPs Ag, permitiu a obtenção de têxteis com capacidade idêntica a um desinfetante moderado no caso da bactéria *S.aureus*, uma vez que eliminou todas as unidades formadoras de colônias, tendo em conta a redução logarítmica de 4,65. No entanto, relativamente à bactéria *P.aeruginosa* obteve-se uma redução logarítmica de 2,63, o que promove um comportamento semelhante a um descontaminante fraco, sendo a causa deste valor possivelmente devido à membrana celular das bactérias Gram-negativa.

No que concerne à condutividade elétrica da amostra B4855A funcionalizada com as NPs Ag, obtiveram-se os seguintes resultados, como ilustrado na tabela 16.

Tabela 16. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4855A funcionalizada com NPs Ag,
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
PES controlo	$5,00 \times 10^{10}$	45,2	10	$4,42 \times 10^{-9}$
PES + NPs Ag	$1,00 \times 10^7$	49,7	10	$2,01 \times 10^{-5}$

Pela observação da tabela 16, verificou-se que a amostra B4855A funcionalizada com as NPs Ag adquiriu uma melhoria na condutividade eléctrica quando comparado com o controlo, devido á presença das NPs Ag visto que a Ag é um material condutor (Ferreira, Fangueiro , & Armando, 2018). No entanto, estes resultados quando comparados com a literatura são consideravelmente mais baixos, possivelmente devido à fraca adesão destas NPs à amostra.

4.2.2. Funcionalização com NPs TiO_2 , respetiva caracterização e análise de propriedades

As amostras de poliéster B4855A também foram submetidas a cinco ciclos do processo *dip-pad-dry*, nos mesmos parametros que as amostras anteriores, nomeadamente: TE(%), temperatura e tempo de tratamento. Após conclusão dos cinco ciclos de impregnação, as amostras foram bem secas e apresentaram o seguinte aspeto colorístico como se pode verificar na figura 42.

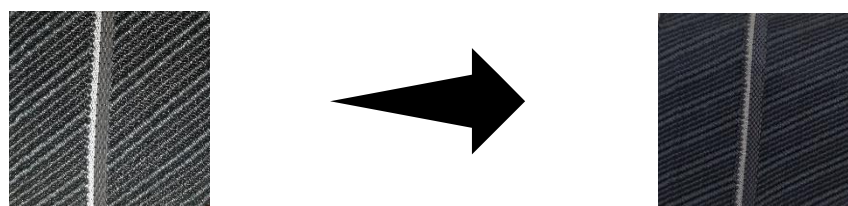


Figura 42. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com NPs TiO_2
Acervo próprio

Tendo em conta a última amostra, também a funcionalização da amostra B4855A com as NPs TiO_2 , não permitiu identificar diferenças de cor visualmente, sendo necessário posterior confirmação recorrendo às técnicas de caracterização.

Após a impregnação das NPs TiO_2 foi efetuado um ensaio no espetrofotómetro, de forma a verificar o aparecimento de determinadas bandas, e diferenças de cor na amostra. A figura 43, demonstrou os seguintes resultados.

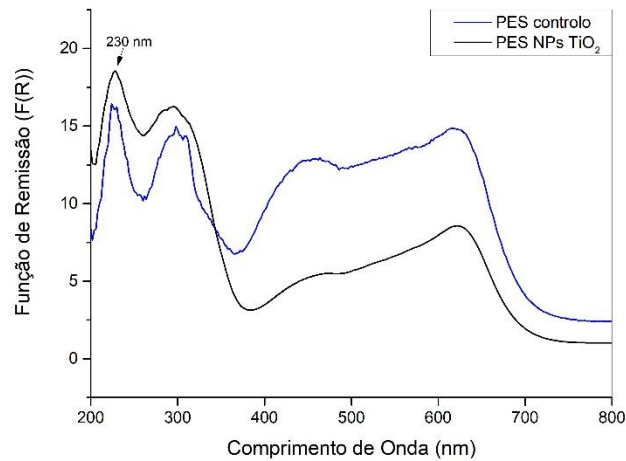


Figura 43. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO₂
Acervo próprio

Como já foi referido anteriormente, o aparecimento da banda de absorção referente às NPs TiO₂, encontra-se por volta dos 300 nm (Abid, Bouattour, Conceição, & Ferraria, 2016) ou entre os 270-280 nm (Zhang, et al., 2019). Contudo pela análise da figura 43 constatou-se o aparecimento de um pico por volta dos 230 nm, tal facto poderá ser devido à banda de absorção das NPs TiO₂. No entanto, comparando com a amostra de controlo verificou-se que a mesma também contém este pico no mesmo comprimento de onda, o que poderá refutar a possibilidade de confirmação das NPs TiO₂ na amostra B4855A, sendo necessário efetuar outros ensaios de caracterização.

Tabela 17. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO₂, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PES controlo	22,1	8,82	-0,51	-0,77	-1,17	-5,04
PES + NPs TiO ₂	30,92		-1,28		-6,21	
ΔE PES controlo PES + NPs TiO ₂	10,2					

Pela análise da tabela 17, constatou-se que ocorreu uma diferença de cor significativa na amostra B4855A após a funcionalização com as NPs TiO₂, apresentando uma tonalidade mais clara, verde e azul quando comparada com a amostra de controlo, como foi possível verificar pelas coordenadas de cor.

Depois de efetuada a secagem da amostra B4855A funcionalizada com as NPs TiO_2 , efetuou-se uma análise no ATR-FTIR e obtiveram-se os seguintes espectros como evidenciado na figura 44.

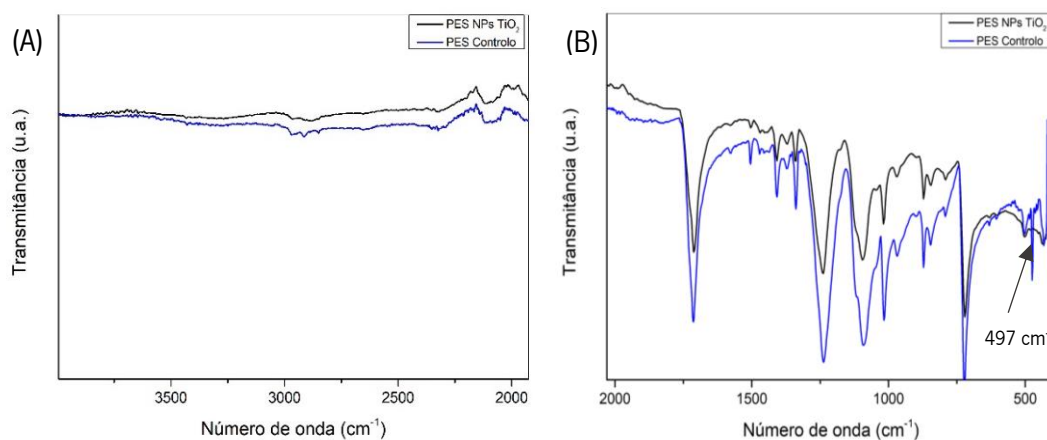


Figura 44. ATR-FTIR da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO_2 ; (A)- Ampliação do espectro dos 4000 cm^{-1} aos 2000 cm^{-1} ; (B)- Ampliação do espectro dos 2000 cm^{-1} aos 400 cm^{-1} ;
Acervo próprio

As NPs TiO_2 , geralmente podem ser identificadas devido à banda de absorção entre os 1300 e os 1000 cm^{-1} , que incluem picos relativos às vibrações de deformação de $\delta(\text{Ti-O-H})$ (Busani & Devine, 2005). Analisando a figura 44, apenas se constatou a presença dos picos característicos do PES como referido anteriormente, sem o aparecimento de novos picos no intervalo dos 1300 aos 1000 cm^{-1} . Assim, é necessário efetuar outros ensaios de caracterização para confirmar a presença das NPs TiO_2 , na amostra B4855A.

No que diz respeito à degradação térmica da amostra funcionalizada com as NPs TiO_2 , obtiveram-se os seguintes resultados como demonstrado na figura 45.

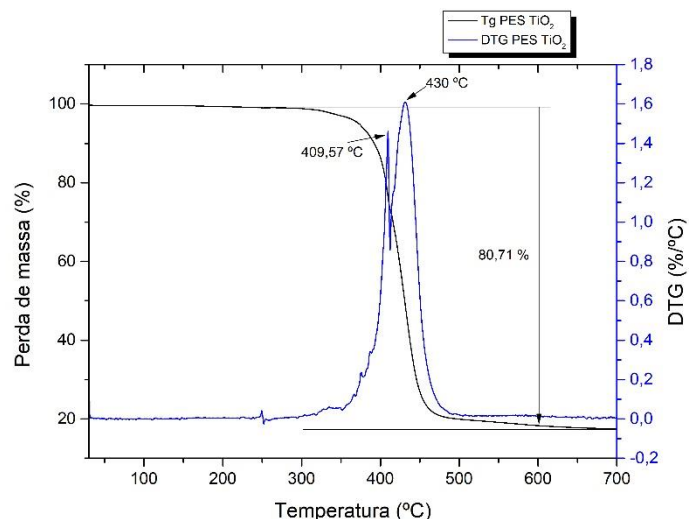


Figura 45. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO₂
Acervo próprio

No que diz respeito ao ensaio de degradação térmica constatou-se que a amostra B4855A funcionalizada com as NPs TiO₂ obtiveram os mesmos resultados que a amostra B4855A de controlo. Assim, constatou-se uma perda de massa de 80,71 % por volta dos 430 °C, ocorrendo uma ligeira degradação por volta dos 409,57 °C devido a uma eventual degradação parcial do poliéster. Contudo, pela análise da literatura verificou-se que a degradação térmica do PES funcionalizado com NPs TiO₂, ocorreu por volta dos 430°C (Zgura, et al., 2015), o que poderá confirmar a presença das NPs TiO₂ na amostra B4855A.

No que diz respeito à atividade antibacteriana dos substrato fibroso B4855A funcionalizado com as NPs TiO₂, obtiveram-se os seguintes resultados como evidenciado na figura 46 e 47.

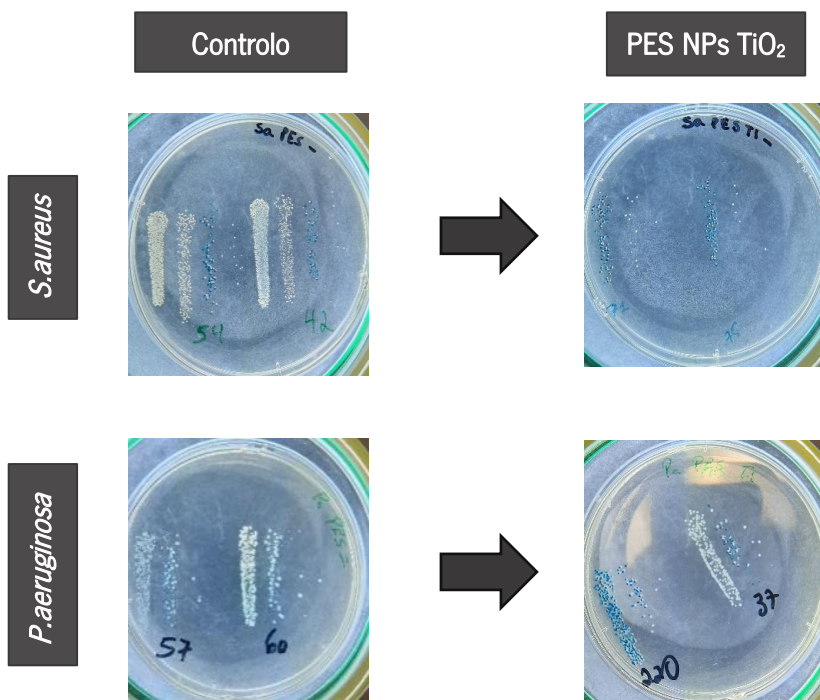


Figura 46. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO₂
Acervo próprio

Pela análise da figura 46, constatou-se que a funcionalização da amostra B4855A com as NPs TiO₂, teve um efeito quase nulo no que diz respeito à atividade antibacteriana, visto que as unidades formadoras de colónias viáveis após a funcionalização, manteve-se praticamente idêntica ao inóculo quer no caso da *S.aureus*, quer na *P.aeruginosa*. Isto poderá dever-se ao facto de a adesão das NPs TiO₂ à amostra B4855A não ter sido bem sucedida. Os respetivos valores da redução logarítmica estão ilustrados na figura 47.

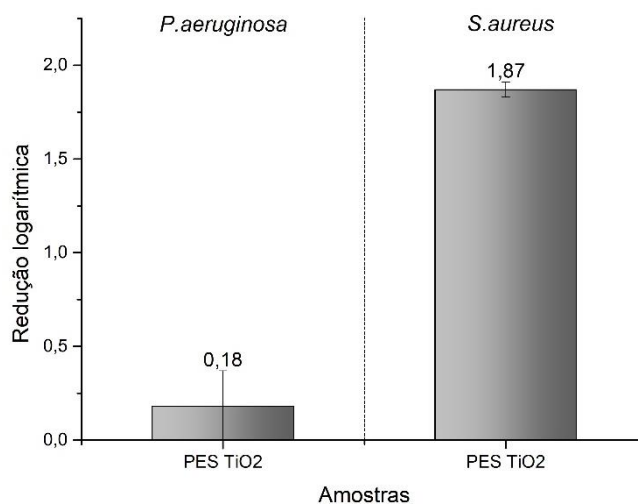


Figura 47. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com NPs TiO₂
Acervo próprio

Pela análise da figura 47, constatou-se que a funcionalização da amostra B4855A com as NPs TiO₂, promoveu uma redução logarítmica de 1,87 conferindo à amostra um comportamento semelhante a um descontaminante fraco no caso da bactéria *S.aureus*. Já no caso da bactéria *P.aeruginosa* a atividade antibacteriana é praticamente nula, sendo uma das possíveis causas, a morfologia da membrana celular da bactéria Gram-negativa, ou a baixa quantidade de NPs depositadas na amostra B4855A.

Relativamente à avaliação, da condutividade elétrica desta amostra funcionalizada com as NPs TiO₂ constatou-se que, a funcionalização não promoveu a propriedade condutividade elétrica à mesma, visto que se obtiveram valores de resistência elevados, o que consequentemente promovia uma elevada resistividade.

4.2.3. Funcionalização com GNPs, respetiva caracterização e análise de propriedades

No caso da impregnação amostra B4855A com a formulação de GNPs, a mesma foi sujeita aos mesmos parâmetros de impregnação que a amostra anterior, excetuando o tempo e temperatura de secagem, sendo neste caso utilizados os seguintes parâmetros:

- ✓ **Tempo de secagem:** 5 minutos;
- ✓ **Temperatura de secagem:** 80°C.

A figura 48 ilustrou o aspeto da amostra de PES após os cinco ciclos de impregnação.

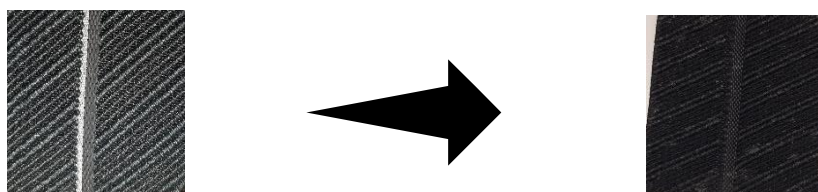


Figura 48. Resultados obtidos da amostra B4855A após a funcionalização com GNPs
Acervo próprio

Pela observação da figura 48, constatou-se uma ligeira alteração na cor e o aparecimento de alguns aglomerados cinzentos possivelmente das GNPs, contudo efetuaram-se os ensaios de caracterização com o objetivo de confirmar a presença destes materiais á base de carbono.

De forma a verificar uma eventual deposição das GNPs na amostra B4855A, submeteu-se a mesma a um espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada, tendo os resultados obtidos sido evidenciados na figura 49.

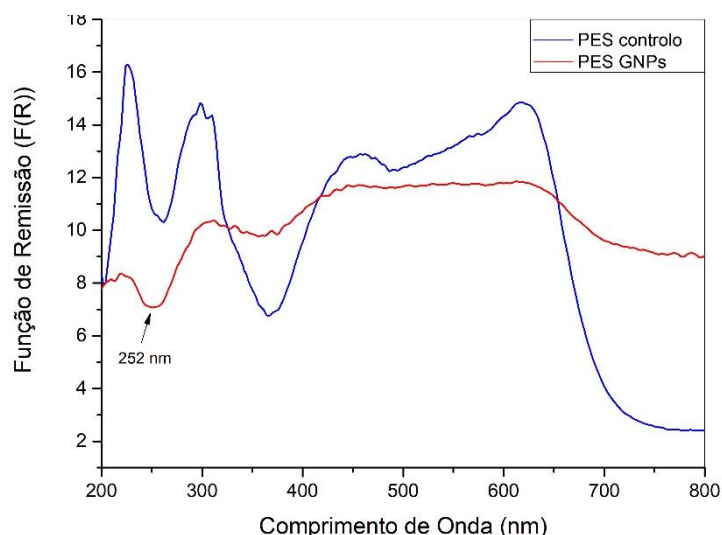


Figura 49. Espectro GSDR da amostra B4855A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Como já referido anteriormente no caso da funcionalização da amostra B4092A com GNPs, a banda característica das mesmas encontra-se geralmente por volta dos 250 nm (Arruda, Moreira, Sanivada, Carvalho, & Figueiro, 2022), desse modo a figura 49 evidenciou uma banda por volta dos 252 nm, o que poderá comprovar a presença das GNPs na amostra B4855A. No entanto, verificou-se que a amostra B4855A de controlo, também denotou a mesma banda, o que poderá refutar a hipótese da confirmação das GNPs nesta amostra. Tal facto poderá dever-se à baixa adesão das GNPs à amostra B4855A.

Neste equipamento, também foi avaliado a diferença de cor das amostras antes e após a funcionalização, como demonstrado na tabela 18.

Tabela 18. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4855A funcionalizada com GNPs, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	L	ΔL	a	Δa	b	Δb
PES controlo	22,1	1,4	-0,51	0,68	-1,17	0,93
PES + GNPs	23,5		0,17		-0,24	
ΔE PES controlo PES + GNPs	1,82					

Pela observação da tabela 18, constatou-se que a amostra B4855A funcionalizada com as GNPs, promoveu uma cor ligeiramente mais escura, vermelha e amarela que a de controlo, devido à cor característica das GNPs, contudo a diferença de cor foi de 1,82.

No que diz respeito à técnica de ATR-FTIR o substarto fibroso B4855A funcionalizado com as GNPs evidenciou os seguintes resultados como demonstrado na figura 50.

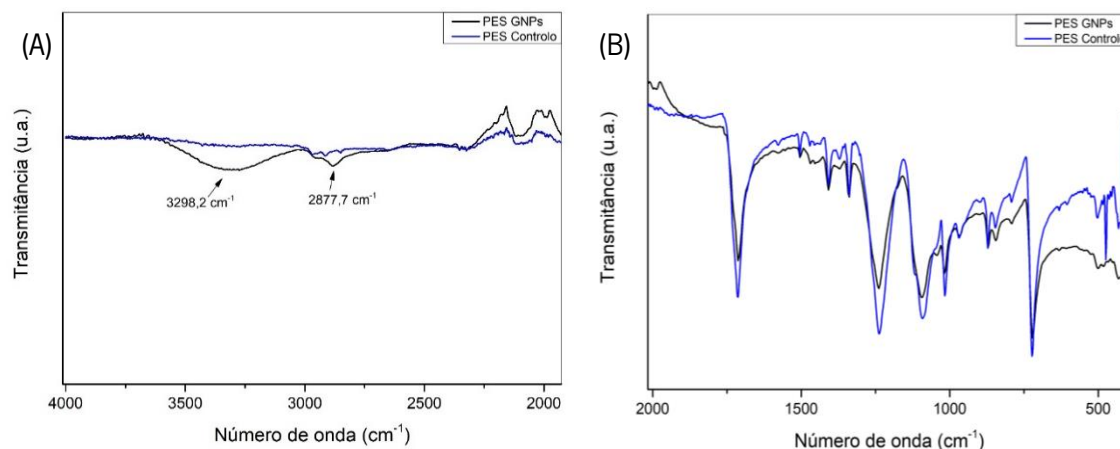


Figura 50. ATR-FTIR amostra B4855A funcionalizada com GNPs: (A)- ampliação do espectro dos 4000-2000 cm⁻¹; (B)- ampliação do espectro dos 2000-400 cm⁻¹
Acervo próprio

Analisando a figura 50 (A), a amostra B4855A funcionalizada com as GNPs evidenciou o aparecimento de duas bandas, nomeadamente: por volta dos 2877,7 cm⁻¹ (Ferreira, et al., 2016) e por volta dos 3298,2 cm⁻¹ devido à vibração de estiramento das ligações O-H provenientes do glicerol utilizado na formulação (Danish, Mumtaz, Fakhar, & Rashid, 2016). Relativamente às GNPs, o pico característico das mesmas encontra-se por volta dos 1600 cm⁻¹ correspondendo às ligações C=C (Rao, Upadhyay, Polychronopoulou, Umer, & Das, 2018), contudo, analisando a figura 47 (B) tal facto não foi constatado.

O ensaio de degradação térmica da amostra B4855A funcionalizada com as GNPs, demonstrou os seguintes resultados como evidenciado na figura 51.

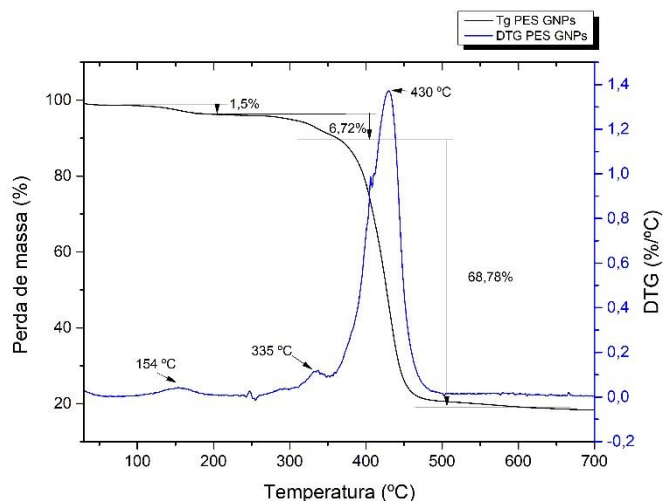


Figura 51. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Analisando a figura 51, verificou-se uma perda de massa de 1,5% por volta dos 154 °C possivelmente devido à degradação do glicerol (Mena-Cervantes, Altamirano, & Tiscareño-Ferrer, 2020). Posteriormente denotou-se uma perda de massa de 6,72% aos 335 °C eventualmente devido à degradação do PEG (Kwon & Kim, 2014) ou do CS parcialmente, visto que a degradação deste ocorre em duas fases, iniciando por volta dos 247 °C e terminando por volta dos 450 °C (Kumar & Koh, 2012). Por fim, a maior perda de massa ocorre aos 430°C, cujo valor 68,78% corresponde à degradação dos restantes reagentes contidos no material, bem como a degradação da cadeia polimérica do PES como referido anteriormente.

Relativamente à atividade antibacteriana do substrato fibroso, os resultados estão demonstrados nas figuras 52 53.

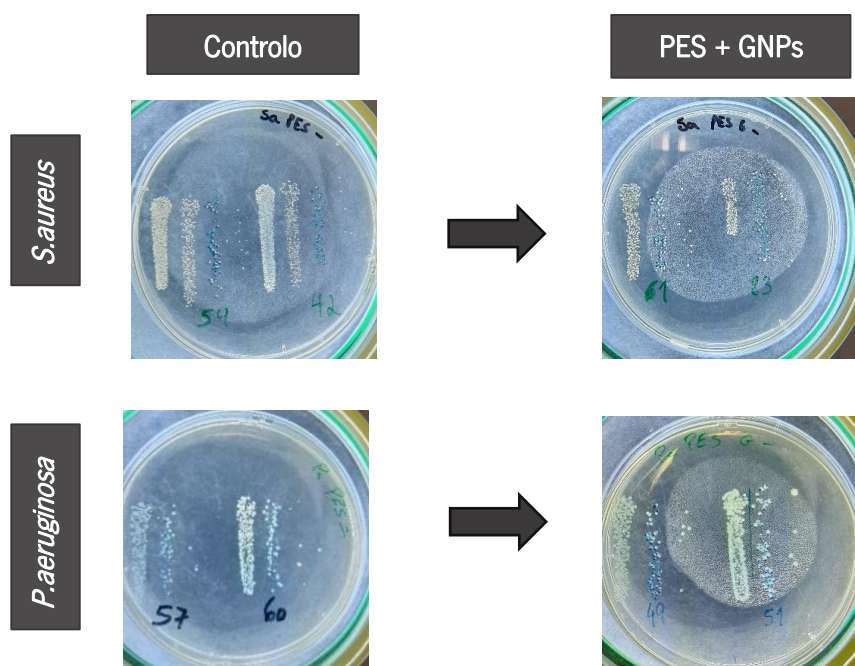


Figura 52. Resultados obtidos no ensaio da atividade antibacteriana da amostra B4855A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

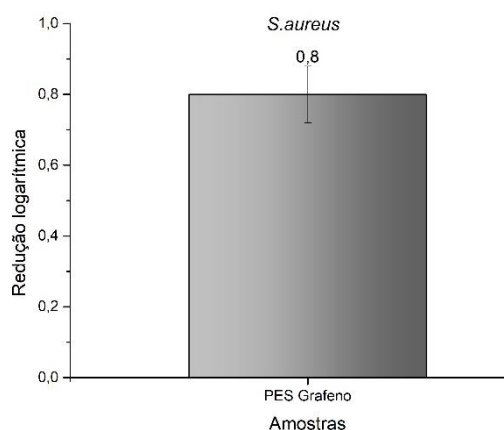


Figura 53. Redução logarítmica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Pela análise das figuras 52 e 53, verificou-se que a amostra funcionalizada com as GNPs, apenas apresentou uma redução logarítmica 0,8 contra a bactéria Gram-positiva *S.aureus*, ou seja, um valor ainda muito baixo, uma vez que as unidades formadoras de colónias viáveis mantiveram-se praticamente iguais à amostra de controlo. Já no caso da bactéria *P.aeruginosa*, a amostra B4855A evidenciou uma atividade antibacteriana nula, o que poderá ser devido à baixa adesão das GNPs à mesma, assim como devido à morfologia da membrana celular desta bactéria.

Por fim, os resultados da condutividade elétrica do substrato fibroso, PES funcionalizado com as GNPs, obteve os seguintes resultados como evidenciado na tabela 19.

Tabela 19. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4855A funcionalizada com GNPs
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
PES controle	$5,00 \times 10^{10}$	45,2	10	$4,42 \times 10^{-9}$
PES + GNPs	$4,00 \times 10^7$	50,8	10	$4,92 \times 10^{-6}$

Pela observação da tabela 19, constatou-se um ligeiro aumento no que diz respeito à condutividade elétrica, quando a amostra é funcionalizada com a GNPs, o que é devido às propriedades intrínsecas deste nanomaterial. Contudo comparativamente com a amostra B4092A, a B4855A tem um valor mais baixo, eventualmente devido à ausência de afinidade dos agentes ligantes e dispersantes com a fibra de PES.

4.3. Seleção da amostra final de fita de PES e PP com as formulações comerciais e as GNPs

Depois de efetuados os ensaios enunciados anteriormente, foi agendada uma reunião com a empresa Idepa, com o principal objetivo demonstrar o trabalho que tinha sido desenvolvido até ao dia da reunião, evidenciando quais as propriedades que poderiam ser conferidas aos materiais facultados pela empresa. Assim, concluiu-se que o próximo passo seria funcionalizar apenas fibras sintéticas (100% PES e 100% PP), com o principal foco na obtenção de substratos fibrosos com condutividade elétrica, utilizando as formulações fornecidas pela empresa o Tecnil e o Pernamul. No entanto, visto que o tema desta dissertação é o efeito sinérgico entre os nanomateriais e os substratos fibrosos, de forma a adquirir a multifuncionalidade dos têxteis, foram efetuados os mesmos ensaios para caracterizar as amostras, como também para a avaliação das propriedades nomeadamente a atividade antibacteriana e a condutividade elétrica.

Por fim, tendo em conta que este produto final vai ser produzido com o principal objetivo a sua comercialização, foi então proposto a elaboração de ensaios no que diz respeito à durabilidade dos nanomateriais nas amostras. Sendo assim todas as amostras foram submetidas a ensaios de lavagens de forma a garantir a durabilidade das propriedades pretendidas.

4.3.1. Funcionalização da fita B3131H com GNPs, Pernamul e Tecnivil, sua caracterização e avaliação das propriedades

No que concerne á impregnação propriamente dita, foi necessário calcular a taxa de expressão, tendo em conta a mimetização dos parâmetros que usualmente são utilizados na indústria, sendo para tal necessário ter em conta os seguintes valores:

- ✓ **Peso da amostra seca:** 1,43 g;
- ✓ **Peso da amostra húmida:** 2,40g;
- ✓ **TE (%):** 70%.

Após efetuado o cálculo da taxa de expressão, efetuou-se a impregnação do substrato fibroso B3131H nas duas soluções: (GNPs e o Tecnivil); (GNPs e o Pernamul).

Seguidamente as amostras foram submetidas aos rolos espremedores do *Foulard*, e posterior secagem na râmola de 80°C durante 5 minutos. Este processo de *dip-pad-dry* foi repetido 5 vezes tal como nas amostras anteriores, sendo o mesmo repetido para todas as amostras.

Após a secagem final das amostras B3131H, obtiveram-se os seguintes resultados tendo sido ilustrados na figura 54 e 55 a funcionalização das mesmas, com Tecnivil e Pernamul respetivamente

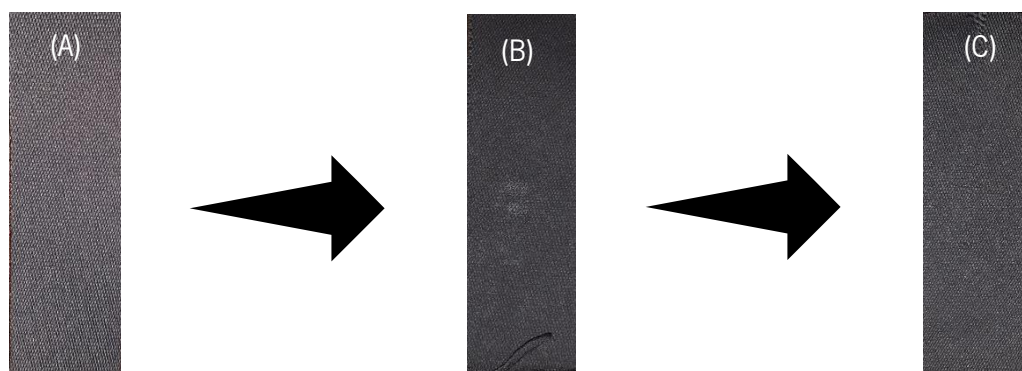


Figura 54. Resultados obtidos da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnivil: (A)- amostra B3131H controlo; (B)- amostra B3131H funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B3131H funcionalizada após lavagem;
Acervo próprio

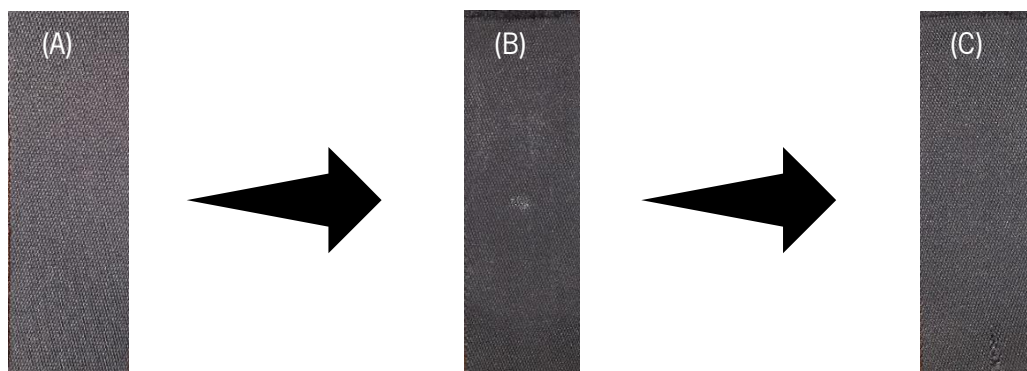


Figura 55. Resultados obtidos da amostra B3131H após a funcionalização com GNPs + Pernamul: (A)- amostra B3131H controle; (B)- amostra B3131H funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B3131H funcionalizada após lavagem; Acervo próprio

No que concerne ao estudo da diferença de cor antes e após a funcionalização dos substratos fibrosos B3131H com as GNPs e o Tecnilil, bem como antes e após as lavagens os resultados encontram-se ilustrados na tabela 20.

Tabela 20. Resultados obtidos no *data color* da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnilil, antes e após lavagem Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PES controle	17,4	4,0	0,12	0,2	-0,22	0,4
PES + T +GNPs	21,4		0,32		0,18	
PES + T +GNPs com lavagem	26,1	8,7	0,10	-0,02	-0,70	-0,48
ΔE PES controle PES + T +GNPs	4,10					
ΔE PES + T +GNPs e PES + T +GNPs com lavagem	4,69					

Analisando a tabela 20, evidenciou-se que após a funcionalização da amostra B3131H com as GNPs uma diferença de cor 4,10, o que promoveu uma tonalidade ligeiramente mais branca, vermelho e azul. Relativamente à amostra após a lavagem do mesmo, denotou-se uma diferença de cor de 4,69 sendo esta reduzida diferença de cor devido à boa adesão das GNPs no material devido ao uso do Tecnilil. Assim amostra evidenciou uma tonalidade ligeiramente mais escura, verde e azul.

A tabela 21, contém as coordenadas de cor obtidas no *data color* da amostra B3131H funcionalizada com as GNP's e o Pernamul, antes e após lavagem.

Tabela 21. Resultados obtidos no *data color* da amostra B3131H funcionalizada com GNP's + Pernamul, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PES controlo	17,4	-0,2	0,12	0,14	-0,22	0,38
PES + P +GNPs	17,2		0,26		0,16	
PES + P +GNPs com lavagem	36,6	19,4	-0,31	-0,57	-0,98	-0,76
ΔE PES controlo PES + P +GNPs	0,41					
ΔE PES + P +GNPs e PES + P +GNPs com lavagem	19,4					

Pela análise da tabela 25, verificou-se que a amostra funcionalizada com GNP's e Pernamul, obteve uma diferença de cor 0,41 com a amostra de controlo, correspondendo a uma tonalidade ligeiramente mais escura, vermelha e amarela. Após a lavagem da amostra constatou-se uma diferença de cor 19,4, eventualmente devido à remoção das GNP's. Desse modo, a amostra B3131H + Pernamul + GNP's ilustrou uma tonalidade mais clara, verde e azul quando comparada com a mesma amostra sem lavagem.

De forma a garantir a presença quer das GNP's quer do Tecnivil como do Pernamul, submeteram-se as amostras B3131H funcionalizadas apenas com o Tecnivil e o Pernamul, como também funcionalizadas com estes e as GNP's ao ensaio de caracterização ATR-FTIR, denotando os seguintes resultados como ilustrado na figura 56.

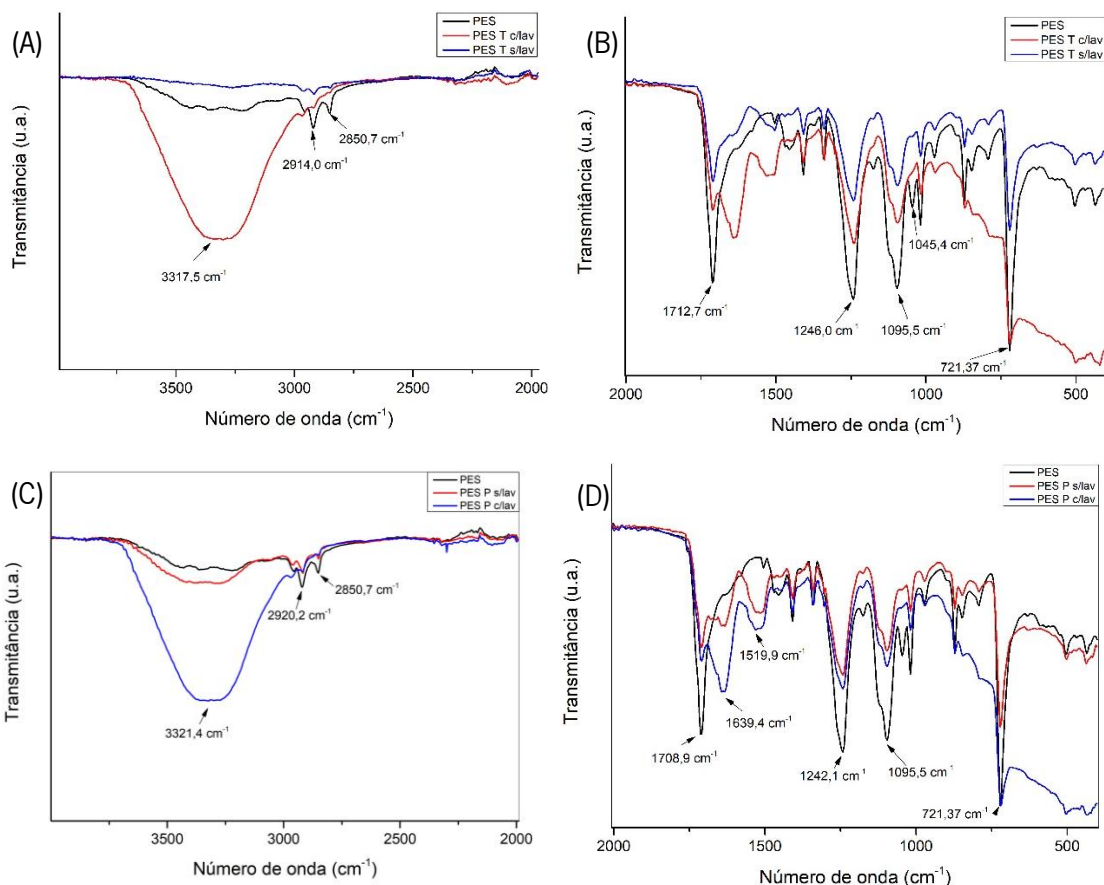


Figura 56. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Tecniliv ampliado dos 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000-400 cm^{-1} ; (C) e (D)- Pernamul 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000- 400 cm^{-1}
 Acervo próprio

Analisando o espectro do ATR-FTIR da figura 56 (A), verificou-se que a funcionalização com o Tecniliv, denotou o aparecimento de uma banda por volta dos $3317,5 \text{ cm}^{-1}$ na amostra que foi submetida à lavagem, eventualmente devido ao facto da mesma não se encontrar completamente seca. Após essa banda verificou-se na figura 56 (B) o aparecimento de três picos característicos do PES como referido anteriormente na amostra B4855A, denotou-se o aparecimento de três bandas características do PES nomeadamente: o pico por volta dos $1708,9 \text{ cm}^{-1}$ e $1095,5 \text{ cm}^{-1}$ correspondentes ao estiramento dos grupos carbonilo C=O e do grupo O-C-O, respetivamente (Mecozi & Nisini, 2019) (Ding, Zhang, Chen, Li, & Ren, 2022) (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022). Já o pico de $1242,1 \text{ cm}^{-1}$, corresponde a um estiramento assimétrico do grupo C-C-O que está ligado ao anel aromático do PES (Mecozi & Nisini, 2019). Por fim, o pico por volta dos $721,37 \text{ cm}^{-1}$, deve-se ao alongamento do anel aromático C-C e C-H fora do plano (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022) (Djebara, M.; Stoquert, J.; Abdesselam, M.; Muller, D.; Chami, A., 2012) No entanto verificou-se o aparecimento de dois novos picos por

volta dos $1639,4\text{ cm}^{-1}$ e $1519,9\text{ cm}^{-1}$, provavelmente devido à deposição do Tecnivil uma vez que, a amostra sem funcionalização não adquiriu esses novos picos.

Analisando as figuras 56 (C) e (D), constatou-se que os espectros das amostras B313H funcionalizadas com Pernamul, comparativamente à mesma funcionalizada com Tecnivil, não evidenciou diferenças significativas nos espectros.

Na figura 57, estão representadas as amostras B3131H funcionalizadas as formulações das empresas e com as GNPs.

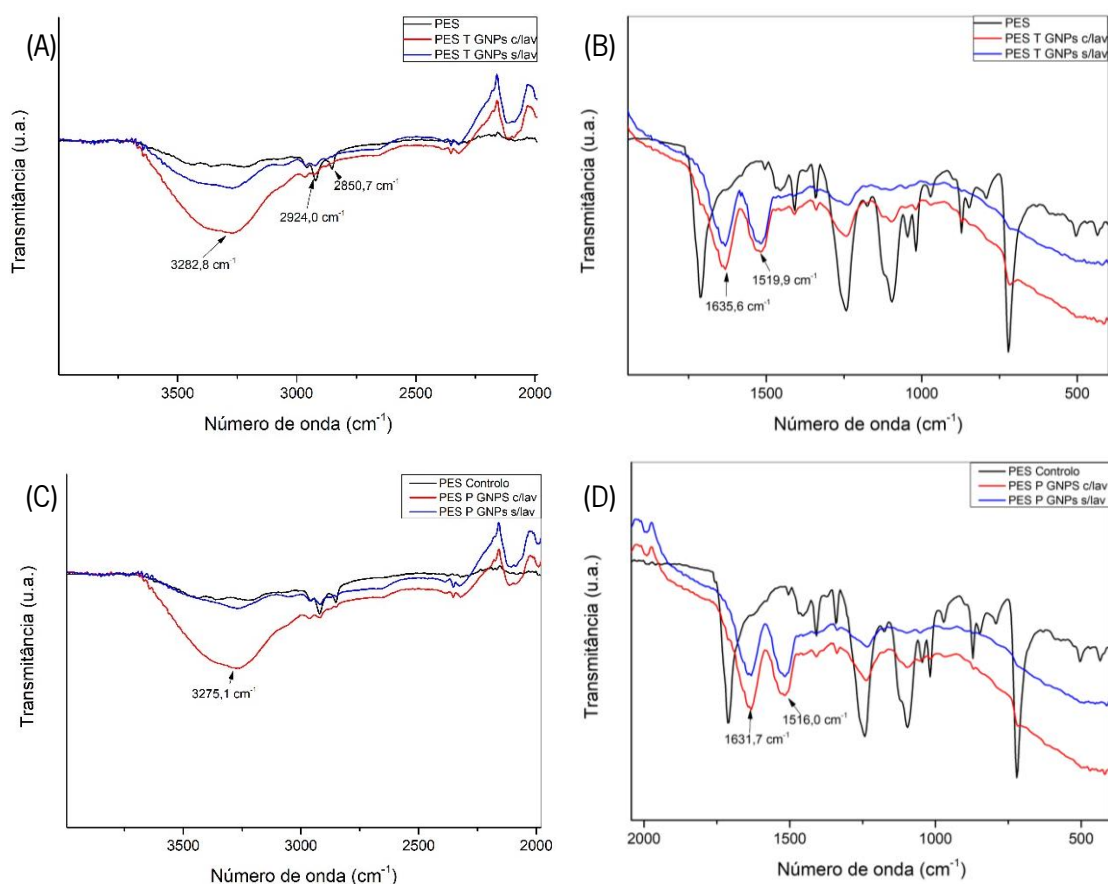


Figura 57. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Tecnivil + GNPs ampliado dos $4000\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ e dos $2000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$; (C) e (D)- Pernamul + GNPs $4000\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ e dos $2000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$

Acervo próprio

Pela análise da figura 57 (A) e (C), verificou-se que em ambas amostras funcionalizadas com Pernamul + GNPs e Tecnivil + GNPs com lavagem, o aparecimento de uma banda por volta dos $3275,1\text{ cm}^{-1}$, eventualmente devido a uma ineficaz secagem após este processo. Confirmou-se também pela leitura da figura 57 (C) e (D), o aparecimento de novos picos por volta dos $1631,7\text{ cm}^{-1}$ e $1516,0\text{ cm}^{-1}$, eventualmente devido às formulações das empresas. Por fim, relativamente à confirmação das GNPs na amostra, sabe-se que entre os 1750 e os 400 cm^{-1} , ocorre uma

diminuição das intensidades dos picos sendo que (Cao, Huang, & Wang, 2018), contudo tal evidência não foi confirmada nas amostras funcionalizadas.

No que concerne á degradação térmica da amostra B313H sem funcionalização, os resultados obtidos estão demonstrados na figura 58.

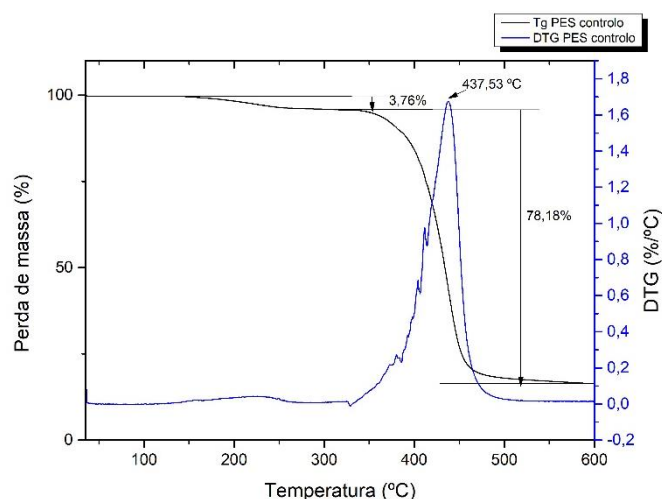


Figura 58. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H
Acervo próprio

Pela observação da figura 58, verificou-se que a amostra B3131H, obteve uma perda de massa de 3,76 % por volta dos 200 °C eventualmente devido a algum composto depositado na mesma. Quanto á natureza da amostra confirmou-se que a mesma é classificada como um poliéster visto que obteve temperatura de degradação máxima foi 437,53 °C com uma perda de massa de 78,16 %. Desse modo, verificou-se um comportamento semelhante com a amostra B4855A, bem como com o reportado na literatura, cuja temperatura da degradação das cadeias poliméricas do poliéster está compreendida entre os 350 e os 515°C (Ding, Zhang, Chen, Li, & Ren, 2022) (Trejo-Carbajal, Ambriz-Luna, & Herrera-González, 2022) (Hu, et al., 2020).

Na figura 59, estão demonstrados os resultados obtidos no ensaio de degradação térmica das amostras B3131H funcionalizadas com as formulações da empresa, antes e após a lavagem das mesmas.

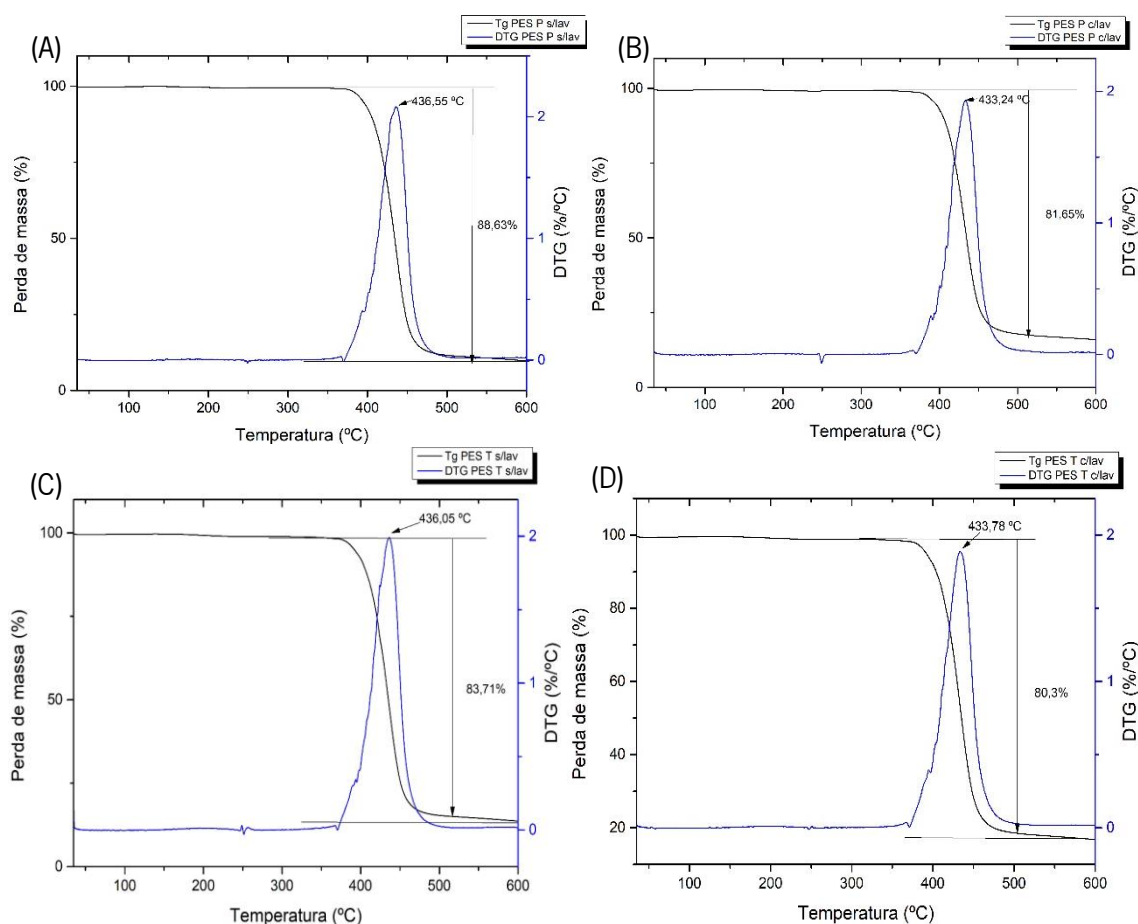


Figura 59. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul sem lavagem; (B)-Pernamul com lavagem; (C)-Tecnivil sem lavagem; (D)-Tecnivil com lavagem
Acervo próprio

Pela observação da figura 59 (A) e (B), verificou-se que a impregnação da amostra B3131H com o Pernamul antes e após a lavagem, teve um comportamento praticamente idêntico ao da amostra de controlo, no que concerne às curvas de degradação térmica e derivada das mesmas. No que diz respeito ao aparecimento de um pico característico da degradação desta formulação, possivelmente degradou-se no mesmo intervalo de temperatura que o PES, visto que a quantidade de perda de massa foi consideravelmente maior que na amostra de controlo. Relativamente à figura 59 (C) e (D), constatou-se o mesmo comportamento que na formulação anterior.

Por fim, a figura 60 contém as curvas da degradação térmica e respetivas derivadas da amostra B3131H funcionalizada com as formulações da empresa e com as GNPs.

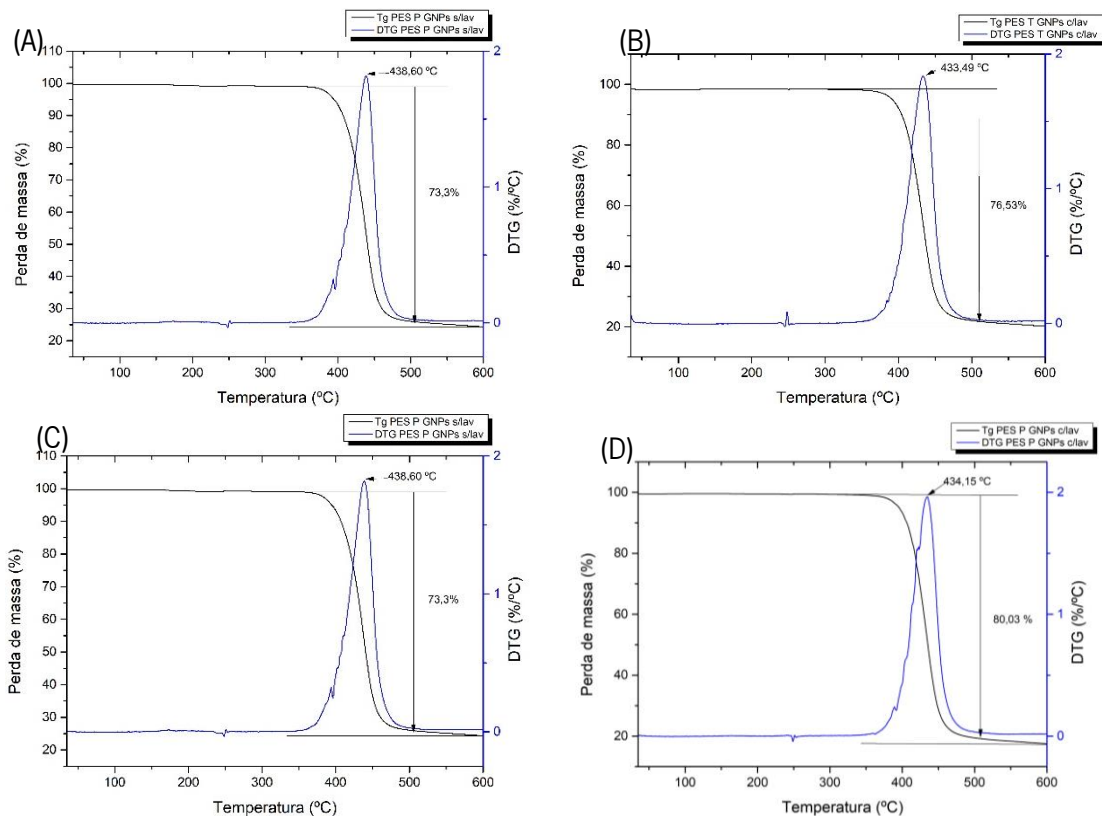


Figura 60. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)- Tecnivil e GNPs sem lavagem; (B)- Tecnivil e GNPs com lavagem; (C)- Pernamul e GNPs sem lavagem; (D)- Pernamul e GNPs com lavagem
Acervo próprio

Visto que a formulação utilizada apenas conteve o Pernamul, Tecnivil e as GNPs, verificou-se nenhuma alteração nas curvas de degradação térmica. No entanto, pela análise da figura 60 (A) (B) e (C), uma diminuição na perda de massa comparativamente às amostras apenas impregnadas com as formulações da empresa o que poderá evidenciar a presença das GNPs. Contudo alguns autores indicam que, a incorporação das GNPs nos materiais têxteis incute nos mesmos, uma maior resistência no que diz respeito à temperatura de decomposição total dos mesmos (Pereira, Ferreira, Araújo, Ferreira, & Fangueiro, 2020).

De forma a avaliar a eficácia da impregnação das GNPs nos substratos fibrosos B3131H, efetuou-se uma análise dos mesmos no FESEM, sendo os resultados obtidos apresentados na figura 61.

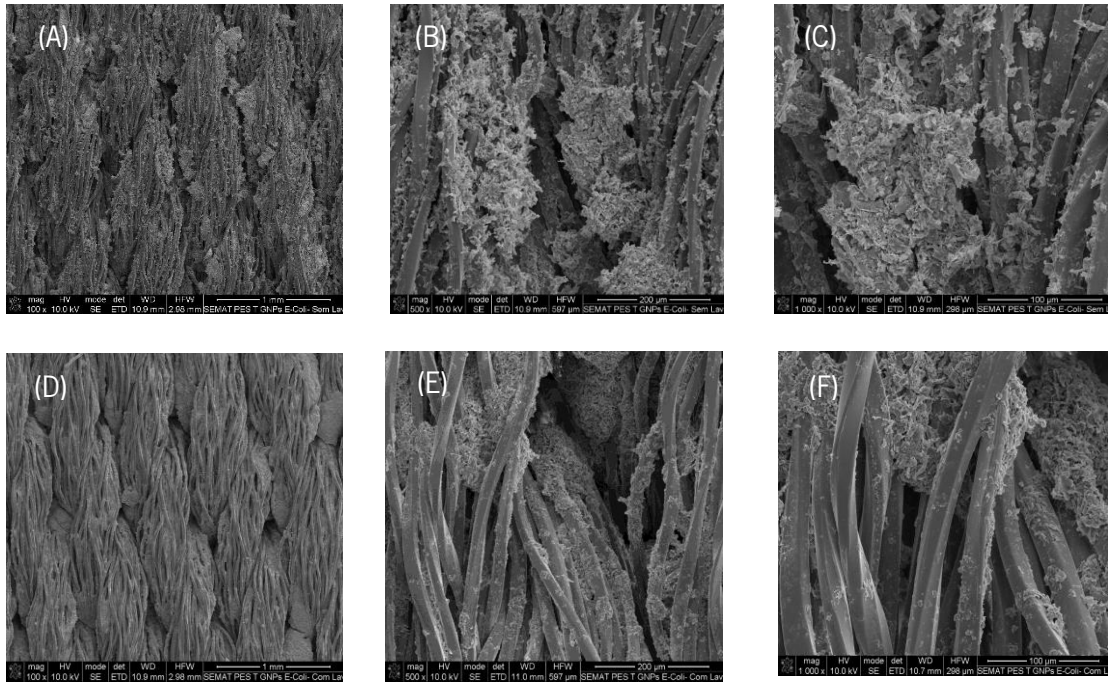


Figura 61. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Tecnil e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente
Acervo próprio

Pela análise da figura 61 (A) (B) e (C), constatou-se a eficaz deposição das GNPs no material, cuja distribuição foi praticamente homogénea, contudo verificou-se a formação de alguns aglomerados. Após a lavagem da amostra funcionalizada com as GNPs e o Tecnil, verificou-se uma ligeira diminuição, contudo as GNPs mantiveram-se depositadas na amostra como ilustrado na figura 61 (D) (E) (F), possivelmente devido à utilização do Tecnil.

A figura 62 evidenciou a deposição das GNPs e do Pernamul na amostra B3131H, antes e após lavagem.

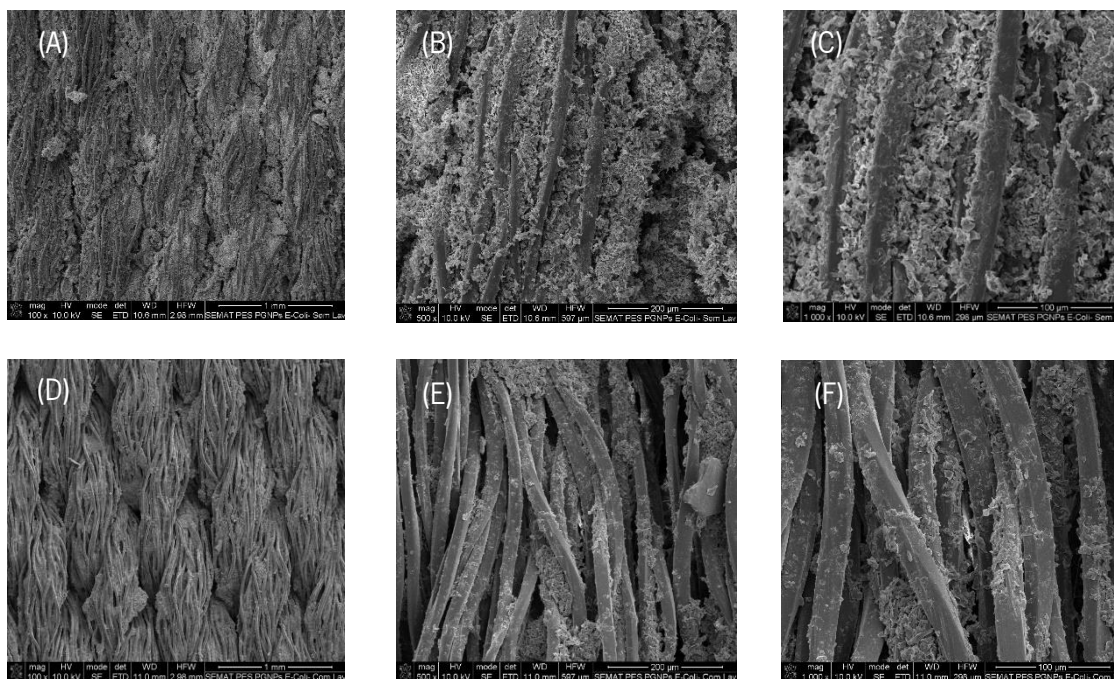


Figura 62. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Pernamul e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respectivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respectivamente
Acervo próprio

Analisando a figura 62 (A) (B) e (C), demonstrou-se que a deposição foi efetuada de forma eficaz, verificando que praticamente toda a amostra antes da lavagem foi impregnada com as GNPs e com o Pernamul, no entanto verificou-se também a formação de alguns aglomerados. Após a lavagem verificou-se que a amostra ainda continha GNPs, provavelmente devido à utilização do Pernamul, que promoveu uma maior adesão das GNPs à mesma.

A capacidade antibacteriana do da amostra B3131H funcionalizada com GNPs e com as formulações da empresa nomeadamente o Tecnil e o Pernamul, ilustrou os seguintes resultados como evidenciado na figura 63.

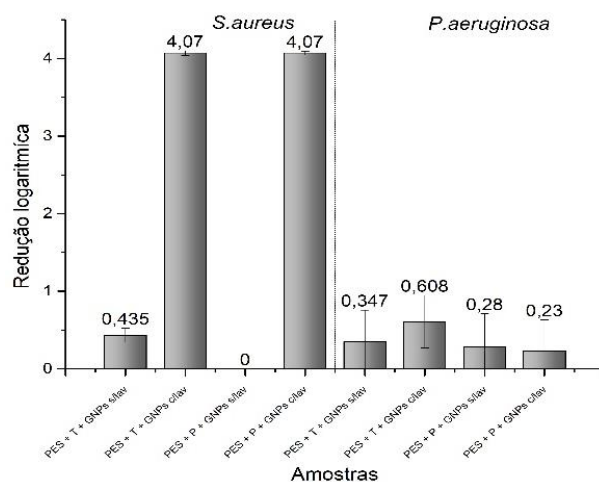


Figura 63. Redução logarítmica das amostras B3131H funcionalizadas com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul, antes e após lavagem Acervo próprio

Analisando a figura 63, constatou-se que a atividade antibacteriana da amostra B3131H contra a bactéria *S.aureus*, aumentou ligeiramente com a funcionalização das GNPs e do Tecnivil na mesma, obtendo um valor de redução logarítmica de 0,435. No entanto a amostra B3131H funcionalizada com as GNPs e o Pernamul não obteve qualquer tipo de atividade antibacteriana.

Contudo, após a lavagem da amostra B3131H funcionalizada com ambas as formulações da empresa e as GNPs, verificou-se que o substrato fibroso apresentou uma redução logarítmica de 4,07, conferindo assim um comportamento idêntico a um desinfetante moderado. Este acontecimento sugeriu que a lavagem removeu algumas impurezas permitindo possivelmente, um maior contacto entre as GNPs e a bactéria de *S.aureus*, aumentando assim a atividade antibacteriana, ou provavelmente o detergente poderá estar a ter influência nos resultados e ser o agente antibacteriano.

Relativamente á bactéria *P.aeruginosa*, constatou-se que a funcionalização das amostras B3131H com as GNPs e as formulações da empresa, promoveu um aumento ligeiro na atividade antibacteriana, obtendo uma redução logarítmica de 0,347 e de 0,608 antes e após lavagem respetivamente. Ainda assim, são valores expressivamente mais baixos que os obtidos na amostra B4092A funcionalizada com GNPs.

No que diz respeito á condutividade elétrica, os substratos fibrosos B3131H funcionalizados com as GNPs e o Tecnivil e com as GNPs e o Pernamul, obteve os seguintes resultados como demonstrado na tabela 22.

Tabela 22. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B3131H funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs +Pernamul, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
PES controlo	$1,00 \times 10^6$	31,4	10	$3,18 \times 10^{-4}$
PES +T + GNPs	6861,9	31,2	10	$4,67 \times 10^{-2}$
PES + T + GNPs c/lavagem	41775	30,2	10	$7,94 \times 10^{-3}$
PES +P + GNPs	4876,2	32,2	10	$6,37 \times 10^{-2}$
PES + P + GNPs c/lavagem	30902	29,2	10	$1,11 \times 10^{-2}$

Pela observação da tabela 22, constatou-se que a funcionalização do substrato fibroso B3131H com as GNPs e com o Tecnivil, promoveu um aumento na condutividade elétrica, sendo esse facto devido á utilização das GNPs. Após lavagem do substrato fibroso, verificou-se que a condutividade elétrica diminuiu ligeiramente, comparativamente á amostra sem lavagem, mas a mesma ainda tem capacidade de condução elétrica. Este último resultado poderá ser devido à utilização da formulação da empresa o Tecnivil, que promoveu uma maior adesão das GNPs ao material, aumentando assim a durabilidade.

No entanto, comparando com a amostra B3131H funcionalizada com Pernamul e as GNPs, verificou-se uma melhoria na condutividade elétrica após a lavagem, adquirindo um valor substancialmente melhor que a obtida na outra amostra. Isto poderá ser devido à utilização do Pernamul, que poderá ser mais resistente à lavagem, o que promove a continuidade das GNPs na amostra.

4.3.2. Funcionalização da fita B4099B com GNPs Pernamul e Tecnivil, sua caracterização e avaliação das propriedades

Relativamente à impregnação da amostra de polipropileno B4099B com as GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul, sendo que os parâmetros utilizados para o processo de impregnação no *foulard*, forma os seguintes valores:

- ✓ **Peso da amostra seca:** 1,43g;
- ✓ **Peso da amostra húmida:** 2,40g;
- ✓ **Taxa de expressão (TE%):** 70%.

Após realizado o cálculo da TE%, efetuou-se o processo *dip-pad-dry*, nos mesmos parâmetros que as amostras B3131H. Depois de efetuado os 5 ciclos do processo de impregnação, e após uma eficaz secagem das amostras obtiveram-se os seguintes resultados como evidenciado na figura 64 e 65.

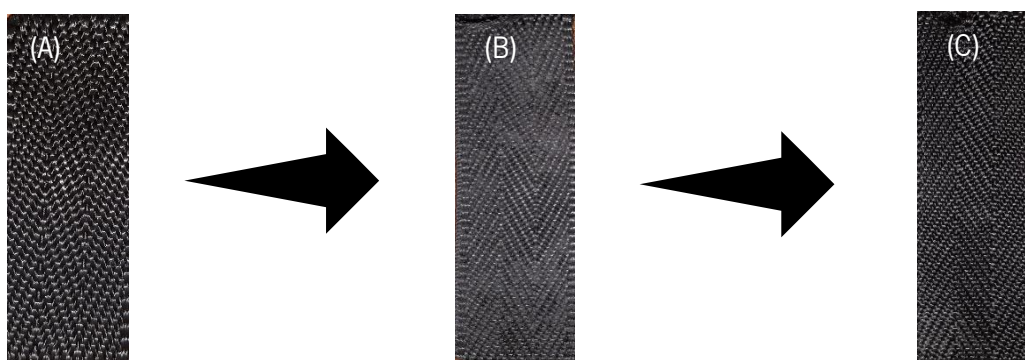


Figura 64. Resultados obtidos da amostra B4990B após a funcionalização com GNPs + Tecnivil: (A)- amostra B4099B controlo; (B)- amostra B4099B funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B4099B funcionalizada após lavagem;
Acervo próprio

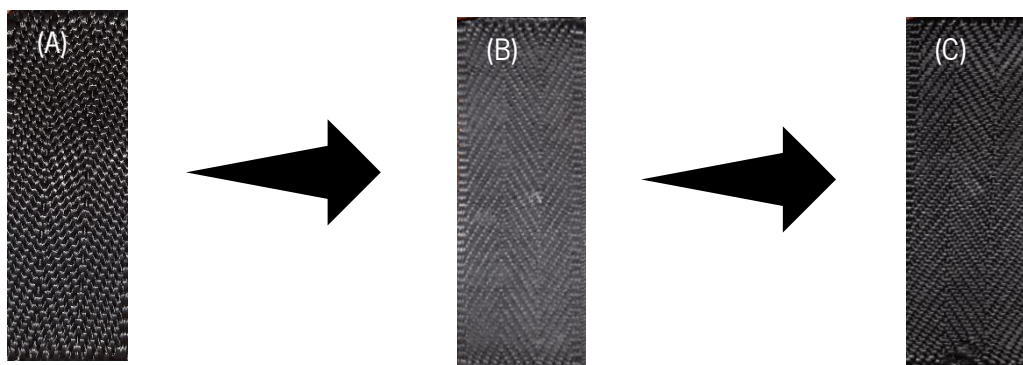


Figura 65. Resultados obtidos da amostra B4990B após a funcionalização com GNPs + Pernamul: (A)- amostra B4099B controlo; (B)- amostra B4099B funcionalizada antes da lavagem; (C)- amostra B4099B funcionalizada após lavagem; Acervo próprio

No que concerne às diferenças de cor denotadas pela amostra B4099B, antes e após a funcionalização com as GNPs e as formulações da empresa, bem como antes e após lavagem, os resultados obtidos estão demonstrados na tabela 23 e 24.

Tabela 23. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil, antes e após lavagem Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PP controlo	36,5	-0,8	-0,13	-0,24	-0,51	-0,67
PP + T +GNPs	35,7		-0,37		-1,18	
PP + T +GNPs com lavagem	35,5	-0,2	-0,36	0,01	-1,32	-0,14
ΔE PP controlo PP + T +GNPs	1,09					
ΔE PP + T +GNPs e PP + T +GNPs com lavagem	0,25					

Após a análise da tabela 23, constatou-se que as diferenças de cor na amostra B4099B após a funcionalização com as GNPs e o Tecnivil, comparativamente à amostra de controlo foi mínima visto que, obteve um valor ΔE de 1,09, sendo que a tonalidade da amostra funcionalizada ficou ligeiramente mais clara, verde e azul tal como verificado pelas coordenadas de cor. Após a lavagem a diferença entre as amostras B4099B funcionalizadas com as GNPs e o Tecnivil foi praticamente nula, visto que obtiveram um valor ΔE 0,25, provavelmente devido ao facto das

GNPs estarem eficazmente depositadas sobre o material cuja causa poderá ser devido ao uso do Tecnvil.

No que diz respeito às diferenças de cor da amostra B4099B funcionalizada com o Pernamul e as GNPs, os resultados foram os seguintes, como ilustrado na tabela 24.

Tabela 24. Resultados obtidos no *data color* da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Pernamul, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	L*	ΔL^*	a*	Δa^*	b*	Δb^*
PP controlo	36,5	-6,1	-0,13	0,44	-0,51	0,15
PP + P +GNPs	30,4		0,31		-0,36	
PP + P +GNPs com lavagem	21,4	-9	0,32	0,01	0,18	0,54
ΔE PP controlo PP + P +GNPs	6,12					
ΔE PP + P +GNPs e PP + P +GNPs com lavagem	9,03					

Relativamente ao ensaio de diferença de cor, verificou-se que a amostra após a funcionalização da amostra B4099B com o Pernamul e as GNPs obteve uma cor mais escura, confirmando uma possível deposição destes materiais, visto que se obteve um valor ΔE 6,12 conferindo assim uma cor mais escura, vermelha e amarela à amostra. Após a lavagem da mesma, constatou-se um aumento na diferença de cor conferindo-lhe uma tonalidade mais escura, o que não seria expetável, visto que a lavagem tem tendência a tornar mais branca a amostra, ou seja, mais idêntica ao controlo. Isto poderá ser devido ao facto da insuficiente lavagem após a o ensaio da resistência à lavagem, possibilitando que as GNPs se mantivessem na superfície do material, adulterando os posteriores resultados no *data color*.

No que diz respeito à análise da superfície da amostra B4099B de controlo e das funcionalizadas com GNPs + Pernamul e GNPs + Tecnvil, verificou-se os seguintes resultados no equipamento ATR-FTIR, como ilustrado nas figuras 66 e 67.

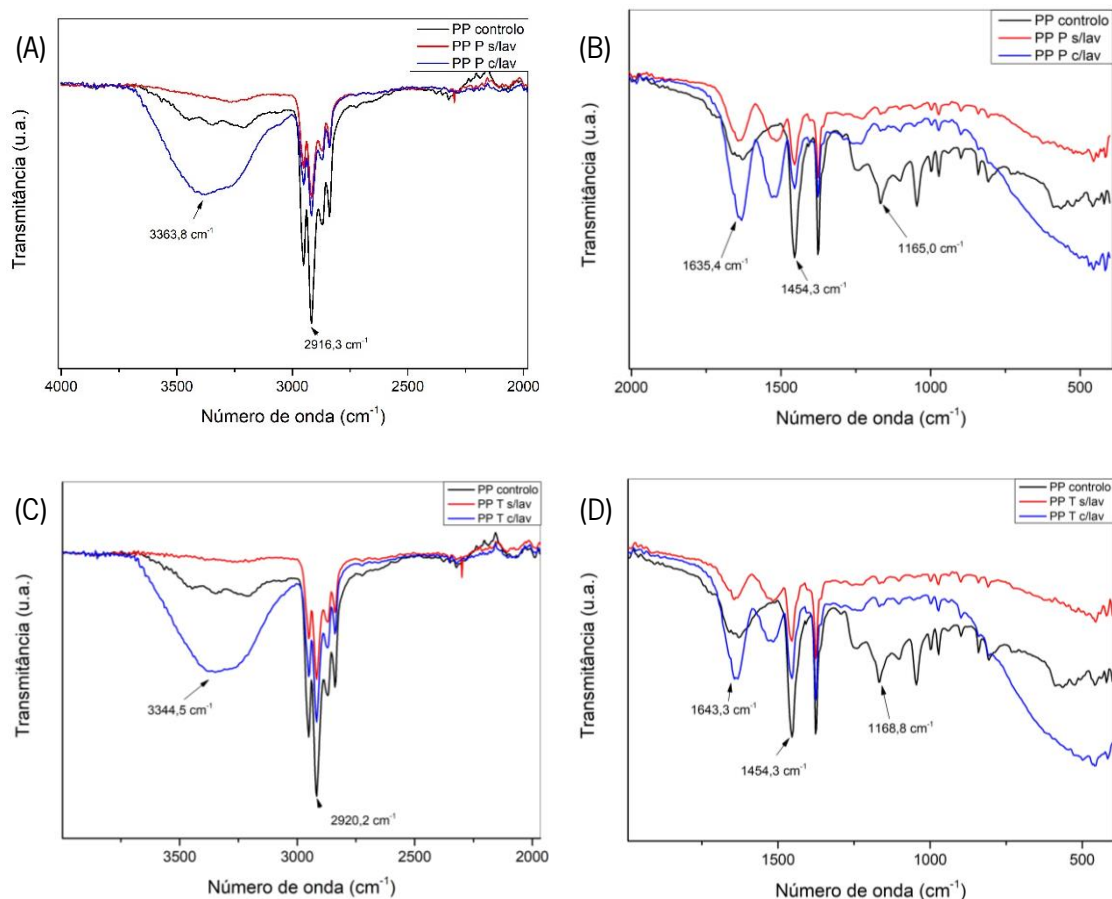


Figura 66. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Pernamul ampliado dos 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000-400 cm^{-1} ; (C) e (D)- Tecnivil 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000-400 cm^{-1}
Acervo próprio

Analisando a figura 66, constatou-se que a amostra B4099B contém grupos químicos que confirmam a natureza desta fita têxtil, classificando-a como polipropileno, visto que por volta dos $2920,2 \text{ cm}^{-1}$, corresponde ao estiramento dos grupos C-H_3 , presentes na cadeia polimérica deste polímero. No entanto, por volta dos $1454,3 \text{ cm}^{-1}$ e $1168,8 \text{ cm}^{-1}$, verificou-se a presença dos picos característicos do alongamento dos grupos C-H_2 , e *Rocking* dos grupos funcionais C-H_3 (Cran & Bigger, 2003) (Prasad, 2004) (Sakai & Sobue, 1972) (Luongo, 1960) (Caban, 2022). Relativamente à funcionalização da amostra B4099B com o Pernamul e com o Tecnivil, verificou-se pela análise da figura 66 (A) (B) (C) e (D), um aumento da banda que corresponde ao estiramento dos grupos O-H nas amostras que foram submetidas à lavagem, bem como o aparecimento de dois picos por volta dos $1643,3 \text{ cm}^{-1}$, possivelmente derivados das formulações utilizadas.

Relativamente às amostras funcionalizadas com as GNPs + Pernamul e GNPs + Tecnivil, os resultados obtidos no equipamento ATR-FTIR, encontram-se ilustrados na figura 67.

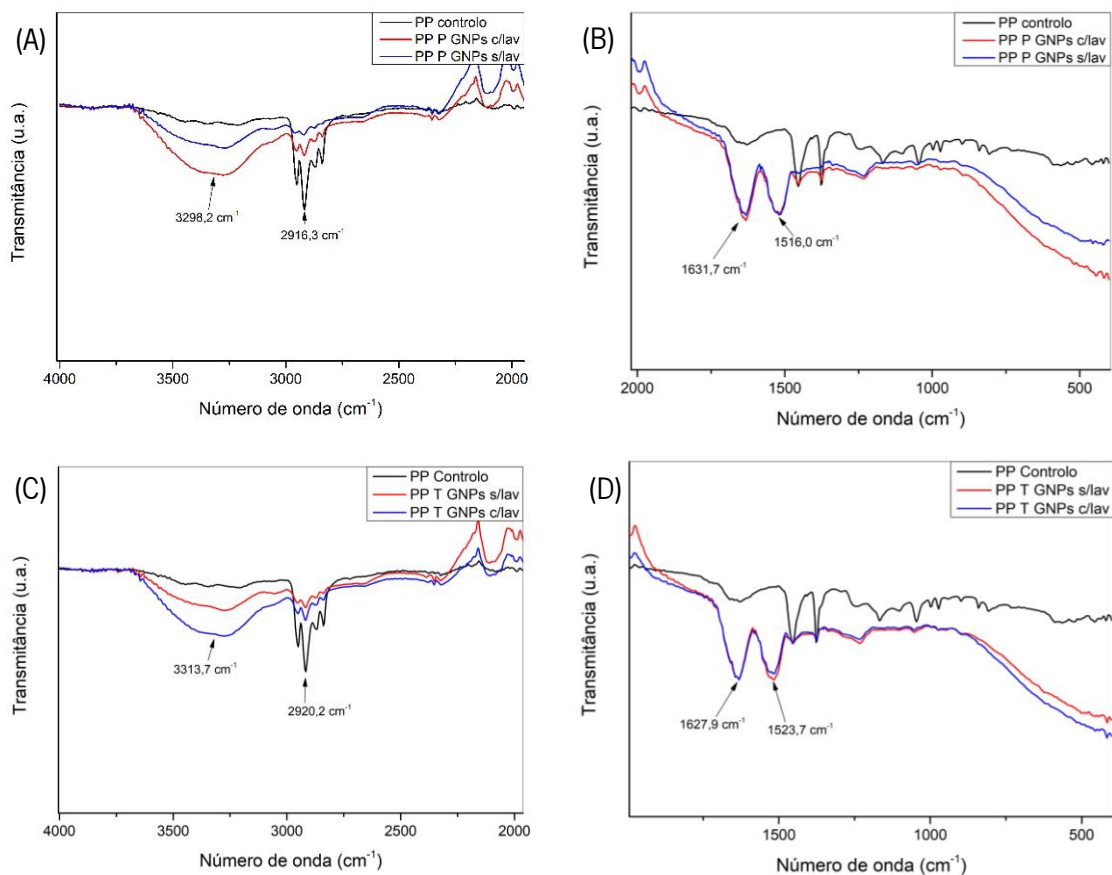


Figura 67. ATR-FTIR da amostra B313H funcionalizado com: (A) e (B)- Pernamul + GNPs ampliado dos 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000-400 cm^{-1} ; (C) e (D)- Tecnivil + GNPs 4000-2000 cm^{-1} e dos 2000-400 cm^{-1}

Acervo próprio

Pela análise do espectro das figuras 67 (A) e (C) verificou-se que, a amostra funcionalizada evidenciou o aparecimento de uma banda na amostra submetida à lavagem por volta dos 3313,7 cm^{-1} , devido ao estiramento dos grupos funcionais O-H sendo uma possível causa a insuficiente secagem da amostra após a lavagem. Analisando as figuras 67 (B) e (D), constatou-se a presença de dois picos por volta dos 1627,9 cm^{-1} e 1523,7 cm^{-1} , possivelmente devido à presença do Pernamul e do Tecnivil. Por fim, a presença das GNPs não foi possível confirmar, contudo alguns autores indicam que, quando o grafeno é depositado sobre um têxtil, a intensidade dos picos dos 1750 - 400 cm^{-1} diminui (Cao, Huang, & Wang, 2018). Tal facto verificou-se o que poderá confirmar uma possível deposição das GNPs na amostra B4099B.

No que diz respeito à degradação térmica da amostra B4099B de controlo, bem como das funcionalizadas com as GNPs + Tecnivil e as GNPs + Pernamul, os resultados obtidos encontram-se ilustrados nas figuras 68, 69 e 70.

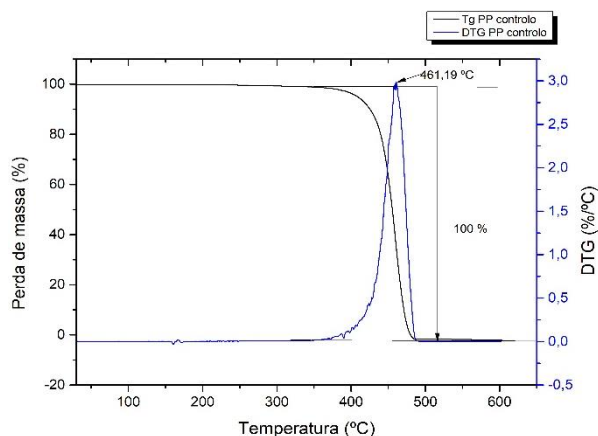


Figura 68. Resultados obtidos no ensaio da degradação térmica da amostra B4990B
Acervo próprio

Pela análise da figura 68, verificou-se que ocorreu uma perda de massa total da amostra B4099B, por volta dos 461,19 °C. O PP inicia a sua fase de degradação por volta dos 421 °C, sendo que a temperatura máxima correspondendo à degradação completa do polímero, ocorre por volta dos 475,7 °C (He, et al., 2013), desse modo confirmou-se por outro método de caracterização que a amostra B4099B é PP.

Relativamente às amostras funcionalizadas com as formulações da empresa, os resultados obtidos estão evidenciados na figura 69.

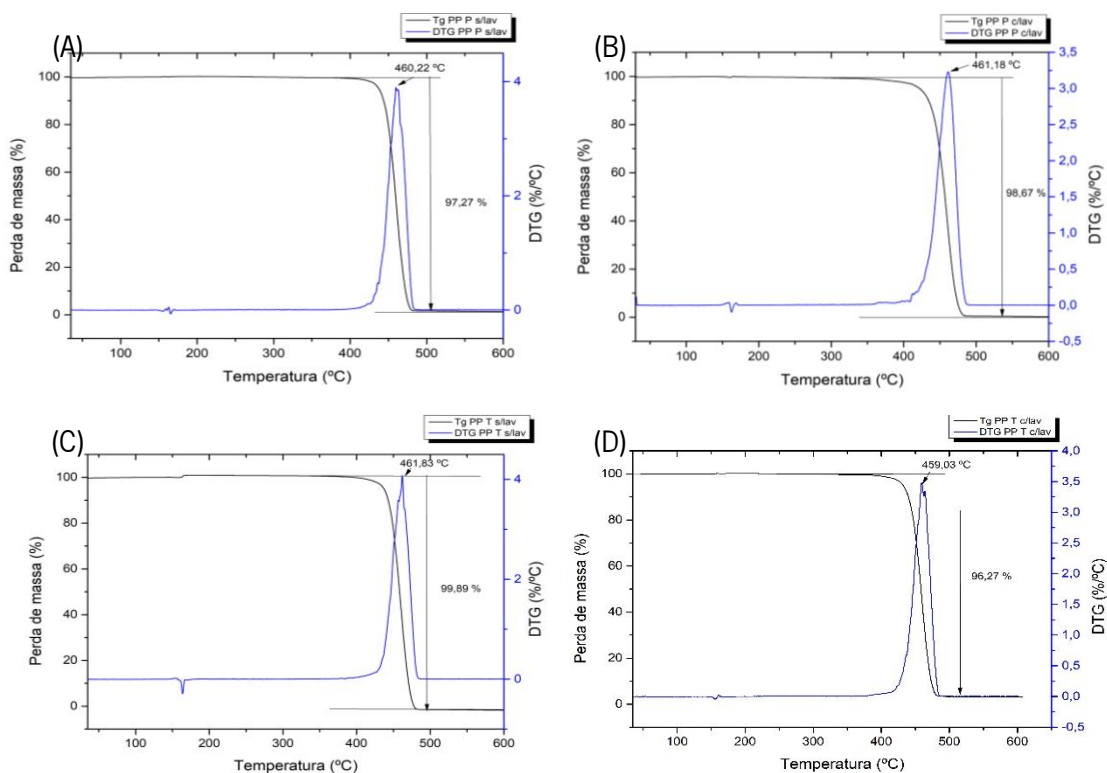


Figura 69. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul sem lavagem; (B)-Pernamul com lavagem; (C)-Tecnivil sem lavagem; (D)-Tecnivil com lavagem

Acervo próprio

Analisando a figura 69 (A), (B), (C) e (D), constatou-se que a temperatura máxima correspondida à total degradação da amostra manteve-se idêntica à amostra de controlo, possivelmente confirmando que a degradação das formulações da empresa tendo como três possíveis hipóteses: degradam-se com o PP; ou as quantidades utilizadas foram demasiado baixas para o equipamento detetar uma eventual degradação; ou a zona da amostra analisada poderia não conter em toda a sua área as formulações. Relativamente à perda de massa constatou-se que, em todas as amostras o valor foi superior a 95 %.

Por fim, relativamente às amostras B4099B funcionalizadas com as GNPs e com as formulações os resultados obtidos, estão demonstrados na figura 70.

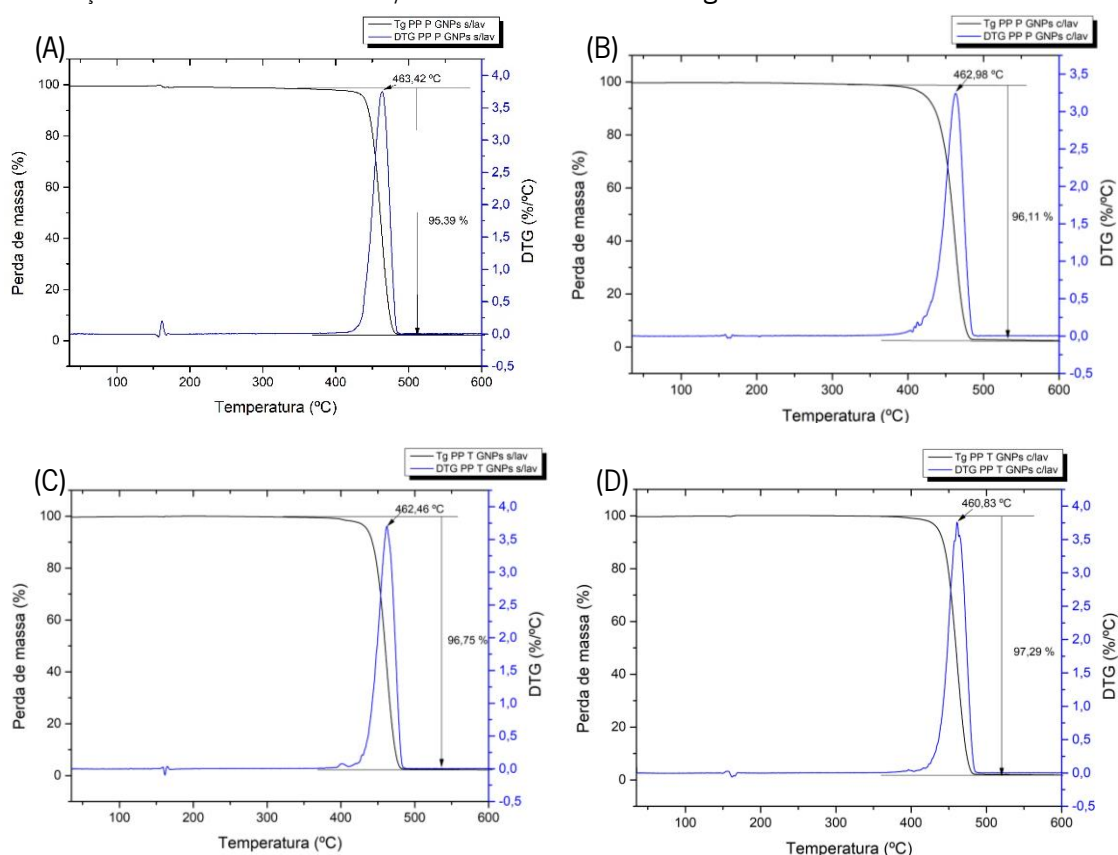


Figura 70. Resultados obtidos no ensaio de degradação térmica da amostra B3131H: (A)-Pernamul + GNPs sem lavagem; (B)-Pernamul + GNPs com lavagem; (C)- Tecnivil + GNPs sem lavagem; (D)-Tecnivil + GNPs com lavagem
Acervo próprio

Pela observação da figura 70 (A), (B), (C) e (D), verificou-se que a funcionalização das amostras B4099B com as formulações da empresa e com as GNPs, teve pouca influência no que concerne, ao aumento da temperatura máxima correspondida à degradação total da amostra. Os valores das perdas de massa da amostra foram similares aos valores das amostras apenas funcionalizadas com as formulações da empresa.

Relativamente às imagens obtidas pelo FESEM do substrato fibroso B4099B funcionalizado com as GNPs e o Tecnivil antes e após a lavagem, tendo sido os resultados ilustrados na figura 71.

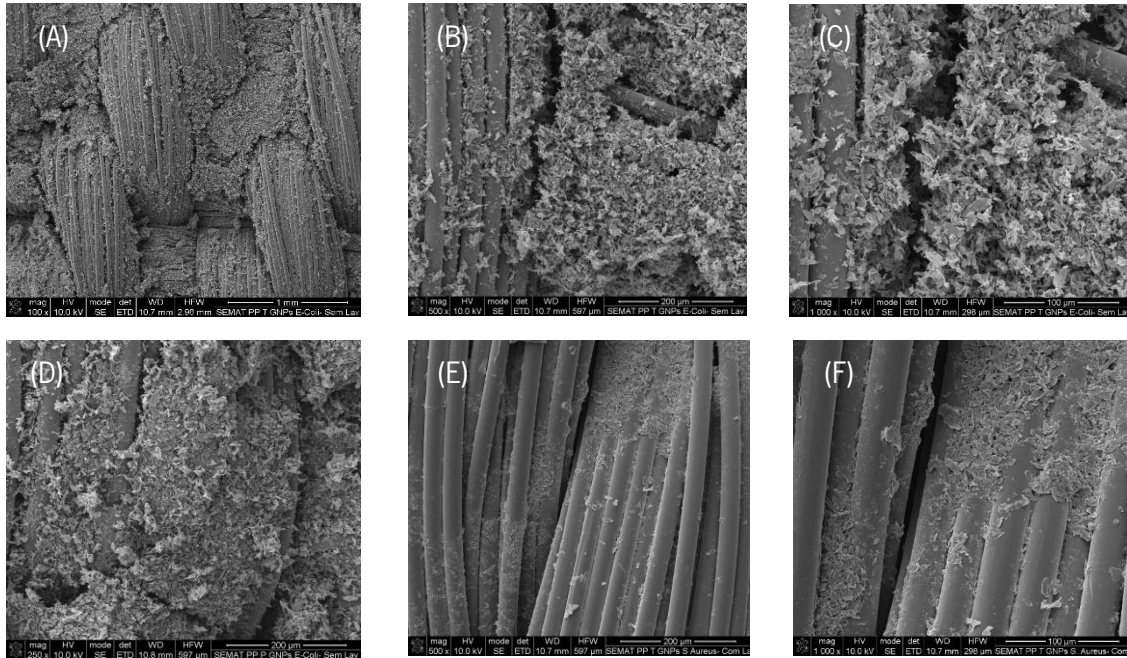


Figura 71. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Tecnivil e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 250, 500, 1000 respetivamente
Acervo próprio

Observando as figuras 71 (A), (B), (C), verificou-se que a funcionalização ocorreu de forma eficaz, visto que as GNPs se encontram depositadas uniformemente em praticamente toda a área da amostra analisada, algo que poderá ser devido à utilização do Tecnivil. Após a lavagem, constatou-se que a amostra ainda continha GNPs na sua estrutura como evidenciado na figura 71 (D), (E) e (F), evidenciando uma boa durabilidade do nanomaterial, o que mais uma vez poderá ser devido ao uso do Tecnivil.

Relativamente à amostra B4099B funcionalizada com as GNPs e o Pernamul, foram obtidas as seguintes imagens no FESEM.

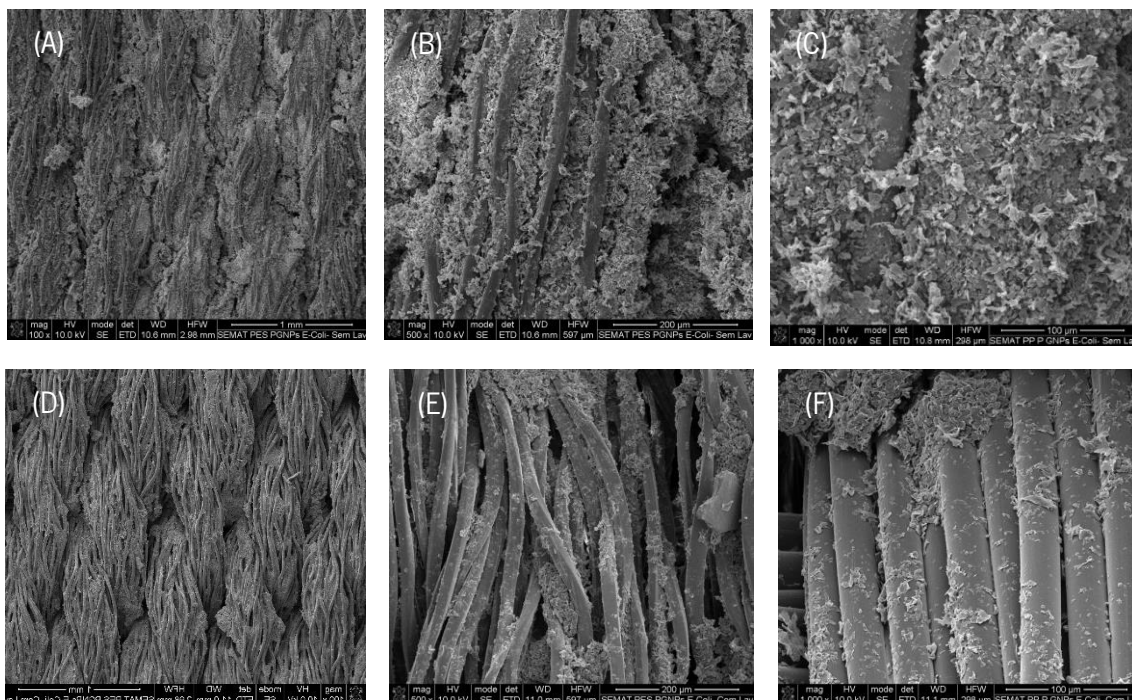


Figura 72. Imagens do FESEM da amostra B3131H funcionalizada com Pernamul e GNPs: (A) (B) e (C) - sem lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente; (D), (E), (F) - com lavagem com magnificações 100, 500, 1000 respetivamente
Acervo próprio

Analisando as imagens obtidas no FESEM ilustradas na figura 72 constatou-se que a funcionalização da amostra B4099B com Pernamul e GNPs ocorreu de forma eficaz, visto que existe uma quantidade significativa depositada sobre as mesmas. Contudo, após a lavagem verificou-se um decréscimo na quantidade de GNPs depositadas sobre o material, bem como o aparecimento de alguns aglomerados. A permanência das GNPs no material poderá ser devido ao uso do Pernamul, bem como poderá ter promovido o aparecimento de alguns aglomerados sendo necessário eventualmente, recorrer ao uso de agentes dispersantes.

Relativamente ao ensaio da atividade antibacteriana o substrato fibroso de PP evidenciou os seguintes resultados como ilustrado na figura 73.

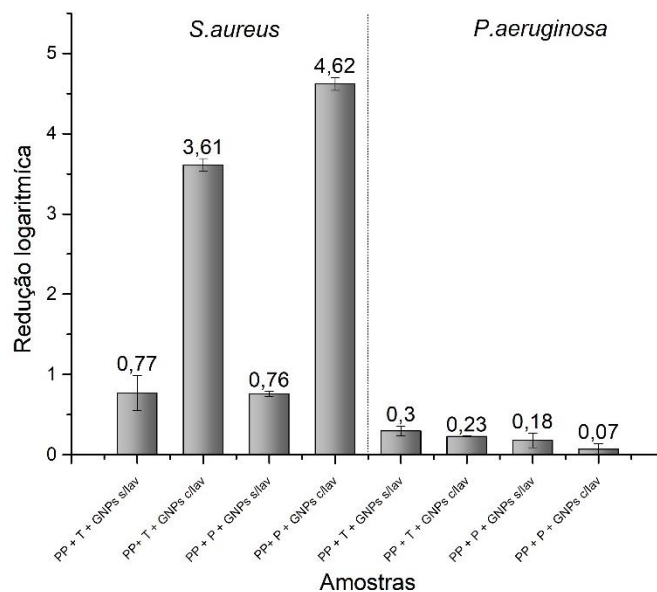


Figura 73. Redução logarítmica da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul antes e após lavagem
Acervo próprio

Analisando a figura 73 constatou-se que no caso da bactéria *S. aureus* a funcionalização da amostra B4099B com as GNPs e o Tecnivil bem como com GNPs e Pernamul, promoveram um ligeiro aumento na redução logarítmica sendo possivelmente devido ao uso das GNPs no substrato. Contudo após a lavagem, as amostras apresentaram um comportamento idêntico a um desinfetante moderado eliminando quase na totalidade as unidades formadoras de colónias, adquirindo assim uma redução logarítmica de 3,61, sendo a causa deste facto, o detergente atuar como o agente bactericida, ou a lavagem ter promovido um maior contacto entre as GNPs e a bactéria *S. aureus*.

Relativamente à bactéria *P. aeruginosa*, evidenciou-se um aumento na redução logarítmica, mas mais reduzido quando comparado com o da *S. aureus*, sendo uma possível razão a membrana celular da Gram-negativa. Verificou-se que após a lavagem a redução logarítmica diminuiu, possivelmente pela remoção de alguma quantidade de GNPs o que provoca uma diminuição na atividade antibacteriana.

No que concerne à condutividade elétrica da fita B4099B funcionalizada com as GNPs e o Tecnivil e as GNPs e o Pernamul, obtiveram-se os seguintes resultados como demonstrado na tabela 25.

Tabela 25. Resultados obtidos no ensaio da condutividade elétrica da amostra B4990B funcionalizada com GNPs + Tecnivil e GNPs + Pernamul, antes e após lavagem
Acervo próprio

Amostras	Resistência (Ω)	Área seccional (mm^2)	Distância entre os elétrodos (mm)	Condutividade Elétrica (Sm^{-1})
PP controlo	$1,00 \times 10^{10}$	27,9	10	$3,18 \times 10^{-8}$
PP + T + GNPs	44366	29,7	10	$7,59 \times 10^{-3}$
PP + T + GNPs c/lavagem	63650	28,9	10	$5,43 \times 10^{-3}$
PP + P + GNPs	5585,7	27,9	10	$6,42 \times 10^{-2}$
PP + P + GNPs c/lavagem	33793	28,0	10	$1,06 \times 10^{-2}$

A análise da tabela 25, permitiu evidenciar que a funcionalização do substrato fibroso B4099B com as GNPs e com o Tecnivil, promoveu um aumento na condutividade elétrica, comparativamente à amostra de controlo. Contudo após a lavagem do substrato fibroso funcionalizado, denotou um valor idêntico na condutividade elétrica sendo esta causa possivelmente devido ao facto do Tecnivil ter promovido eficazmente a adesão entre as GNPs e o substrato.

Relativamente à amostra funcionalizada com as GNPs e o Pernamul, evidenciou-se um aumento significativo na condutividade elétrica comparativamente à amostra de controlo, e uma melhoria considerável quando comparada com a amostra funcionalizada com GNPs e Tecnivil. Após a lavagem, ocorreu uma ligeira melhoria, o que se poderá dever ao facto do Pernamul promover uma maior adesão das GNPs à amostra.

5. Conclusão

O principal objetivo deste trabalho, foi a multifuncionalização dos substratos fibrosos fornecidos pela empresa Idepa, com o foco na obtenção de inúmeras propriedades nomeadamente, atividade antibacteriana e condutividade elétrica, tendo em conta a área de aplicação pretendida pela empresa. Desse modo, foi necessário incorporar nos substratos fibrosos, materiais à escala nanométrica que promovessem estas propriedades, visto que um substrato fibroso não tem a capacidade de fornecer estas propriedades sem a incorporação de nanopartículas metálicas e óxido metálicos, como também de nanomateriais à base de carbono.

Assim, constatou-se que substratos fibrosos fornecidos na primeira reunião pela empresa nomeadamente, o B4092A foi funcionalizado de forma eficaz uma vez que, a alteração da cor nas amostras funcionalizadas com as NPs Ag, NPs TiO₂ e com as GNPs foi claramente evidenciada, no que diz respeito ao ensaio do *datacolor*. No entanto, outros ensaios de caracterização comprovaram a presença das NPs Ag, NPs TiO₂ e as GNPs no substrato fibroso através do espectrofotómetro de UV com esfera integradora acoplada, denotando-se o aparecimento de bandas características. Já relativamente ao substrato fibroso B4855A, a presença das NPs e dos materiais à base de carbono, foram obtidos através do ensaio do *datacolor*, onde se constatou alterações na diferença de cor, indicando uma eventual deposição das NPs e das GNPs.

Relativamente às propriedades pretendidas, no que concerne à atividade antibacteriana a amostra com melhores resultados na redução logarítmica foi o substrato fibroso B4092A funcionalizado com as NPs Ag, devido ao facto da adesão das NPs ter sido extremamente eficaz. Por fim, relativamente à condutividade elétrica, a amostra B4092A funcionalizada com as GNPs foi a melhor apresentando um valor de $1,38 \times 10^{-1} \text{ Sm}^{-1}$.

O substrato fibroso B4855A, no que concerne às propriedades pretendidas, demonstrou não ser tao eficaz, sendo que em grande parte dos casos ocorre um ligeiro aumento na atividade antibacteriana e na condutividade elétrica. Assim, comparando os dois substratos fibrosos, o B4092A foi indubitavelmente o melhor para a funcionalização eficaz de todas as NPs e dos nano materiais à base de carbono, visto que possivelmente a estrutura celulósica deste substrato promove uma interação mais forte entre estes nanomateriais e o substrato fibroso, devido aos agentes estabilizadores e ligantes utilizados que se ligam por pontes de hidrogénio.

Tendo em conta os resultados obtidos, foi elaborada uma segunda reunião com a empresa e foi requerido apenas a funcionalização de materiais sintéticos com vista na obtenção de materiais condutores elétricos. Contudo, também foi requerido que os produtos da empresa nomeadamente o Pernamul e o Tecnivil, fossem aplicados na funcionalização dos substratos com os nanomateriais à base de carbono, de forma a verificar a influência dos mesmos na solução.

Posto isto, no caso do substrato fibroso B3131H, verificou-se uma possível deposição do Pernamul e o Tecnivil no substrato fibroso, visto que o ATR-FTIR comprovou diferenças nos espetros. Relativamente à deposição das GNPs neste substrato, quer no caso da funcionalização com Pernamul e com Tecnivil evidenciou-se uma eficaz deposição das GNPs no material como foi comprovado pelas imagens do FESEM. No entanto, constatou-se também a presença de alguns aglomerados, sendo possivelmente necessário utilizar algum agente dispersante, de forma a prevenir a formação dos aglomerados.

Relativamente à multifuncionalidade do substrato fibroso B313H, evidenciou-se que a funcionalização com as GNPs e Pernamul, promoveu um aumento no caso da condutividade elétrica comparativamente à amostra de controlo, obtendo um valor de $6,37 \times 10^{-2} \text{ Sm}^{-1}$ antes da lavagem e $1,11 \times 10^{-2} \text{ Sm}^{-1}$, pós lavagem.

Já no caso do substrato fibroso B4990B, foi comprovado a presença do Pernamul e do Tecnivil no substrato, tendo em conta as alterações no espetro do FTIR-ATR. Relativamente à deposição das GNPs o equipamento FESEM, evidenciou que o substrato fibroso se encontrava impregnado com as GNPs de forma eficaz, contudo verificou-se a formação de alguns aglomerados como na amostra anterior.

Relativamente à avaliação das propriedades do substrato fibroso B4099B, constatou-se que a melhor amostra é a funcionalizada com as GNPs e com o Pernamul, visto que evidenciou um aumento na condutividade elétrica comparativamente à amostra de controlo, adquirindo um valor antes e após lavagem de $6,42 \times 10^{-2} \text{ Sm}^{-1}$ e $1,06 \times 10^{-2} \text{ Sm}^{-1}$ respetivamente. Assim o uso das formulações da empresa, promoveu um aumento na durabilidade dos materiais visto que os valores da condutividade elétrica se mantiveram praticamente idênticos antes e após lavagem.

Em suma, a funcionalização dos materiais fornecidos pela empresa foi bem-sucedida podendo estes processos serem exequíveis a nível industrial. Contudo alguns aspetos necessitam

de ser melhorados e estudados de forma a garantir uma maior eficácia na multifuncionalização dos materiais têxteis.

5.1. Tarefas propostas para o futuro

Após a realização deste trabalho, verificou-se que é necessário melhorar determinados parâmetros no que diz respeito à funcionalização dos substratos fibrosos de forma a se obterem melhores resultados.

Primeiramente referir que, diferentes concentrações de Pernamul e Tecnilil deveriam ser utilizadas, com o principal objetivo testar a influência na adesão das GNPs aos substratos fibrosos, avaliando posteriormente as propriedades pretendidas, nomeadamente a atividade antibacteriana visto que o substrato fibroso B3131H e B4099B não obtiveram essa propriedade. Outra proposta seria utilizar as formulações da empresa juntamente com as NPs Ag e TiO₂, de forma a verificar se a durabilidade destas nanopartículas poderia ser aumentada.

Por fim, relativamente ao processo de impregnação reduzir a quantidade de ciclos, de forma a otimizar o processo e torná-lo mais exequível. Posteriormente seria necessário analisar os efeitos que, poderá ter a otimização do processo nas propriedades dos substratos fibrosos funcionalizados.

Referências bibliográficas

- Abdelghaffar, R. A., Hamoda, D. M., & Elgohary, D. H. (10 de novembro de 2021). The Journal of The Textile Institute Vol.113. *Surface coatings of polyester fabrics using titanium dioxide and zinc oxide for multifunctional medical applications*, pp. 2621-2633. doi:<https://doi.org/10.1080/00405000.2021.2001892>
- Abid, M., Bouattour, S., Conceição, D. S., & Ferraria, A. M. (janeiro de 2016). RSC Advances. *Hybrid cotton-anatase prepared under mild conditions with high photocatalytic activity under sunlight*. doi:10.1039/C6RA10806G
- Abinaya, S., Kavitha, H. P., Prakash, M., & Muthukrishnaraj, A. (abril de 2021). Sustainable Chemistry and Pharmacy. *Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles and its applications: A review*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scp.2020.100368>
- Agnihotri, S., Mukherji, S., & Mukherji, S. (2014). RSC Advances. *Size-controlled silver nanoparticles synthesized over the range 5–100 nm using the same protocol and their antibacterial efficacy*. Obtido de <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/RA/C3RA44507K>
- Aizenshtein, E. M. (27 de março de 2009). Fibre Chemistry Vol.40. *Polypropylene fibres and yarns in the current state of development*, pp. 399-405. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10692-009-9087-0>
- Akhavan Sadr, F., & Montazer, M. (6 de outubro de 2013). Ultrasonics Sonochemistry Vol.21. *In situ sonosynthesis of nano TiO₂ on cotton fabric*, pp. 681-691. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2013.09.018>
- Alavi, M. A., & Morsali, A. (24 de março de 2010). Journal of Experimental Nanoscience Vol.5. *Ultrasonic-assisted synthesis of Ca(OH)₂ and CaO nanostructures*, pp. 93-105. doi:<https://doi.org/10.1080/17458080903305616>
- Allehyani, E. S., Almulaiky, Y. Q., Al-Harbi, S., & El-Shishtawy, R. M. (10 de setembro de 2022). Polymers Vol.14. *In Situ Coating of Polydopamine-AgNPs on Polyester Fabrics Producing Antibacterial and Antioxidant Properties*. doi:<https://doi.org/10.3390/polym14183794>
- Altammar, K. A. (17 de abril de 2023). Frontiers in Microbiology Vol.14. *A review on nanoparticles: characteristics, synthesis, applications, and challenges*. doi:10.3389/fmicb.2023.1155622
- Alvarez-Amparán, M. A., Martínez-Cornejo, V., Cedeño-Caero, L., Hernández-Hernández, K. A., Cadena-Nava, R. D., Alonso-Núñez, G., & Moyado, S. F. (15 de setembro de 2022). Applied Nanoscience Vol.12. *Characterization and photocatalytic activity of TiO₂ nanoparticles on cotton fabrics, for antibacterial masks*, pp. 4019-4032. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s13204-022-02634-z>
- Anantharaman, A., Ramalakshmi, S., & George, M. (outubro de 2016). Int. Journal of Engineering Research and Application Vol.6. *Green Synthesis of Calcium Oxide Nanoparticles and Its Applications*, pp. 27-31. Obtido de <https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/49563247/E06101027031-libre.pdf?1476350222=&response-content->

disposition=inline%3B+filename%3DGreen_Synthesis_of_Calcium_Oxide_Nanopar.pdf&Expires=1696778918&Signature=JELBcgQHsZp2IGuTbrfY65vXBriJtsQpkem5EjuEfQxvLglBq

- Anh, N. N., Chuc, N. V., Thang, B. H., Nhat, P. V., Hao, N. V., Phuong, D. D., . . . Trinh, P. V. (17 de maio de 2020). Global Challenges Vol.4. *Solar Cell Based on Hybrid Structural SiNW/Poly(3,4 ethylenedioxythiophene): Poly(styrenesulfonate)/Graphene*. doi:<https://doi.org/10.1002/gch2.202000010>
- Aqel, A., Abou El-Nour, K. M., Ammar, R. A., & Al-Warthan, A. (janeiro de 2012). Arabian Journal of Chemistry Vol.5. *Carbon nanotubes, science and technology part (I) structure, synthesis and characterisation*, pp. 1-23. doi:<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2010.08.022>
- Araújo, J. C., Ferreira, D. P., Teixeira, P., & Fangueiro, R. (9 de novembro de 2020). Cellulose 28. *In-situ synthesis of CaO and SiO₂ nanoparticles onto jute fabrics: exploring the multifunctionality*, pp. 1123-1138. doi:10.1007/s10570-020-03564-1
- Araújo, J. C., Teixeira, P., Fangueiro, R., & Ferreira, D. P. (17 de maio de 2022). Cellulose 29. *Multifunctional natural fibers: the potential of core shell MgO–SiO₂ nanoparticles*, pp. 5659-5676.
- Araújo, J., Ferreira, D., & Fangueiro, R. (10 de agosto de 2021). Polymers 13. *Protective Multifunctional Fibrous Systems Based on Natural Fibers and Metal Oxide Nanoparticles*, p. 25.
- Arruda, L. M., Moreira, I. P., Sanivada, U. K., Carvalho, H., & Fangueiro, R. (26 de julho de 2022). Materials Vol.15. *Development of Piezoresistive Sensors Based on Graphene Nanoplatelets Screen-Printed on Woven and Knitted Fabrics: Optimisation of Active Layer Formulation and Transversal/Longitudinal Textile Direction*. doi:<https://doi.org/10.3390/ma15155185>
- Ashraf, M., Hussain, T., Riaz, S., & Hussain, M. T. (22 de abril de 2019). Cellulose. *Modification of silica nanoparticles to develop highly durable superhydrophobic and antibacterial cotton fabrics*, pp. 5159-5175. doi:<https://doi.org/10.1007/s10570-019-02440-x>
- Balandin, A. A., Ghosh, S., Bao, W., Calizo, I., Tweldebrhan, D., Miao, F., & Lau, C. N. (20 de fevereiro de 2008). Nano Letters Vol.8. *Superior Thermal Conductivity of Single-Layer Graphene*, pp. 902-907. Obtido de <https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/nl0731872>
- Bharathiraja, B., Sutha, M., Sowndarya, K., Chandran, M., Yuvaraj, D., & Kumar, R. P. (30 de novembro de 2017). Advances in Internal Combustion Engine Research. *Calcium Oxide Nanoparticles as An Effective Filtration Aid for Purification of Vehicle Gas Exhaust*, pp. 181-192. Obtido de https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-981-10-7575-9_9
- Biswas, A., Bayer, I. S., Biris, A. S., Wang, T., Dervishi, E., & Faupel, F. (15 de janeiro de 2012). Advances in Colloid and Interface Science Vol.170. *Advances in top-down and bottom-up surface nanofabrication: Techniques, applications & future prospects*, pp. 2-27. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cis.2011.11.001>
- Boland, C. S., Khan, U., Backes, C., O'Neill, A., McCauley, J., Duane, S., . . . Coleman, J. N. (6 de agosto de 2014). ACS Nano. *Sensitive, High-Strain, High-Rate Bodily Motion Sensors*

Based on Graphene–Rubber Composites, pp. 8819-8830.
doi:<https://doi.org/10.1021/nn503454h>

- Boticas, I., Dias, D., Ferreira, D. P., Magalhães, P., Silva, R., & Fangueiro, R. (novembro de 2019). SN Applied Sciences. *Superhydrophobic cotton fabrics based on ZnO nanoparticles*. doi:<https://link.springer.com/article/10.1007/s42452-019-1423-2>
- Busani, T., & Devine, R. A. (18 de julho de 2005). *Semiconductor Science and Technology* Vol.20. *Dielectric and infrared properties of TiO2 films containing anatase and rutile*. doi:10.1088/0268-1242/20/8/043
- Caban, R. (15 de setembro de 2022). *Journal of Molecular Structure* Vol. 1264. *FTIR-ATR spectroscopic, thermal and microstructural studies on polypropylene-glass fiber composites*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2022.133181>
- Calderón-Jiménez, B., Johnson, M. E., Bustos, A. R., Murphy, K. E., Winchester, M. R., & Baudrit, J. R. (21 de fevereiro de 2017). *Fornt. Chem.* Vol.5. *Silver Nanoparticles: Technological Advances, Societal Impacts, and Metrological Challenges*. doi:<https://doi.org/10.3389/fchem.2017.00006>
- Cao, J., Huang, Z., & Wang, C. (15 de maio de 2018). *Applied Surface Science* Vol. 440. *Natural printed silk substrate circuit fabricated via surface modification using one step thermal transfer and reduction graphene oxide*, pp. 177-185. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.01.094>
- Cao, X., Ding, B., Yu, J., & Al-Deyab, S. S. (1 de outubro de 2012). *Carbohydrate Polymers* Vol.90. *Cellulose nanowhiskers extracted from TEMPO-oxidized jute fibers*, pp. 1075-1080. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.06.046>
- Carrott, S. P., & Ribeiro Carrot, M. M. (setembro de 2007). *Bioresource Technology* Vol.98. *Lignin – from natural adsorbent to activated carbon: A review*, pp. 2301-2312. doi:<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.08.008>
- Cataldi, P., Athanassiou, A., & Bayer, I. S. (23 de agosto de 2018). *Journals Applied Sciences* Vol.8. *Graphene Nanoplatelets-Based Advanced Materials and Recent Progress in Sustainable Applications*. doi:<https://doi.org/10.3390/app8091438>
- Çeven, E. K., & Gunaydin, G. K. (2023). 1st International Conference on Trends in Advanced Research. *Global Trends for Fibre Production and Marketing*. Konya, Turquia: All Sciences Proceedings. Obtido de https://www.google.com/url?sa=i&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&cad=rja&uact=8&ved=0CBsQw7AJahcKEwj4yq6biciBAxUAAAAAHQAAAAQAw&url=https%3A%2F%2Fas-proceeding.com%2Findex.php%2Fictar%2Farticle%2Fdownload%2F218%2F166&psig=AOvVaw1I4LNUrirr0EHv7p_KcZP&ust=16
- Chavali, M. S., & Nikolova, M. P. (20 de maio de 2019). SN Applied Sciences. *Metal oxide nanoparticles and their applications in nanotechnology*. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s42452-019-0592-3>
- Chen, J., Zhan, Y., Wang, Y., Han, D., Tao, B., Luo, Z., . . . Cao, F. (15 de outubro de 2018). *Acta Biomaterialia*. *Chitosan/silk fibroin modified nanofibrous patches with mesenchymal stem*

- cells prevent heart remodeling post-myocardial infarction in rats*, pp. 154-168.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.09.013>
- Chen, S., Zhang, S., Galluzzi, M., Li, F., Zhang, X., Yang, X., . . . Huang, P. (15 de fevereiro de 2019). *Chemical Engineering Journal. Insight into multifunctional polyester fabrics finished by one-step eco-friendly strategy*, pp. 634-642. Obtido de <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1385894718320187?via%3Di> hub
- Cheng, D., He, M., Ran, J., Cai, G., Wu, J., & Wang, X. (9 de dezembro de 2017). *Environmental Humanities: Transformation, Governance, Ethics, Law. In situ reduction of TiO2 nanoparticles on cotton fabrics through polydopamine templates for photocatalysis and UV protection*, pp. 1413-1424. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10570-017-1606-1>
- Chung, D. D. (26 de julho de 2015). *Journals of Materials Science Vol.51. A review of exfoliated graphite*, pp. 554-568. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-015-9284-6>
- Çiplak, Z., Yildiz, N., & Çalimli, A. (10 de setembro de 2014). *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures Vol.23. Investigation of Graphene/Ag Nanocomposites Synthesis Parameters for Two Different Synthesis Methods*. doi:<https://doi.org/10.1080/1536383X.2014.894025>
- Costa, S. M., Ferreira, D. P., Ferreira, A., Vaz, F., & Fangueiro, R. (19 de dezembro de 2018). *Nanomaterials, 8. Multifunctional Flax Fibres Based on the Combined Effect of Silver and Zinc Oxide (Ag/ZnO) Nanostructures*. doi:<https://doi.org/10.3390/nano8121069>
- Cran, M. J., & Bigger, S. W. (agosto de 2003). *Applied Spectroscopy Vol. 57. Quantitative Analysis of Polyethylene Blends by Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. doi:<https://doi.org/10.1366/000370203322258887>
- Dalapati, G. K., Masudy-Panah, S., Moakhar, R. S., Chakraborty, S., Gosh, S., Kushwaha, A., . . . Ramakrishna, S. (24 de janeiro de 2020). *Global Challenges Vol.4. Nanoengineered Advanced Materials for Enabling Hydrogen Economy: Functionalized Graphene-Incorporated Cupric Oxide Catalyst for Efficient Solar Hydrogen Production*. doi:<https://doi.org/10.1002/gch2.201900087>
- Danish, M., Mumtaz, M. W., Fakhar, M., & Rashid, U. (abril de 2016). *Chiang Mai Journal of Science. Response Surface Methodology: An Imperative Tool for the Optimized Purification of the Residual Glycerol from Biodiesel Production Process*. Obtido de https://www.researchgate.net/publication/299942260_Response_Surface_Methodology_An_Imperative_Tool_for_the_Optimized_Purification_of_the_Residual_Glycerol_from_Biodiesel_Production_Process
- Das, B., Moumita, S., Ghosh, S., Khan, M. I., Indira, D., Jayabalan, R., . . . Balasubramanian, P. (18 de maio de 2018). *Materials Science and Engineering Vol.91. Biosynthesis of magnesium oxide (MgO) nanoflakes by using leaf extract of Bauhinia purpurea and evaluation of its antibacterial property against Staphylococcus aureus*, pp. 436-444. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.05.059>

- Din, M. I., & Rehan, R. (24 de maio de 2016). *Analytical Letters* Vol.50. *Synthesis, Characterization, and Applications of Copper Nanoparticles*, pp. 50-62. doi:<https://doi.org/10.1080/00032719.2016.1172081>
- Ding, F., Zhang, S., Chen, X., Li, R., & Ren, x. (4 de março de 2022). *Composites Part B: Engineering* Vol.235. *PET fabric treated with environmental-friendly phosphorus-based compounds for enhanced flame retardancy, thermal stability and anti-dripping performance*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109791>
- Djebara, M.; Stoquert, J.; Abdesselam, M.; Muller, D.; Chami, A.;. (1 de março de 2012). Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B-beam Interactions With Materials and Atoms. *FTIR analysis of polyethylene terephthalate irradiated by MeV He*. Obtido de <https://www.semanticscholar.org/paper/FTIR-analysis-of-polyethylene-terephthalate-by-MeV-Djebara-Stoquert/41f776d676f394a8fd95eac81fa3df85104b91a7>
- Du, J., Tang, J., Xu, S., Ge, J., Dong, Y., Li, H., & Jin, M. (outubro de 2018). *Regulatory Toxicology and Pharmacology* Vol.98. *A review on silver nanoparticles-induced ecotoxicity and the underlying toxicity mechanisms*, pp. 231-239. doi:<https://doi.org/10.1016/j.yrtph.2018.08.003>
- El-Naggar, M. E., Shaarawy, S., Abdel-Aziz, M. S., El Moneim Katry, H. A., & Youssef, A. M. (18 de março de 2022). *Luminescence* Vol.37. *Functionalization of cotton fabrics with titanium oxide doped silver nanoparticles: Antimicrobial and UV protection activities*, pp. 854-864. doi:<https://doi.org/10.1002/bio.4229>
- Fahmy, A., El-Zomrawy, A., Saeed, A. M., Sayed, A. Z., El-Arab, M. A., & Friedrich, J. (21 de novembro de 2016). *Journal of Adhesion Science and Technology* Vol.31. *One-step synthesis of silver nanoparticles embedded with polyethylene glycol as thin films*, pp. 1422-1440. doi:<https://doi.org/10.1080/01694243.2016.1259728>
- Fal, J., Sobczak, Jolanta, Stagracyński, R., Estellé, P., & Zyla, G. (29 de abril de 2022). *Powder Technology* Vol. 404. *Electrical conductivity of titanium dioxide ethylene glycol-based nanofluids: Impact of nanoparticles phase and concentration*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117423>
- Falkovsky, L. A. (julho de 2008). *Journal of Physics: Conference Series* Vol.129. *Optical properties of graphene*. Obtido de <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/129/1/012004/meta>
- Fang, D. D. (2018). *Cotton Fiber: Physics, Chemistry and Biology*. Springer. doi:<https://doi.org/10.1007/978-3-030-00871-0>
- Feng, J., Hontañón, E., Blanes, M., Meyer, J., Guo, X., Santos, L., . . . Biskos, G. (19 de maio de 2016). *ACS Applied Materials & Interfaces*. *Scalable and Environmentally Benign Process for Smart Textile Nanofinishing*, pp. 14756-14765. doi:<https://doi.org/10.1021/acsami.6b03632>
- Ferreira, D. P., Conceição, D. S., Calhelha, R. C., Sousa, T., Socoteanu, R., Ferreira, I. F., & Veira Ferreira, L. F. (20 de outubro de 2016). *Carbohydrate Polymers*. *Porphyrin dye into biopolymeric chitosan films for localized photodynamic therapy of cancer*, pp. 160-171. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.060>

- Ferreira, D. P., Costa, S. M., Felgueiras, H. P., & Fanguero, R. (15 de julho de 2019). Key Engineering Materials Vol.812. *Smart and Sustainable Materials for Military Applications Based on*, pp. 66-74.
- Ferreira, D. P., Fanguero, R., & A. F. (11 de janeiro de 2018). Polymers Vol.10. *Searching for Natural Conductive Fibrous Structures via a Green Sustainable Approach Based on Jute Fibers and Silver Nanoparticles*. doi:10.3390/polym1001006
- Fouda, A., Hassan, S. E.-D., Saied, E., & Hamza, M. F. (20 de março de 2021). Journal of Environmental Chemical Engineering Vol.9. *Photocatalytic degradation of real textile and tannery effluent using biosynthesized magnesium oxide nanoparticles (MgO-NPs), heavy metal adsorption, phytotoxicity, and antimicrobial activity*. doi:https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105346
- Geim, A. K. (19 de junho de 2009). Science Vol.324. *Graphene: Status and Prospects*, pp. 1530-1534. Obtido de https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1158877
- Geim, A. K., & Novoselov, K. S. (março de 2007). Nature Materials (6). *The rise of graphene*, pp. 183-191. Obtido de https://www.nature.com/articles/nmat1849
- Ghanta, S. R., & Muralidharan, K. (23 de maio de 2013). Journal of Nanoparticle Research Vol.15. *Chemical synthesis of aluminum nanoparticles*. Obtido de https://link.springer.com/article/10.1007/s11051-013-1715-1
- Gopinath, A., & Krishna, K. (25 de agosto de 2018). Journal of Chemical Technology and Biotechnology. *Dual role of chemically functionalized activated carbon fibres: investigation of parameters influencing the degradation of organophosphorus compounds and antibacterial behaviour*, pp. 611-617. doi:https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/jctb.5808
- Gu, X., Raghavan, D., Nguyen, T., VanLandingham, M., & Yebassa, D. (2001). Polymer Degradation and Stability Vol. 74. *Characterization of polyester degradation using tapping mode atomic force microscopy: exposure to alkaline solution at room temperature*, pp. 139-149. doi:https://doi.org/10.1016/S0141-3910(01)00138-0
- Güler, Ö., & Bağcı, N. (31 de janeiro de 2020). Journal of Materials Research and Technology Vol.9. *A short review on mechanical properties of graphene reinforced metal matrix composites*, pp. 6808-6833. doi:https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.077
- Gunathilake, C., & Jaroniec, M. (2016). Journal of Materials Chemistry A 4. *Mesoporous calcium oxide-silica and magnesium oxide-silica composites for CO₂ capture at ambient and elevated temperatures*, pp. 10914-10924. doi:https://doi.org/10.1039/C6TA03916B
- Hassan, F. K., Pervez, M. N., Talukder, M. E., Sultana, M. Z., Mahmud, S., Meraz, M. M., . . . Genyang, C. (8 de abril de 2019). Nanomaterials Vol.9. *A Novel Coloration of Polyester Fabric through Green Silver Nanoparticles (G-AgNPs@PET)*. doi:https://doi.org/10.3390/nano9040569
- Hatamie, A., Khan, A., Golabi, M., Turner, A. P., Beni, V., Mak, W. C., . . . Willander, M. (15 de setembro de 2015). Langmuir. *Zinc Oxide Nanostructure-Modified Textile and Its*

- Application to Biosensing, Photocatalysis, and as Antibacterial Material*, pp. 10913-10921. doi:<https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.5b02341>
- He, Q., Yuan, T., Zhang, X., Luo, Z., Haldolaarachchige, N., Sun, L., . . . Guo, Z. (15 de março de 2013). *Macromolecules* Vol.46. *Magnetically Soft and Hard Polypropylene/Cobalt Nanocomposites*; pp. 2357-2368. Obtido de <https://composites.utk.edu/papers%20in%20pdf/ma4001397.pdf>
- Herlekar, M., Barve, S., & Kumar, R. (2 de outubro de 2014). *Journal of Nanoparticles* Vol. 2014. *Review Article- Plant-Mediated Green Synthesis of Iron Nanoparticles*. doi:<http://dx.doi.org/10.1155/2014/140614>
- Hiremath, V., Shavi, R., & Seo, J. G. (10 de março de 2017). *Journal of Colloid and Interface Science* Vol.498. *Mesoporous magnesium oxide nanoparticles derived via complexation-combustion for enhanced performance in carbon dioxide capture*, pp. 55-63. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jcis.2017.03.046>
- Hoang, H. T., Sertsova, A. A., Marakulin, S. I., Subcheva, E. N., Zaitseva, M. P., & Yurtov, E. V. (16 de novembro de 2018). *Russian Journal of Inorganic Chemistry. Manufacture of Magnesium Oxide Nanoparticles Coated with Silica Shells*, pp. 1414-1418. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1134/S0036023618110074>
- Hu, Y., Wang, Y., Zhang, X., Qian, J., Xing, X., & Wang, X. (3 de janeiro de 2020). *Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry* Vol.57. *Synthesis of poly(ethylene terephthalate) based on glycolysis of waste PET fiber*, pp. 430-438. doi:<https://doi.org/10.1080/10601325.2019.1709498>
- Hussain, C. M. (2020). *Handbook of Functionalized Nanomaterials for Industrial Applications*. Obtido de <https://www.sciencedirect.com/book/9780128167878/handbook-of-functionalized-nanomaterials-for-industrial-applications>
- Ibrahim, K. S. (31 de julho de 2013). *Carbon letters* Vol.14. *Carbon nanotubes-properties and applications: a review*, pp. 131-144. doi:<https://doi.org/10.5714/CL.2013.14.3.131>
- Idepa. (2022). *Nossos produtos*. Obtido de Idepa: <https://www.idepa.com/?lang=pt>
- Ihsanullah, Abbas, A., Al-Amer, A. M., Laoui, T., Almarri, M., Nasser, M., . . . Atieh, M. A. (2015). *Separation and Purification Technology. Heavy metal removal from aqueous solution by advanced carbon nanotubes: critical review of adsorption applications*.
- Irshad, M. A., Nawaz, R., Rehman, M. Z., Adrees, M., Rizwan, M., Ali, S., . . . Tasleem, S. (1 de abril de 2021). *Ecotoxicology and Environmental Safety* Vol.212. *Synthesis, characterization and advanced sustainable applications of titanium dioxide nanoparticles: A review*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2021.111978>
- Jadoun, S., Verma, A., & Arif, R. (4 de março de 2020). *Frontiers of Textile Materials: Polymers, Nanomaterials, Enzymes, and Advanced Modification Techniques. Modification of Textiles via Nanomaterials and Their Applications*. doi:<https://doi.org/10.1002/9781119620396.ch6>
- Jaffe, M., & Menczel, J. (2020). *Thermal Analysis of Textiles and Fibers (The Textile Institute Book Series)*. Woodhead Publisher. Obtido em 11 de agosto de 2023

- Jamkhande, P. G., Ghule, N. W., Bamer, A. H., & Kalaskar, M. G. (23 de julho de 2019). *Journal of Drug Delivery Science and Technology* Vol.53. *Metal nanoparticles synthesis: An overview on methods of preparation, advantages and disadvantages, and applications*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jddst.2019.101174>
- Jang, B. Z., & Zhamu, A. (1 de agosto de 2008). *Journal of Materials Science* Vol.43. *Processing of nanographene platelets (NGPs) and NGP nanocomposites: a review*, pp. 5092-5101. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-008-2755-2>
- Jason, N. N., Wang, S. J., Bhanushali, S., & Cheng, W. (21 de agosto de 2016). *Nanoscale* Vol.8. *Skin inspired fractal strain sensors using a copper nanowire and graphite microflake hybrid conductive network*, pp. 16596-16605. doi:<https://doi.org/10.1039/C6NR04056J>
- Joshi, Mangala; Adak, Bapan;. (2019). *Comprehensive Nanoscience and Nanotechnology (Second Edition)*. 5.10 - *Advances in Nanotechnology Based Functional, Smart and Intelligent Textiles: A Review*, pp. 253 - 290.
- Julkapli, N. M., Bagheri, S., & Hamid, S. B. (25 de junho de 2014). *The Scientific World Journal*. *Recent Advances in Heterogeneous Photocatalytic Decolorization of Synthetic Dyes*. doi:<https://doi.org/10.1155/2014/692307>
- Kafi, A. A., Magniez, K., & Fox, B. L. (24 de outubro de 2011). *Composites Science and Technology*. *A surface-property relationship of atmospheric plasma treated jute composites*, pp. 1692-1698. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2011.07.011>
- Khalil, A. M., Hassan, M. L., & Ward, A. A. (10 de fevereiro de 2017). *Carbohydr Polymers* Vol.157. *Novel nanofibrillated cellulose/polyvinylpyrrolidone/silver nanoparticles films with electrical conductivity properties*, pp. 503-511. doi:[10.1016/j.carbpol.2016.10.008](https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.008)
- Khan, I., Saeed, K., & Khan, I. (novembro de 2019). *Arabian Journal of Chemistry* Vol.12. *Nanoparticles: Properties, applications and toxicities*, pp. 908-931. doi:<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2017.05.011>
- Khan, S. S., Mukherjee, A., & Chandrasekaran, N. (1 de abril de 2012). *Colloids and Surfaces B: Bioninterfaces* Vol.92. *Adsorptive removal of silver nanoparticles (SNPs) from aqueous solution by *Aeromonas punctata* and its adsorption isotherm and kinetics*, pp. 156-160. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2011.11.032>
- Khan, Y., Sadia, H., Ali Shah, S. Z., Khan, M. N., Shah, A. A., Ullah, N., . . . Khan, M. I. (8 de novembro de 2022). *Journals Catalysts* Vol.12. *Classification, Synthetic, and Characterization Approaches to Nanoparticles, and Their Applications in Various Fields of Nanotechnology: A Review*. doi:<https://doi.org/10.3390/catal12111386>
- Kolhe, P., & Kannan, R. M. (janeiro de 2003). *Biomacromolecules*. *Improvement in ductility of chitosan through blending and copolymerization with PEG: FTIR investigation of molecular interactions*. doi:<https://doi.org/10.1021/bm025689+>
- Koulivand, H., Shahbazi, A., Vatanpour, V., & Rahmandoust, M. (3 de agosto de 2019). *Separation and Purification Technology* Vol.230. *Development of carbon dot-modified polyethersulfone membranes for enhancement of nanofiltration, permeation and antifouling performance*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.115895>

- Krishnamoorthy, K., Navaneethaiyer, U., Mohan, R., & Lee, J. (novembro de 2011). Applied Nanoscience. *Graphene oxide nanostructures modified multifunctional cotton fabrics*. doi:10.1007/s13204-011-0045-9
- Kumar, A., Kebaili, I., Boukhris, I., Vaish, R., Kumar, A., Benno Park, H. K., . . . Sung, T. H. (11 de abril de 2023). Scientific reports. *Cotton functionalized with polyethylene glycol and graphene oxide for dual thermoregulating and UV-protection applications*. Obtido de <https://www.nature.com/articles/s41598-023-31415-z>
- Kumar, A., Sharma, M., & Vaish, R. (24 de novembro de 2022). Journal of Natural Fibers Vol. 20. *BaTiO₃ Nanoparticles Embedded Antibacterial Cotton Fabric with UV Protection Characteristics*. doi:<https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2139325>
- Kumar, S., & Koh, J. (maio de 2012). International Journal of Molecular Sciences Vol.13. *Physiochemical, Optical and Biological Activity of Chitosan-Chromone Derivative for Biomedical Applications*. Obtido de https://www.researchgate.net/publication/228106129_Physiochemical_Optical_and_Biological_Activity_of_Chitosan-Chromone_Derivative_for_Biomedical_Applications
- Kwon, S.-K., & Kim, D. (agosto de 2014). Journal-Korean Physical Society Vol.49. *Effect of Process Parameters of UV-Assisted Gas-Phase Cleaning on the Removal of PEG (Polyethyleneglycol) from a Si Substrate*. Obtido de https://www.researchgate.net/publication/264542305_Effect_of_Process_Parameters_of_UV-Assisted_Gas-Phase_Cleaning_on_the_Removal_of_PEG_Polyethyleneglycol_from_a_Si_Substrate
- Lai, X., Guo, R., Lan, J., Geng, L., Lin, S., Jiang, S., . . . Xiang, C. (28 de novembro de 2018). Journals of Materials Science: Materials in Electronics. *Flexible reduced graphene oxide/electroless copper plated poly(benzo)-benzimidazole fibers with electrical conductivity and corrosion resistance*, pp. 1984-1992. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10854-018-0469-z>
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W., & Hone, J. (julho de 2008). Science. *Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene*. Obtido de <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/18635798/>
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W., & Hone, J. (18 de julho de 2008). Science Vol.321. *Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene*, pp. 385-388. Obtido de <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.1157996>
- Li, S., Page, K., Sathasivam, S., Heale, F., He, G., Lu, Y., . . . Parkin, I. P. (2018). Journal of Materials Chemistry A. *Efficiently texturing hierarchical superhydrophobic fluoride-free translucent films by AACVD with excellent durability and self-cleaning ability*, pp. 17633-17641. Obtido de <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2018/TA/C8TA05402A>
- Li, X., Zhang, R., Yu, W., Wang, K., Wei, J., Wu, D., . . . Zhu, H. (16 de novembro de 2012). Scientific Reports Vol.2. *Stretchable and highly sensitive graphene-on-polymer strain sensors*. Obtido de <https://www.nature.com/articles/srep00870>

- Lin, J., Chen, X. Y., Chen, C. Y., Hu, J. T., Zhou, C. L., Cai, X. F., . . . Liu, H. (22 de janeiro de 2018). *Applied materials and interfaces*. *Durably Antibacterial and Bacterially Antiadhesive Cotton Fabrics Coated by Cationic Fluorinated Polymers*, pp. 6124-6136. doi:<https://doi.org/10.1021/acsami.7b16235>
- Liu, G., Jin, W., & Xu, N. (2015). *Chemical Society Reviews*. *Graphene-based membranes*. Obtido de <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/CS/C4CS00423J>
- Liu, Q., Zhou, X., Fan, X., Zhu, C., Yao, X., & Liu, Z. (31 de janeiro de 2012). *Polymer-Plastics Technology and Engineering* Vol.51. *Mechanical and Thermal Properties of Epoxy Resin Nanocomposites Reinforced with Graphene Oxide*, pp. 251-256. doi:<https://doi.org/10.1080/03602559.2011.625381>
- Liu, W., Yan, X.-b., Lang, J.-w., Peng, C., & Xue, Q.-j. (20 de junho de 2012). *Journals of Materials Chemistry*. *Flexible and conductive nanocomposite electrode based on graphene sheets and cotton cloth for supercapacitor*, pp. 17245-17253. doi:<https://doi.org/10.1039/C2JM32659K>
- Liu, Y., Tang, J., Wang, R., Lu, H., Li, L., Kong, Y., . . . Xin, J. H. (18 de dezembro de 2006). *Journals of Materials Chemistry*. *Artificial lotus leaf structures from assembling carbon nanotubes and their applications in hydrophobic textiles*. Obtido de <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2007/jm/b613914k/unauth>
- Luo, C., Zhang, Y., & Wang, Y. (29 de março de 2005). *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* Vol.229. *Palladium nanoparticles in poly(ethyleneglycol): the efficient and recyclable catalyst for Heck reaction*, pp. 7-12. doi:<https://doi.org/10.1016/j.molcata.2004.10.039>
- Luongo, J. P. (junho de 1960). *Journal of Applied Polymer Science* Vol.3. *Infrared study of polypropylene*, pp. 302-309. doi:<https://doi.org/10.1002/app.1960.070030907>
- Ly, B. K., Dyer, E. B., Feig, J. L., Chien, A. L., & Bino, S. D. (janeiro de 2020). *Journal of Investigate Dermatology* Vol.140. *Research Techniques Made Simple: Cutaneous Colorimetry: A Reliable Technique for Objective Skin Color Measurement*, pp. 3-12. doi:[10.1016/j.jid.2019.11.003](https://doi.org/10.1016/j.jid.2019.11.003)
- Machado, S., Pacheco, J. G., Nouws, H. P., Albergaria, J. T., & Delerue-Matos, C. (15 de novembro de 2015). *Science of The Total Environment* Vol.533. *Characterization of green zero-valent iron nanoparticles produced with tree leaf extracts*, pp. 76-81. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.06.091>
- Mahmud, S., Zakia Sultana, M., Nahid Pervez, M., Ahsan Habib, M., & Liu, H.-H. (18 de setembro de 2017). *Fibers* Vol.5. *Surface Functionalization of "Rajshahi Silk" Using Green Silver Nanoparticles*. doi:<https://doi.org/10.3390/fib5030035>
- Manjunath, K., Reddy Yadav, L. S., Jayalakshmi, T., Reddy, V., Rajanaika, H., & Nagaraju, G. (26 de junho de 2017). *Journal of Materials Research and Technology* Vol.7. *Ionic liquid assisted hydrothermal synthesis of TiO2 nanoparticles: photocatalytic and antibacterial activity*, pp. 7-13. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.02.001>

- Mansur, A., & Mansur, H. S. (dezembro de 2015). *Nanoscale Research Letters* Vol.10. *Quantum dot/glycol chitosan fluorescent nanoconjugates*. doi:<http://dx.doi.org/10.1186/s11671-015-0879-2>
- Massarky, A., Trudeau, V. L., & Moon, T. W. (novembro de 2014). *Environmental Toxicology and Pharmacology* Vol.38. *Predicting the environmental impact of nanosilver*, pp. 861-873. doi:<https://doi.org/10.1016/j.etap.2014.10.006>
- Mecozi, M., & Nisini, L. (20 de junho de 2019). *Infrared Physics & Technology* Vol.101. *The differentiation of biodegradable and non-biodegradable polyethylene terephthalate (PET) samples by FTIR spectroscopy: A potential support for the structural differentiation of PET in environmental analysis*, pp. 119-126. doi:<https://doi.org/10.1016/j.infrared.2019.06.008>
- Mehravani, B., Ribeiro, A. I., Montazer, M., & Zille, A. (03 de dezembro de 2021). *Materials Science Forum*. *Development of Antimicrobial Polyester Fabric by a Green In-Situ Synthesis of Copper Nanoparticles Mediated from Chitosan and Ascorbic Acid*, pp. 83-90. Obtido de <https://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/78273/1/2022%20Mehravani%20et%20al.pdf>
- Mena-Cervantes, V. Y., Altamirano, R. H., & Tiscareño-Ferrer, A. (agosto de 2020). *Environmental Science and Pollution Research* Vol.27. *Development of a green one-step neutralization process for valorization of crude glycerol obtained from biodiesel*. doi:<https://link.springer.com/article/10.1007/s11356-019-07287-0>
- Michailidis, M., Sorzabal-Bellido, I., Adamidou, E. A., Diaz-Fernandez, Y. A., Aveyard, J., Wengier, R., . . . Shchukin, D. (12 de outubro de 2017). *Applied Materials and Interfaces*. *Modified Mesoporous Silica Nanoparticles with a Dual Synergetic Antibacterial Effect*, pp. 38364-38372. doi:<https://doi.org/10.1021/acsami.7b14642>
- Mishra, R., & Militky, J. (2019). *Nanotechnology in Textiles Theory and Application (The Textile Institute Book Series)*. Woodhead Publishing.
- Mohamed, A. L., El-Naggar, M. E., & Hassabo, A. G. (junho de 2021). *Journal of Materials Research and Technology*. *Preparation of hybrid nanoparticles to enhance the electrical conductivity and performance properties of cotton fabrics*, pp. 542-554. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.02.035>
- Mohd. Esa, Y. A., & Sapawe, N. (20 de agosto de 2020). *materialstoday: Proceedings* Vol.31 Part.1. *A short review on zinc metal nanoparticles synthesized by green chemistry via natural plant extracts*, pp. 386-393. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.184>
- Mondal, A., Adhikary, B., & Mukherjee, D. (5 de outubro de 2015). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* Vol.482. *Room-temperature synthesis of air stable cobalt nanoparticles and their use as catalyst for methyl orange dye degradation*, pp. 248-257. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2015.05.011>
- Montazer, M., Alimohammadi, F., Shamei, A., & Rahimi, M. K. (15 de janeiro de 2012). *Carbohydrate Polymers* Vol.87. *In situ synthesis of nano silver on cotton using Tollens' reagent*, pp. 1706-1712. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.09.079>

- Monteiro, S., Calado, V., Rodriguez, R., & Margem, F. M. (1 de outubro de 2012). *Journals of Materials Research and Technology. Thermogravimetric Stability Behavior of Less Common Lignocellulosic Fibers - a Review*. doi:<https://doi.org/10.1016/S2238-7854%2812%2970032-7>
- Morshed, M. N., Shen, X., Deb, H., Azad, S. A., Zhang, X., & Li, R. (12 de junho de 2018). *Journal of Natural Fibers* Vol. 17. *Sonochemical fabrication of nanocrystalline titanium dioxide (TiO₂) in cotton fiber for durable ultraviolet resistance*, pp. 41-54. doi:<https://doi.org/10.1080/15440478.2018.1465506>
- Mucha, M., Piekilna, J., & Wieczorek, A. (4 de março de 2011). *Macromolecular Symposia* Vol.144. *Characterisation and morphology of biodegradable chitosan / synthetic polymer blends*, pp. 391-412. doi:<https://doi.org/10.1002/masy.19991440137>
- Nagpal, M., & Kakkar, R. (18 de março de 2019). *Separation and Purification Technology* Vol. 211. *Use of metal oxides for the adsorptive removal of toxic organic pollutants*, pp. 522-539. doi:<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.10.016>
- Nam, S., Parikh, D. V., Condon, B. D., Zhao, Q., & Yoshioka-Tarver, M. (1 de março de 2011). *Journal of Nanoparticle Research* Vol. 13. *Importance of poly(ethylene glycol) conformation for the synthesis of silver nanoparticles in aqueous solution*, pp. 3755-3764. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s11051-011-0297-z>
- National Research Council (US), C., & National Research Council (US), C. (2000). *Strategies to Protect the Health of Deployed U.S. Forces*. (T. E. Mckone, B. M. Huey, E. Downing, & L. M. Duffy, Edits.) Washington (DC): National Academies Press (US). Obtido de <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK225364/>
- Nor, N. M., Chung, L. L., Teong, L. K., & Mohamed, A. R. (dezembro de 2013). *Journal of Environmental Chemical Engineering* Vol.1. *Synthesis of activated carbon from lignocellulosic biomass and its applications in air pollution control—a review*, pp. 658-666. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.09.017>
- Novoselov, K. S., Fal'ko, V. I., Colombo, L., Gellert, P. R., Schwab, M. G., & Kim, K. (10 de outubro de 2012). *Nature* Vol.490. *A roadmap for graphene*, pp. 192-200. Obtido de <https://www.nature.com/articles/nature11458>
- Nur, A. S., Sultana, M., Mondal, A., Islam, S., Robel, F. N., Islam, A., & Sumi, M. A. (31 de março de 2022). *Journal of Water Process Engineering* Vol.47. *A review on the development of elemental and codoped TiO₂ photocatalysts for enhanced dye degradation under UV-vis irradiation*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102728>
- Oćwieja, M., Adamczyk, Z., Morga, M., & Kubiak, K. (agosto de 2015). *Advances in Colloid and Interface Science* Vol.222. *Silver particle monolayers – Formation, stability, applications*, pp. 530-563. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.07.001>
- OSHA. (dezembro de 2010). *Biological Agents*. Obtido de United States Department of Labor: <https://www.osha.gov/biological-agents>
- Otto, M. (fevereiro de 2014). *Current Opinion in Microbiology* Vol.17. *Staphylococcus aureus toxins*, pp. 32-37.

- Ouadil, B., Cherkaoui, O., Safi, M., & Zahouily, M. (31 de agosto de 2017). *Applied Surface Science* Vol.414. *Surface modification of knit polyester fabric for mechanical, electrical and UV protection properties by coating with graphene oxide, graphene and graphene/silver nanocomposites*, pp. 292-302. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.04.068>
- Padrão, J., Nicolau, T., Felgueiras, H. P., Calçado, C., Veiga, M. I., Osório, N. S., . . . Zille, A. (22 de abril de 2022). *International Journal of Environmental Research and Public Health* Vol.19. *Development of an Ultraviolet-C Irradiation Room in a Public Portuguese Hospital for Safe Re-Utilization of Personal Protective Respirators*.
- Pakdel, E., Wang, J., Kashi, S., Sun, L., & Wang, X. (março de 2020). *Advances in Colloid and Interface Science* Vol.227. *Advances in photocatalytic self-cleaning, superhydrophobic and electromagnetic interference shielding textile treatments*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102116>
- Pandimurugan, R., & Thambidurai, S. (dezembro de 2017). *International Journal of Biological Macromolecules* Vol. 105 Part. 1. *UV protection and antibacterial properties of seaweed capped ZnO nanoparticles coated cotton fabrics*, pp. 788-795. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.07.097>
- Parham, S., Nemati, M., Sadir, S., Bagherbaigi, S., Wicaksono, D. H., & Nur, H. (29 de agosto de 2017). *Journal of the Chinese Chemical Society*. *In Situ Synthesis of Silver Nanoparticles for Ag-NP/Cotton Nanocomposite and Its Bactericidal Effect*, pp. 1286-1293. doi:<https://doi.org/10.1002/jccs.201700157>
- Patil, A. H., Jadhav, S. A., More, V. B., Sonawane, K. D., & Patil, P. S. (13 de janeiro de 2020). *Colloid Journal*. *Novel One Step Sonosynthesis and Deposition Technique to Prepare Silver Nanoparticles Coated Cotton Textile with Antibacterial Properties*, pp. 720-727. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1134/S1061933X19070019>
- Peerzada, J. G., Prajakta, M., Rajesh, V., & Ramalingam, C. (31 de julho de 2019). *Silicom* 12. *Multifaceted Application of Silica Nanoparticles. A Review*, pp. 1337-1354. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s12633-019-00229-y>
- Peng, L., Chen, W., Su, B., Yu, A., & Jiang, X. (1 de maio de 2019). *Applied Surface Science* Vol.475. *CsxWO3 nanosheet-coated cotton fabric with multiple functions: UV/NIR shielding and full-spectrum-responsive self-cleaning*, pp. 325-333. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.12.279>
- Pereira, C., Pereira, A. M., Freire, C., Pinto, T. V., Costa, R. S., & Teixeira, J. S. (24 de abril de 2020). *Handbook of Functionalized Nanomaterials for Industrial Applications*. *Chapter 21 - Nanoengineered textiles: from advanced functional nanomaterials to groundbreaking high-performance clothing*, pp. 611-714. doi:<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816787-8.00021-1>
- Pereira, P., Ferreira, D. P., Araújo, J. C., Ferreira, A., & Fangueiro, R. (21 de setembro de 2020). *The Potential of Graphene Nanoplatelets in the Development of Smart and Multifunctional Ecomposites*. *The Potential of Graphene Nanoplatelets in the Development of Smart and Multifunctional Ecomposites*, pp. 1-4. Obtido de

https://www.researchgate.net/publication/344612987_The_Potential_of_Graphene_Nanoplatelets_in_the_Development_of_Smart_and_Multifunctional_Ecomposites

- Piggot, T. J., Holdbrook, D. A., & Khalid, S. (4 de outubro de 2011). The journal of physical chemistry. *Electroporation of the E. coli and S. Aureus Membranes: Molecular Dynamics Simulations of Complex Bacterial Membranes*, pp. 13381-13388. doi:<https://doi.org/10.1021/jp207013v>
- Popa, M., Pradell, T., Crespo, D., & Caldéron-Moreno, J. M. (15 de agosto de 2007). Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects Vol.303. *Stable silver colloidal dispersions using short chain polyethylene glycol*, pp. 184-190. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2007.03.050>
- Portella, E. H., Romanzini, D., Angrizani, C. C., Amico, S. C., & Zattera, A. J. (7 de março de 2016). Materials Research Vol. 19. *Influence of Stacking Sequence on the Mechanical and Dynamic Mechanical Properties of Cotton/Glass Fiber Reinforced Polyester Composites*, pp. 542-547. doi:<http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0058>
- Prakash, A., Sharma, S., Ahmad, N., Ghosh, A., & Sinha, P. (dezembro de 2010). International Research Journal of Biotechnology Vol.1. *Bacteria mediated extracellular synthesis of metallic nanoparticles*, pp. 71-79. Obtido de https://www.researchgate.net/profile/Seema-Sharma-24/publication/228710317_Bacteria_mediated_extracellular_synthesis_of_metallic_nanoparticles/links/00b7d52fdc4534989f000000/Bacteria-mediated-extracellular-synthesis-of-metallic-nanoparticles.pdf
- Prasad, A. (8 de abril de 2004). Polymer Engineering and Science Vol. 38. *A quantitative analysis of low density polyethylene and linear low density polyethylene blends by differential scanning calorimetry and fourier transform infrared spectroscopy methods*, pp. 1716-1728. doi:<https://doi.org/10.1002/pen.10342>
- Praveen, P., Viruthagiri, G., Mugundan, S., & Shanmugam, N. (3 de janeiro de 2014). Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy Vol.117. *Structural, optical and morphological analyses of pristine titanium di-oxide nanoparticles – Synthesized via sol-gel route*, pp. 622-629. doi:<https://doi.org/10.1016/j.saa.2013.09.037>
- Pugazhendi, A., Prabhu, R., Muruganatham, K., Shanmuganathan, R., & Natarajan, S. (23 de novembro de 2018). Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology Vol.190. *Anticancer, antimicrobial and photocatalytic activities of green synthesized magnesium oxide nanoparticles (MgONPs) using aqueous extract of Sargassum wightii*, pp. 86-97. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2018.11.014>
- Pulit-Prociak, J., Stoklosa, K., & Banach, M. (17 de dezembro de 2014). Environmental Chemistry Letters Vol.13. *Nanosilver products and toxicity*, pp. 59-68. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10311-014-0490-2>
- Qin, S., Xiao, W., Zhou, C., Pu, Q., Deng, X., Lan, L., . . . Wu, M. (25 de junho de 2022). Signal Transduction and Targeted Therapy Vol.7. *Pseudomonas aeruginosa: pathogenesis, virulence factors, antibiotic resistance, interaction with host, technology advances and*

- emerging therapeutics*. Obtido de <https://www.nature.com/articles/s41392-022-01056-1>
- Rao, S., Upadhyay, J., Polychronopoulou, K., Umer, R., & Das, R. (9 de abril de 2018). *Journal of Composites Science* Vol.2. *Reduced Graphene Oxide: Effect of Reduction on Electrical Conductivity*. doi:<https://doi.org/10.3390/jcs2020025>
- Ravi Kumar, M. V. (novembro de 2000). *Reactive and Functional Polymers* Vol. 46. *A review of chitin and chitosan applications*, pp. 1-27. doi:[https://doi.org/10.1016/S1381-5148\(00\)00038-9](https://doi.org/10.1016/S1381-5148(00)00038-9)
- Rehan, M., Barhoum, A., Assche, G. V., Dufresne, A., Gatjen, L., & Wilken, R. (maio de 2017). *International Journal of Biological Macromolecules*. *Towards multifunctional cellulosic fabric: UV photo-reduction and in-situ synthesis of silver nanoparticles into cellulose fabrics*, pp. 877-886. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.02.058>
- Ren, G., Song, Y., Li, X., Wang, B., Zhou, Y., Wang, Y., . . . Zhu, X. (15 de julho de 2018). *Journal of Colloid and Interface Science*. *A simple way to an ultra-robust superhydrophobic fabric with mechanical stability, UV durability, and UV shielding property*, pp. 57-62.
- Ren, G., Song, Y., Li, X., Zhou, Y., Zhang, Z., & Zhu, X. (15 de janeiro de 2018). *Applied Surface Science*. *A superhydrophobic copper mesh as an advanced platform for oil-water separation*, pp. 520-525. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.09.140>
- Riaz, S., Ashraf, M., Hussain, T., Hussai, M. T., & Younus, A. (20 de novembro de 2019). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. *Fabrication of Robust Multifaceted Textiles by Application of Functionalized TiO₂ Nanoparticles*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.123799>
- Ribeiro, A. I., Mehravani, B., Magalhães, C., Nicolau, T., Melro, L., Fernandes, R., . . . Zille, A. (10 de junho de 2022). Enhancing the Antimicrobial Efficacy of Polyester Fabric Impregnated. *Enhancing the Antimicrobial Efficacy of Polyester Fabric Impregnated*, p. 7. Obtido de <https://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/78271/1/2022%20Ribeiro%20et%20al.pdf>
- Ribeiro, A. I., Shvalya, V., Cvelbar, U., Silva, R., Marques-Oliveira, R., Remião, F., . . . Zille, A. (12 de março de 2022). Stabilization of Silver Nanoparticles on Polyester Fabric Using Organo-Matrices for Controlled Antimicrobial Performance. *Stabilization of Silver Nanoparticles on Polyester Fabric Using Organo-Matrices for Controlled Antimicrobial Performance*, p. 14.
- Rosa, I. M., Kenny, J. M., Puglia, D., Santulli, C., & Sarasini, F. (30 de setembro de 2009). *Composites Science and Technology* Vol.70. *Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites*, pp. 116-122. doi:<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.09.013>
- Rout, S. K., Tripathy, B. C., Padhi, P., Kar, B. R., & Mishra, K. G. (6 de março de 2017). *Surfaces and Interfaces* Vol.7. *A green approach to produce silver nano particles coated agro waste fibers for special applications*, pp. 87-98. doi:<https://doi.org/10.1016/j.surfin.2017.03.004>

- Sadanandan, K. S., Bacon, A., Shin, D.-W., Alkhalifa, S. F., Russo, S., Craciun, M. F., & Neves, A. I. (15 de dezembro de 2020). *Journal of Physics: Materials* Vol.4. *Graphene coated fabrics by ultrasonic spray coating for wearable electronics and smart textiles*. Obtido de <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/2515-7639/abc632>
- Saeed , K., & Khan, I. (15 de outubro de 2013). *Iranian Polymer Journal* (23). *Preparation and properties of single-walled carbon nanotubes/poly(butylene terephthalate) nanocomposites*, pp. 53-58. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s13726-013-0199-2>
- Saeed, K., & Ibrahim, K. (1 de fevereiro de 2016). *Instrumentation Science & Technology* Vol.44. *Preparation and characterization of single-walled carbon nanotube/nylon 6, 6 nanocomposites*, pp. 435-444. doi:<https://doi.org/10.1080/10739149.2015.1127256>
- Sakai, K., & Sobue, H. (outubro de 1972). *Journal of Applied Polymer Science* Vol. 16. *Study of structure and thermal properties of polypropylene and chlorinated polypropylene by infrared spectroscopy and differential scanning calorimetry*, pp. 2657-2670. doi:<https://doi.org/10.1002/app.1972.070161018>
- Salmiati, A. S., Salim, M. R., Kueh, A. B., Hadibarata, T., & Nur, H. (8 de junho de 2017). *Journal of the Chinese Chemical Society* Vol.64. *A Review of Silver Nanoparticles: Research Trends, Global Consumption, Synthesis, Properties, and Future Challenges*, pp. 732-756. doi:<https://doi.org/10.1002/jccs.201700067>
- Sam, E. K., Sam, D. K., Lv, X., Liu, B., Xiao, X., Gong, S., . . . Liu, J. (1 de outubro de 2019). *Chemical Engineering Journal*. *Recent development in the fabrication of self-healing superhydrophobic surfaces*, pp. 531-546. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.05.077>
- Sarvalkar, P. D., Barawkar, S. D., Karvekar, O. S., Patil, P. D., Prasad, S. R., Sharma, K. K., . . . Vhatkar, R. S. (2 de março de 2022). *The Journal of The Textile Institute*. *A review on multifunctional nanotechnological aspects in modern textile*. Obtido de https://www.researchgate.net/publication/359001191_A_review_on_multifunctional_nanotechnological_aspects_in_modern_textile
- Schluesener, J. K., & Schluesener, H. J. (24 de janeiro de 2013). *Archives of Toxicology* Vol.87. *Nanosilver: application and novel aspects of toxicology*, pp. 569-576. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s00204-012-1007-z>
- Schrand, A. M., Rahman, M. F., Hussain, S. M., Schlager, J. J., Smith, D. A., & Syed, A. F. (2 de agosto de 2010). *Wires Nanomedicine and Nanobiotechnology* Vol.2. *Metal-based nanoparticles and their toxicity assessment*, pp. 544-568. doi:<https://doi.org/10.1002/wnan.103>
- Schreuder-Gibson, H. L., Truong, Q., Walker, J. E., Owens, J. R., Wander, J. D., & Jones Jr., W. E. (agosto de 2003). *Chemical and Biological Protection and Detection in Fabrics for Protective Clothing*. *Chemical and Biological Protection and Detection in Fabrics for Protective Clothing*, pp. 1-5. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1557/mrs2003.168>

- Seki, Y. (9 de agosto de 2017). *Polymers-Plastics Technology and Engineering* Vol. 57. *Conductive Cotton Fabrics Coated with Myristic Acid/Zinc Oxide Nanoparticles*, pp. 766-774. doi:<https://doi.org/10.1080/03602559.2017.1344859>
- Shaban, M., Mohamed, F., & Abdallah, S. (2 de março de 2018). *Scientific Reports*, 8. *Production and Characterization of Superhydrophobic and Antibacterial Coated Fabrics Utilizing ZnO Nanocatalyst*. Obtido de <https://www.nature.com/articles/s41598-018-22324-7>
- Shah, M. A., Pirzada, B. M., Price, G., Shibiru, A. L., & Qurashi, A. (maio de 2022). *Journal of Advanced Research. Applications of nanotechnology in smart textile industry: A critical review*, pp. 55-75. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jare.2022.01.008>
- Shateri-Khalilabad, M., & Yazdanshenas, M. E. (1 de julho de 2013). *Carbohydrate Polymers. Fabricating electroconductive cotton textiles using graphene*, pp. 190-195. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.03.052>
- Sinclair, R. (2014). *Textiles and Fashion Materials, Design and Technology - Capitulo 1*. WoodHead Publishing.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., . . . Ruoff, R. S. (20 de julho de 2006). *Nature* Vol.442. *Graphene-based composite materials*, pp. 282-286. Obtido de <https://www.nature.com/articles/nature04969>
- Stefan, D. S., Bosomoiu, M., & Stefan, M. (21 de setembro de 2022). *Polymers* Vol.14. *Methods for Natural and Synthetic Polymers Recovery from Textile Waste*. doi:<https://doi.org/10.3390/polym14193939>
- Stiufiuc, R., Iacovita, C., Lucaciu, C. M., Stiufiuc, G., Dutu, A. G., Braescu, C., & Leopold, N. (23 de janeiro de 2013). *Nanoscale Research Letters* Vol.8. *SERS-active silver colloids prepared by reduction of silver nitrate with short-chain polyethylene glycol*. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1186/1556-276X-8-47>
- Stoppa, M., & Chiolerio, A. (7 de julho de 2014). *Sensors* Vol. 14. *Wearable Electronics and Smart Textiles: A Critical Review*, pp. 11957-11992. doi:<https://doi.org/10.3390/s140711957>
- Su, C., Liu, L., Zhang, M., Zhang, Y., & Shao, C. (20 de março de 2012). *CrystEngComm* Vol.14. *Fabrication of Ag/TiO₂ nanoheterostructures with visible light photocatalytic function via a solvothermal approach*, pp. 3989-3999. doi:<https://doi.org/10.1039/C2CE25161B>
- Suresh, A. K., Pelletier, D. A., Wang, W., Morrel-Falvey, J. L., Gu, B., & Doktycz, M. J. (4 de janeiro de 2012). *Langmuir. Cytotoxicity Induced by Engineered Silver Nanocrystallites Is Dependent on Surface Coatings and Cell Types*, pp. 2727-2735. doi:<https://doi.org/10.1021/la2042058>
- Syafiuddin, A., Salmiati, S., Hadibarata, T., Hong Kueh, A. B., Salim, M. R., & Zaini, M. A. (17 de janeiro de 2018). *Scientific Reports* Vol.8. *Silver Nanoparticles in the Water Environment in Malaysia: Inspection, characterization, removal, modeling, and future perspective*. Obtido de <https://www.nature.com/articles/s41598-018-19375-1>
- Syduzzaman, M., Hassan, A., Anik, H. R., Akter, M., & Islam, M. R. (5 de julho de 2023). *ChemNanoMat* Vol.9. *Nanotechnology for High-Performance Textiles: A Promising Frontier for Innovation*. doi:<https://doi.org/10.1002/cnma.202300205>

- Takke, V., Behary, N., Perwuelz, A., & Campagne, C. (novembro de 2011). Journal of Applied Polymer Science. *Surface and Adhesion Properties of Poly(ethylene glycol) on Polyester(polyethylene terephthalate) Fabric Surface: Effect of Air-Atmospheric Plasma Treatment*, pp. 2621-2629. doi:10.1002/app.34403
- TEXCOMS TEXTILE SOLUTIONS. (2019). *TEXTILE FIBRES/ Textile Technology knowledge series Volume I*. Singapura. Obtido de <https://www.texcoms.com/wp-content/uploads/2019/06/Textile-Fibres.pdf>
- Textor, T., & Mahltig, B. (1 de janeiro de 2010). Applied Surface Science Vol.256. *A sol-gel based surface treatment for preparation of water repellent antistatic textiles*, pp. 1668-1674. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.09.091>
- Trejo-Carbajal, N., Ambriz-Luna, K. I., & Herrera-González, A. (1 de julho de 2022). European Polymer Journal. *Efficient method and mechanism of depolymerization of PET under conventional heating and microwave radiation using t-BuNH₂/Lewis acids*. Obtido de <https://www.semanticscholar.org/paper/Efficient-method-and-mechanism-of-depolymerization-Trejo-Carbajal-Ambriz-Luna/c42fe568af4d99f39a412b52b29ed3dca922bfef>
- Tuan Vu, A., Ho, K., & Ha Lee, C. (1 de janeiro de 2016). Removal of gaseous sulfur and phosphorus compounds by carbon-coated porous magnesium oxide composites. *Removal of gaseous sulfur and phosphorus compounds by carbon-coated porous magnesium oxide composites*, pp. 1234-1243. Obtido de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894715011651?via%3Dihub>
- Vasantharaj, S., Sathiyavimal, S., Saravanan, M., Senthikumar, P., Gnanasekaran, K., Shanmugavel, M., . . . Pugazhendhi, A. (fevereiro de 2019). Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology. *Synthesis of ecofriendly copper oxide nanoparticles for fabrication over textile fabrics: Characterization of antibacterial activity and dye degradation potential*, pp. 143-149. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2018.12.026>
- Verma, R., Gangwar, J., & Srivastava, A. K. (12 de setembro de 2017). RSC Advances Vol.7. *Multiphase TiO₂ nanostructures: a review of efficient synthesis, growth mechanism, probing capabilities, and applications in bio-safety and health*, pp. 44199-44224. doi:<https://doi.org/10.1039/C7RA06925A>
- Wang, L., Zhang, X., Li, B., Sun, P., Yang, J., Xu, H., & Liu, Y. (20 de março de 2011). ACS Applied materials and interfaces. *Superhydrophobic and Ultraviolet-Blocking Cotton Textiles*, pp. 1277-1281. doi:<https://doi.org/10.1021/am200083z>
- Wang, Q., Dong, Z., Du, Y., & Kennedy, J. F. (1 de junho de 2007). Carbohydrate Polymers Vol.69. *Controlled release of ciprofloxacin hydrochloride from chitosan/polyethylene glycol blend films*, pp. 336-343. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.10.014>
- Wei, D., & Kivioja, J. (29 de agosto de 2013). Nanoscale. *Graphene for energy solutions and its industrialization*. Obtido de <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2013/nr/c3nr03312k>

- Windmiller, J. R., & Wang, J. (7 de setembro de 2012). *Electroanalysis* Vol.25. *Wearable Electrochemical Sensors and Biosensors: A Review*, pp. 26-46. doi:<https://doi.org/10.1002/elan.201200349>
- Wolf, E. L. (2014). *Applications of Graphene An Overview*. Springer. Obtido de <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-319-03946-6>
- Xu, Q., Zheng, W., Duan, P., Chen, J., Zhang, Y., Fu, F., . . . Liu, X. (15 de janeiro de 2019). *Carbohydrate Polymers*. *One-pot fabrication of durable antibacterial cotton fabric coated with silver nanoparticles via carboxymethyl chitosan as a binder and stabilizer*, pp. 42-49. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.09.089>
- Yetisen, A. K., Qu, H., Manbachi, A., Butt, H., Dokmeci, M. R., Hinestroza, J. P., . . . Yun, S. H. (26 de fevereiro de 2016). *ACS NANO*. *Nanotechnology in Textiles*, pp. 3042-3068. doi:<https://doi.org/10.1021/acsnano.5b08176>
- Yu, C. (2014). *Textiles and Fashion Materials, Design and Technology. Chapter 2 - Natural Textile fibres: Vegetable Fibres*.
- Yu, M., Wang, Z., Liu, H., Xie, S., Wu, J., Jiang, H., . . . Li, J. (12 de abril de 2013). *ACS Applied materials and interfaces*. *Laundry Durability of Photocatalyzed Self-Cleaning Cotton Fabric with TiO₂ Nanoparticles Covalently Immobilized*, pp. 3697-3703. doi:<https://doi.org/10.1021/am400304s>
- Yu, S., Wang, X., Ai, Y., Tan, X., Hayat, T., Hu, W., & Wang, X. (2016). *Journal of Materials Chemistry A*. *Experimental and Theoretical Study On Competitive Adsorption of Aromatic Compounds on Reduce Graphene Oxides*.
- Yue, Z. R., Liu, J., & Wang, P. H. (16 de maio de 1996). *Journal of Applied Polymer Science* Vol.60. *Conversion of polyacrylonitrile fibers to activated carbon fibers: Effect of activation*, pp. 923-929. Obtido de <https://www.scopus.com/record/display.uri?eid=2-s2.0-0030150520&origin=inward>
- Zgura, I., Frunza, S., Enculescu, M., Florica, C., Ganea, C. P., Negrila, C. C., & Diamandescu, L. (24 de junho de 2015). *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol.17. *Titanium dioxide layer deposited at low temperature*. Obtido de https://www.researchgate.net/profile/I-Zgura/publication/283764491_Titanium_dioxide_layer_deposited_at_low_temperature_upon_polyester_fabrics/links/569e2e4708ae16fdf07c39ef/Titanium-dioxide-layer-deposited-at-low-temperature-upon-polyester-fabrics.pdf
- Zgura, I., Frunza, S., Frunza, L., Enculescu, M., Florica, C., Ganea, C. P., . . . Diamandescu, L. (24 de junho de 2015). *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol.17. *Titanium dioxide layer deposited at low temperature upon polyester fabrics*, pp. 1055-1063. Obtido de https://www.researchgate.net/profile/I-Zgura/publication/283764491_Titanium_dioxide_layer_deposited_at_low_temperature_upon_polyester_fabrics/links/569e2e4708ae16fdf07c39ef/Titanium-dioxide-layer-deposited-at-low-temperature-upon-polyester-fabrics.pdf

- Zhang, G., Wang, D., Yan, J., Xiao, Y., Gu, W., & Zang, C. (23 de junho de 2019). *Materials* Vol.12. *Study on the Photocatalytic and Antibacterial Properties of TiO₂ Nanoparticles-Coated Cotton Fabrics*. doi:<https://doi.org/10.3390/ma12122010>
- Zhang, G., Zhang, H., Zhang, X., Zhu, S., Zhang, L., Meng, Q., . . . Yang, B. (8 de agosto de 2012). *Journals of Materials Chemistry*. *Embedding graphenenanoparticles into poly(N,N'-dimethylacrylamine) to prepare transparent nanocomposite films with high refractive index*, pp. 21218-21224. doi:<https://doi.org/10.1039/C2JM32871B>
- Zhang, S., Yang, X., Tang, B., Yuan, L., Wang, K., Liu, X., . . . Chen, S. (15 de março de 2018). *Chemical Engineering Journal* Vol 336. *New insights into synergistic antimicrobial and antifouling cotton fabrics via dually finished with quaternary ammonium salt and zwitterionic sulfobetaine*, pp. 123-132. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.10.168>
- Zhang, Y., Xu, Q., Fu, F., & Liu, X. (19 de julho de 2016). Durable antimicrobial cotton textiles modified with inorganic nanoparticles. *Durable antimicrobial cotton textiles modified with inorganic nanoparticles*. Obtido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10570-016-1012-0>
- Zheng, Z., Zhang, X., Carbo, D., Clark, C., Nathan, C.-A., & Lvov, Y. (11 de maio de 2010). *Langmuir*. *Sonication-Assisted Synthesis of Polyelectrolyte-Coated Curcumin Nanoparticles*, pp. 7679-7681. doi:<https://doi.org/10.1021/la101246a>
- Zhong, J., Zhang, Y., Zhong, Q., Hu, Q., Hu, B., Wang, Z. L., & Zhou, J. (26 de abril de 2014). *ACS Nano*. *Fiber-Based Generator for Wearable Electronics and Mobile Medication*, pp. 6273-6280. doi:<https://doi.org/10.1021/nn501732z>
- Zhou, W., Min, S., Zhan, T., Zhang, Y., Pan, D., Yuan, Y., & Xu, B. (28 de abril de 2023). *Small* Vol.19. *Highly Durable Janus Fabrics Based on Transfer Prints for Personal Moisture Management*. doi:<https://doi.org/10.1002/sml.202302512>
- Zhu, M., & Yang, H. (2006). *Handbook of fiber chemistry*. *New York: CRC Press*, (pp. 139-260). Nova Iorque.
- Zhu, X., Zhang, Z., Song, Y., Yan, J., Wang, Y., & Ren, G. (fevereiro de 2017). *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. *A waterproofing textile with robust superhydrophobicity in either air or oil surroundings*, pp. 421-425. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jtice.2016.11.029>
- Zuo, C., Guo, Y., Jiang, L., Yu, D., Chen, X., Ren, Y., & Liu, X. (2023 de setembro de 2023). *European Polymer Journal* Vol.196. *Fabrication of durable flame retardant PAN fibers through bio-based ammonium phytate surface modification and highly efficient thermal oxidation*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2023.112304>