



Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Alexandra Catarina Gonçalves Pinto

**Estudo de produtos/processos antibacterianos
em substratos têxteis**

Tese de Mestrado

Mestrado integrado em Engenharia Biológica

Trabalho efetuado sob a orientação de

Doutora Fernanda Isabel Antunes Gomes

Doutora Mariana Contente Rangel Henriques

Engenheira Juliana Cruz

Dezembro de 2021

DIREITOS DE AUTOR E CONDIÇÕES DE UTILIZAÇÃO DO TRABALHO POR TERCEIROS

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

CC BY

<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

DECLARAÇÃO DE INTEGRIDADE

Declaro ter atuado com integridade na elaboração do presente trabalho acadêmico 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.

AGRADECIMENTOS

A realização deste projeto é a concretização de um sonho que não seria possível sem o apoio de um núcleo de pessoas às quais agradeço.

Primeiramente, às minhas orientadoras Professora Doutora Fernanda Gomes pela disponibilidade, auxílio e partilha de conhecimentos ao longo do percurso de estágio e à Professora Doutora Mariana Henriques pela oportunidade, confiança depositada e incentivo. Ao grupo das Candidas por todos os conhecimentos transmitidos e por me receberem da melhor forma.

À minha supervisora na empresa Impetus, Engenheira Juliana Cruz, muito obrigada pela oportunidade, confiança, incentivo, disponibilidade e partilha de conhecimentos ao longo desta jornada. Agradeço também ao Engenheiro Pedro Gomes e à Engenheira Rita da Acatel S.A. pela disponibilidade e partilha de conhecimentos. Gratulo também os restantes colaboradores de ambas as empresas pela simpatia.

Agradeço às 16 amigas que o curso me deu a conhecer. Sem o seu companheirismo e apoio certamente estes anos repletos de aventuras não seriam os mesmos. Agradeço também às minhas amigas de longa data por todo o incentivo, apoio e compreensão.

Por fim agradeço à minha família, à minha mãe Maria Alexandrina e ao meu pai Manuel, por me terem proporcionado esta oportunidade de crescimento, e por todo o apoio, dedicação e compreensão. À minha irmã Filipa, e ao meu cunhado António, que me auxiliam e encorajam para ser sempre melhor. Aos meus pequeninos (sobrinhos) Dinis e Duarte, pela partilha da sua pura felicidade. Ao meu namorado Samuel, por todo o apoio, incentivo e compreensão ao longo de toda esta jornada.

A todos, o meu sincero obrigada!

Estudo de produtos/processos antibacterianos em substratos têxteis

RESUMO

O crescente desenvolvimento da tecnologia e preocupação com a saúde e higiene impulsionaram o aparecimento de novos materiais têxteis funcionalizados, nomeadamente com propriedades antimicrobianas que tenham uma durabilidade adequada à vida útil do produto. Desta forma, o principal objetivo deste trabalho foi estudar e determinar a atividade antibacteriana de um têxtil produzido com uma fibra funcionalizada com prata pelo método de extrusão e de um têxtil sujeito a um tratamento de superfície com cloreto de prata pelo método de esgotamento, processo A e B, respetivamente. Foram também objetivos deste trabalho: (i) estudar a interferência dos processos de enobrecimento têxtil (tingimento, neutralização, fixação, acabamento) na bioatividade dos têxteis funcionalizados; (ii) avaliar a eficácia da atividade antibacteriana dos têxteis após 20 ciclos de lavagem; (iii) estudar a influência dos processos de esterilização (autoclave e radiação ultravioleta) na atividade antibacteriana; (iv) avaliar a influência das condições de secagem (secagem na máquina e secagem ao natural) das amostras na atividade antibacteriana; (v) relacionar a estrutura dos têxteis com a sua atividade antibacteriana.

Para a concretização dos objetivos acima descritos, foram utilizadas cinco malhas com estruturas diferentes, produzidas por ambos os processos (A e B) e foi avaliada a sua atividade antibacteriana contra *Staphylococcus aureus* pela norma JIS L 1902:2008. As malhas foram caracterizadas em termos de massa por unidade de área e espessura, tendo-se obtido resultados diferentes para cada estrutura. Obtiveram-se têxteis com atividade antibacteriana no final dos processos de enobrecimento para ambos os processos de funcionalização A e B, mas com pouca durabilidade de funcionalização, sendo os têxteis com fibra funcionalizada com prata (A) os que demonstraram maior durabilidade. Verificou-se que o processo de esterilização das amostras interferiu com a atividade antibacteriana. Por fim, constatou-se ainda que a estrutura de malha e as condições de secagem influenciaram a atividade antibacteriana nos têxteis funcionalizados, obtendo-se maior durabilidade de funcionalização para estruturas de malha com maior massa por unidade de área e espessura e para as amostras com secagem ao natural.

PALAVRAS-CHAVE: Atividade antibacteriana, durabilidade, estrutura de malha, fibra funcionalizada, tratamento antimicrobiano

Study of antibacterial products/processes in textile substrates

ABSTRACT

The growing technology development and concern with health and hygiene have promoted the development of new functionalized textile materials, such as antimicrobial properties that provides an adequate durability in accordance with the life of the product. Therefore, the main objective of this work was to study and to determine the antibacterial activity of a textile produced with fiber functionalized with silver by the extrusion method and a textile with a surface treatment with silver chloride by exhaust method, process A and B, respectively. The objectives of this work were also: (i) to study the interference of textile finishing (dyeing, neutralization, fixation and finishing) in the bioactivity of functionalized textiles; (ii) to evaluate the efficacy of the antibacterial activity after 20 washing cycles; (iii) to study the influence of sterilization processes (autoclave and ultraviolet radiation) on antibacterial activity; (iv) to evaluate the influence of the drying conditions (machine drying and natural drying) on the antibacterial activity; and (v) to relate the structure of textiles with their antibacterial activity.

To achieve the objectives described above, five knittings with different structures were produced by both processes (A and B) and the antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* was evaluated, according to the JIS L 1902:2008 standard. The knittings were characterized in terms of mass per unit area and thickness, there were obtained different results for each structure. Textiles with antibacterial activity were obtained at the end of the finishing processes for both functionalization processes A and B, however with low functionalization durability, although textiles with functionalized fiber with silver (A) showed longer durability. It was found that the sterilization process interfered with the antibacterial activity of the samples. Finally, it was also found, that the knitting structure and the drying conditions influenced the antibacterial activity in functionalized textiles, was obtained longer functionalization durability for knitting structures with higher mass per unit area and thickness and for samples submitted to natural drying.

KEYWORDS: Antibacterial activity, durability, knitting structure, functionalized fiber, antimicrobial treatment

ÍNDICE

Agradecimentos	iv
Resumo.....	v
Abstract	vi
Índice de Figuras.....	xi
Índice de Tabelas.....	xiii
Lista de Abreviaturas, Siglas e Acrónimos.....	xiv
1. Introdução.....	1
1.1 Enquadramento.....	1
1.2 Objetivos	2
1.3 Impetus Portugal Textil S.A.	2
1.4 Estrutura da dissertação	3
2. Fibras Têxteis e funcionalização antimicrobiana	4
2.1 Fibras têxteis	4
2.1.1 Fibras naturais	4
2.1.2 Fibras não naturais	5
2.1.3 Processo Produtivo do material têxtil.....	7
2.1.4 <i>Seamless</i>	8
2.2 Funcionalização antimicrobiana.....	10
2.2.1 Microrganismos nos materiais têxteis	11
2.2.2 Mecanismos de ação dos agentes antimicrobianos	12
2.2.3 Métodos de aplicação dos agentes antimicrobianos.....	15
2.2.4 Agentes antimicrobianos nos têxteis	16
2.2.5 Avaliação da atividade antimicrobiana	20
2.2.6 Avaliação da durabilidade da funcionalização antimicrobiana em têxteis.....	22
3. Materiais e métodos	23
3.1 Preparação e caracterização das amostras.....	23
3.1.1 Preparação das amostras	24
3.1.2 Caracterização das estruturas de malha	26
3.1.3 Visualização das estruturas de malha	26

3.1.4	Caracterização química dos materiais têxteis por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier - FTIR.....	27
3.2	Condições de lavagem e secagem.....	27
3.3	Influência das condições de secagem na atividade antibacteriana.....	28
3.4	Influência do método de esterilização na atividade antibacteriana.....	28
3.5	Avaliação da atividade antibacteriana dos têxteis.....	29
3.5.1	Preparação das amostras	29
3.5.2	Preparação do meio de cultura.....	29
3.5.3	Método quantitativo – Método de adsorção	29
4.	Resultados e discussão	32
4.1	Caracterização das amostras.....	33
4.1.1	Caracterização das estruturas de malha têxtil.....	33
4.1.2	Caracterização química dos materiais têxteis.....	37
4.2	Avaliação da atividade antibacteriana dos têxteis (JIS L 1902:2008)	38
4.2.1	Estudo da influência do método de esterilização na atividade antibacteriana.....	38
4.2.2	Avaliação da atividade antibacteriana das amostras do Processo A.....	40
4.2.3	Avaliação da atividade antibacteriana das amostras do Processo B	43
4.2.4	Influência das condições de secagem na atividade antibacteriana.....	45
4.2.5	Processo A <i>versus</i> processo B – durabilidade da atividade antibacteriana	48
5.	Conclusões e propostas de trabalhos futuros	50
	Referências bibliográficas	53
	Anexo I – Produtos químicos.....	59
A.	Produtos introduzidos durante o processo de enobrecimento dos têxteis	59
B.	Composição química do detergente	60
	Anexo II – Curva de calibração	61
	Anexo III – Tabelas dos resultados obtidos.....	62
A.	Valores obtidos no estudo da influência do método de esterilização.....	62
B.	Processo A – Fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão.....	63
C.	Processo B – Tratamento antimicrobiano de superfície com cloreto de prata pelo método de esgotamento	64

D. Valores obtidos no estudo da influência das condições de secagem na atividade antibacteriana.....	65
--	----

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura química da poliamida 6.6 e 6.	6
Figura 2. Espectro infravermelho de um material têxtil com fio poliamida 6.6.....	6
Figura 3. Esquema de um processo produtivo de materiais têxteis.....	7
Figura 4. Produção de tubos para vestuário sem costura por uma máquina de tricotagem circular. Adaptado de Chio & Powell, (2005).	9
Figura 5. Vestuário de malha seamless com diferentes designs personalizados. Fonte: Prozis, (2021).	9
Figura 6. Representação esquemática de (a) ataque microbiano em têxteis não funcionalizados e (b) atividade antimicrobiana de têxteis funcionalizados em relação aos microrganismos. Adaptado de Naebe, et al., (2021).	10
Figura 7. Características estruturais das membranas das bactérias Gram-positivas e Gram-negativas. Fonte: Água, 2015.	11
Figura 8. Efeito biocida/biostático de agentes antimicrobianos nas taxas de crescimento microbiano (x indica adição de um agente; CFU - “Colony forming units” – unidades formadoras de colónias). Adaptado de Ristić, et al., (2011).	13
Figura 9. Mecanismos de ação da prata. Adaptado de Landage & Wasif, (2012).	19
Figura 10. Fotografia de um design de uma malha de trama com tecnologia seamless de uma peça de vestuário com as diferentes estruturas (E1, E2, E3 e E4) fornecida pela Impetus S.A.	23
Figura 11. Esquema gráfico do processo de enobrecimento dos têxteis dividido em quatro etapas.	24
Figura 12. Plano de amostragem do processo A.	25
Figura 13. Plano de amostragem do processo B.	26
Figura 14. Imagens de lupa binocular da frente e do verso das cinco estruturas de malha (E1A, E2A, E3A, E4A e E5A) utilizadas no processo A (fibra funcionalizada) e das cinco estruturas de malha (E1B, E2B, E3B, E4B e E5B) utilizadas no processo B (tratamento antimicrobiano) com ampliação x2, das amostras retiradas no final da etapa de acabamento (amostras acabadas).	34
Figura 15. Espectro infravermelho (FIIR) da estrutura E5A cru (controlo positivo), com composição 100 % fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão (a)	

e da estrutura E5B cru (controlo negativo), com composição 100 % fibra de poliamida, sem funcionalização (b).	37
Figura 16. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das estruturas E1A, E2A e E5A das amostras no final da etapa de acabamento e após 20 ciclos de lavagem com (a) esterilização por autoclave e (b) esterilização por radiação UV.....	39
Figura 17. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras no final do tingimento, neutralização, fixação e acabamento e após o 1º, 5º e 20º ciclo de lavagem das cinco estruturas do processo A (8% de fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão).....	41
Figura 18. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras no final da fixação, acabamento e após o 1º, 2º, 4º, 8º 16º e 20º ciclo de lavagem do processo B das cinco estruturas com o tratamento antimicrobiano com cloreto de prata pelo método de funcionalização de superfície pelo processo de esgotamento.	44
Figura 19. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras após 5º lavagem com secagem na máquina e 5º lavagem com secagem ao natural do processo A...	47
Figura 20. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras após 4 e 8 ciclo de lavagem com secagem na máquina e 5 ciclos de lavagens com secagem ao natural do processo B.	48
Figura 21. Curva de calibração - densidade ótica (DO) vs concentração celular (cél/mL) para <i>S. aureus</i> ATCC 6538.	61

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Parâmetros dos processos de lavagem das amostras	27
Tabela 2. Massa por unidade de área (g.m^{-2}) e espessura (mm) das estruturas utilizadas no processo A nas amostras em cru e nas amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabada).....	35
Tabela 3. Massa por unidade de área (g.m^{-2}) e espessura (mm) das estruturas utilizadas no processo B nas amostras em cru e nas amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabada).....	35
Tabela 4. Produtos introduzidos durante o processo de enobrecimento dos têxteis	59
Tabela 5. Composição química do detergente de referência de fosfato ECE (B). Fonte: ISO 105-C06:2010(E)	60
Tabela 6. Resultados obtidos para a esterilização por autoclavagem das estruturas de malha E1A, E2A e E5A	62
Tabela 7. Resultados obtidos para esterilização por radiação ultravioleta das estruturas de malha E1A, E2A e E5A	62
Tabela 8. Resultados obtidos das amostras durante as etapas de enobrecimento e no 1º, 5º e 20º ciclo de lavagem para as estruturas de malha E1A, E2A, E3A, E4A e E5A	63
Tabela 9. Resultados obtidos das amostras no final da fixação e acabamento e após 1º, 2º, 4º, 8º, 16º e 20º ciclo de lavagem para as estruturas de malha E1B, E2B, E3B, E4B, E5B.....	64
Tabela 10. Resultados obtidos das amostras com 5 lavagens com secagem na máquina e 5 lavagens com secagem ao natural para a estruturas de malhas E1A, E2A, E3A, E4A e E5A ...	65
Tabela 11. Resultados obtidos das amostras com 4 e 8 lavagens com secagem na máquina e 5 lavagens com secagem ao natural para as estruturas de malha E1B, E2B, E3B, E4B e E5B....	66

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÓNIMOS

Ag	Prata
AgCl	Cloreto de prata
AATCC	<i>American Association of Textile Chemists and Colorists</i>
CBM	Concentração biocida mínima
CIM	Concentração inibitória mínima
FTIR	<i>Fourier transform infrared spectroscopy</i>
I	Inibição
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
IDI	Departamento de Investigação, Desenvolvimento e Inovação
JIS	<i>Japanese Industrial Standard</i>
PA	Poliamida
PES	Poliéster
TSA	<i>Tryptic soy agar</i>
TSB	<i>Tryptic soy broth</i>

1. INTRODUÇÃO

1.1 Enquadramento

A crescente procura dos consumidores por materiais funcionais tem estimulado o desenvolvimento de novas tecnologias. A tecnologia *seamless* veio revolucionar a indústria têxtil ao simplificar consideravelmente o processo produtivo, com um conceito inovador na produção de vestuário quase sem costuras. Esta tecnologia utiliza máquinas de tricotagem circulares pré-programadas por computador, de forma a obter padrões ou designs personalizados no vestuário, através da conjugação de diferentes estruturas de malha e diferentes fios ao mesmo tempo que estabelece as linhas de corte e fecha as bainhas e cintos. Em contrapartida, nos últimos anos, o aumento da preocupação com a higiene pessoal e a saúde pública, resultaram num combate contra vários fatores como o odor desagradável e contaminações microbianas nos têxteis. Estes fatores ocorrem devido ao crescimento de microrganismos nos têxteis, nomeadamente bactérias e fungos, que provocam alterações estéticas como manchas ou nódoas, descoloração, odores e diminuição da resistência do têxtil. Por outro lado, o desenvolvimento de microrganismos nos têxteis pode também ter consequências para a saúde do consumidor, com a possibilidade de causar infeções. Nesse sentido, a indústria têxtil tem apostado no desenvolvimento de novas técnicas e novos procedimentos, com o objetivo de obter materiais com alguma funcionalidade, quer ela passe pelo fio, pelo acabamento ou estruturas de malha. Deste modo, surgiu a funcionalização antimicrobiana, que consiste na aplicação de agentes antimicrobianos nos têxteis com o objetivo de inibir ou controlar o crescimento de microrganismos, fornecendo propriedades funcionais de forma a reduzir e controlar a formação de odores, reduzir o risco de infeções no usuário e controlar a deterioração dos têxteis.

A funcionalização antimicrobiana pode ser aplicada em diversos têxteis, vestuário desportivo (*sportswear*), vestuário interior (*underwear*), peúgas, vestuário de trabalho ou de proteção pessoal (*protechwear*), têxteis-lar (*homewear*), dispositivos médicos (*medical wear*), entre outros. Com a evolução da tecnologia, surgiu a necessidade de criar vestuário com a capacidade de manter o efeito antimicrobiano por mais tempo e com resistência ao maior número de lavagens possíveis.

1.2 Objetivos

O principal objetivo deste trabalho de investigação foi estudar e determinar a atividade antibacteriana de têxteis funcionalizados com propriedades antimicrobianas produzidos com uma fibra funcionalizada pelo método de extrusão e de têxteis sujeitos a um tratamento de superfície antimicrobiano pelo método de esgotamento. Foram também objetivos desta dissertação:

- Estudar a interferência dos processos de enobrecimento têxtil na bioatividade dos têxteis funcionalizados;
- Avaliar a eficácia da atividade antibacteriana de têxteis funcionalizados após lavagem (20 ciclos);
- Estudar a influência do processo de esterilização das amostras na atividade antibacteriana;
- Relacionar a estrutura dos têxteis com a sua atividade antibacteriana;
- Avaliar as condições de secagem dos têxteis na atividade antibacteriana.

1.3 Impetus Portugal Textil S.A.

O estágio curricular decorreu na Impetus Portugal Têxteis S.A. que pertence ao Grupo IMPETUS, sediada em Barqueiros na Apúlia. O Grupo IMPETUS é constituído por 9 empresas, das quais fazem parte a Impetus Portugal Têxteis S.A. onde as amostras utilizadas neste estudo foram tricotadas, e a Acatel – Acabamentos Têxteis S.A, onde foram realizados os processos de enobrecimento das amostras. Em 2019, o Grupo IMPETUS contou com mais de 800 colaboradores distribuídos pelas diversas empresas.

O processo de tricotagem, realizado na Impetus, subdivide-se em tecnologia de malhas convencional (*cut&sew*) onde o produto é tricotado em teares de diâmetro grande e consequentemente cortado e confeccionado com uma capacidade de produção anual de 1 800 000 kg; e tricotagem em teares de diâmetro médio conhecida por tecnologia *seamless* (sem costura) com capacidade de produção de mais de 3 700 000 peças por ano, fazendo da IMPETUS o maior e mais avançado produtor português do setor a nível tecnológico e um dos mais reconhecidos na Europa.

A Acatel – Acabamentos Têxteis S.A, sediada em Gilmonde, é a unidade produtiva da empresa, sendo responsável pelos processos de tinturaria, estampagem, tingimento à peça e acabamentos. Durante o processo produtivo as malhas, convencionais ou *seamless*, recebem as mais diversas cores, estampados com variados padrões e recebem os acabamentos através das técnicas mais atuais e inovadoras, deixando o produto pronto para o uso final.

A mais recente aposta da Impetus foi na área de negócio dos Dispositivos Médicos, intimamente ligada à criação de um Departamento de Investigação, Desenvolvimento e Inovação (IDI) o qual dedica-se à investigação e desenvolvimento tecnológico para o fabrico de Dispositivos Médicos. Estes, produzidos com o objetivo de responder às necessidades de incontinência ligeira masculina e feminina e registados no Infarmed, fazem parte de uma marca própria da IMPETUS, a ProtechDry.

A missão da IMPETUS é a conceção, desenvolvimento, produção e distribuição de soluções de vestuário em moda íntima e desportiva, no mercado global, criando valor para os acionistas, colaboradores, clientes, fornecedores e comunidade em geral, garantindo a melhor oferta de Produtos e Serviços.

1.4 Estrutura da dissertação

A presente dissertação encontra-se organizada em 5 capítulos. O presente capítulo (Capítulo 1) é dedicado à apresentação e ao enquadramento do trabalho de investigação, descrição dos principais objetivos do trabalho de investigação, e por fim apresentação do local de estágio.

O Capítulo 2 considera o estado de arte no que se refere a aspetos teóricos fundamentais ao desenvolvimento do trabalho, abordando os assuntos principais como, fibras têxteis, tecnologia *seamless* e funcionalização antimicrobiana.

O Capítulo 3 dedica-se à descrição detalhada da parte experimental, os materiais e métodos necessários para a realização deste trabalho de investigação.

O Capítulo 4 diz respeito aos resultados experimentais obtidos e à discussão dos mesmos. Por fim, no Capítulo 5, apresenta-se as principais conclusões do trabalho de investigação e uma avaliação geral do mesmo, confrontando os objetivos iniciais com as metas alcançadas. São também referidas propostas para futuros trabalhos.

2. FIBRAS TÊXTEIS E FUNCIONALIZAÇÃO ANTIMICROBIANA

2.1 Fibras têxteis

As fibras têxteis relacionam-se com a qualidade de vida humana, sendo utilizadas para vários fins, como a produção de vestuário, entre muitos outros. As fibras podem ser classificadas em dois grupos distintos de acordo com a sua origem, podendo ser classificadas em fibras de origem natural ou não natural (Sinclair, 2015). As fibras naturais, como o nome sugere, têm origem na natureza e podem ser fibras de origem animal, vegetal ou mineral. As fibras de origem não natural são produzidas industrialmente a partir de polímeros e são subdivididas em regeneradas ou sintéticas, dependendo da origem do polímero (Sinclair, 2015; Yu, 2015).

As fibras podem ser utilizadas isoladas ou combinadas com outros tipos de fibras para melhorar a qualidade e desempenho do produto final. Desta forma, muitos dos produtos têxteis de hoje são combinações ou misturas de diferentes tipos de fibras que fornecem uma combinação particular de propriedades que melhor se adaptam à forma como o produto será usado. Assim, as fibras são misturadas de forma a compensar atributos ou propriedades mais fracas de um tipo de fibra; melhorar o desempenho do fio ou tecido/malha produzidos; melhorar ou dar uma aparência diferente; melhorar a eficácia do processamento, especialmente de fiação, tecelagem e tricotagem; e, por fim, reduzir custos (Sinclair, 2015).

2.1.1 Fibras naturais

As fibras naturais, como já mencionado anteriormente, podem ser divididas em fibras de origem animal, vegetal e mineral. As fibras de origem animal provêm de secreções glandulares de insetos, que é o caso da seda, ou de pelos de animais, como a lã. As fibras vegetais podem ser provenientes de sementes, caules, folhas e frutos, destacando-se o algodão e o linho. As fibras minerais vêm de rochas com estrutura fibrosa, constituídas por silicatos, destacando-se as fibras de amianto (Sinclair, 2015; Vanconcelos, 2016).

2.1.2 Fibras não naturais

As fibras não naturais resultaram do interesse em produzir fibras não resultantes de processos existentes na natureza, mas sim como consequência da ação humana. Caracteriza-se como fibras não naturais todas as fibras que não são obtidas de maneira natural, sendo produzidas por tratamentos químicos a determinados materiais, como o petróleo ou celulose (Vanconcelos, 2016). Estas fibras possuem propriedades que as tornam geralmente superiores às naturais, sendo mais fortes, duráveis e mais resistentes a microrganismos (Deopura & Padaki, 2015).

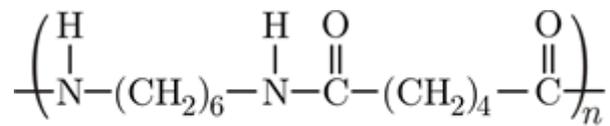
As fibras não naturais subdividem-se em fibras regeneradas e fibras sintéticas. As fibras regeneradas são produzidas através de polímeros naturais que não são utilizados na sua forma original, sendo processados pelo Homem. Uma das primeiras fibras regeneradas foi a viscose, regenerada a partir da polpa de madeira (Sinclair, 2015). As fibras sintéticas são produzidas industrialmente pelo Homem, destacando-se a poliamida e o poliéster.

a) Poliamida

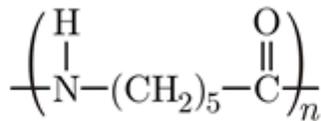
A poliamida (PA), também conhecida por *nylon*, foi a primeira fibra sintética desenvolvida e introduzida no mercado. O termo *nylon* foi introduzido tendo em conta a finura do filamento. Meio quilo de *nylon* pode ser convertido num comprimento equivalente à distância entre Nova York ('ny') e Londres ('lon'), dando origem ao termo *nylon* (Deopura & Padaki, 2015).

A fibra de poliamida caracteriza-se pela sua alta resistência, baixa absorção de humidade, o que explica a rápida secagem dos materiais produzidos com esta fibra. Apresenta um carácter termoplástico, o que obriga a cuidados especiais na sua passagem a ferro. Esta fibra apresenta baixa densidade, o que é importante no fabrico de artigos leve e resistentes (Porto Editora, s.d.). As poliamidas 6 e 6.6 (figura 1) são as duas poliamidas mais manufaturadas, comumente usadas numa ampla gama de aplicações, nomeadamente na indústria têxtil (Deopura & Padaki, 2015). As duas poliamidas compartilham algumas propriedades físicas, mas as suas estruturas químicas são diferentes. A poliamida 6 é composta de um único tipo de monómero, e a poliamida 6.6 é formada por dois monómeros. A forte ligação química entre os dois monómeros dá à poliamida 6.6 uma

estrutura mais cristalina, tornando-a ligeiramente mais rígida e mais resistente a temperaturas mais elevadas do que a poliamida 6 (Deopura & Padaki, 2015).



Poliamida 6.6



Poliamida 6

Figura 1. Estrutura química da poliamida 6.6 e 6.

Na figura 2 apresenta-se um espectro infravermelho de um material têxtil com fio poliamida 6.6 obtido pela técnica de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR – *Fourier transform infrared spectroscopy*). Esta técnica é utilizada na indústria têxtil para caracterização química das fibras têxteis, uma vez que um espectro infravermelho representa a impressão digital de uma amostra (Thermo Scientifi, 2016).

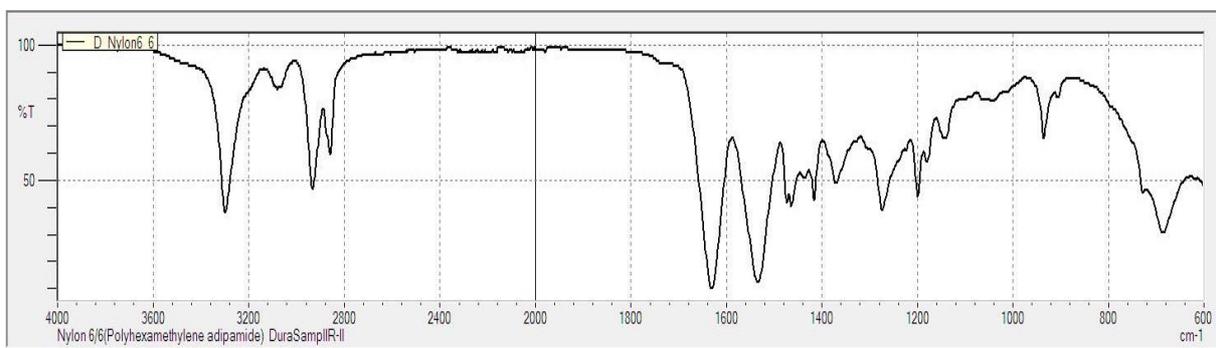


Figura 2. Espectro infravermelho de um material têxtil com fio poliamida 6.6.

b) Poliéster

A fibra de poliéster (PES) é uma fibra sintética de enorme importância, geralmente hidrofóbica e, por consequência, repela a água, e é de secagem rápida com baixa absorção de humidade. Esta fibra é altamente flexível e resistente ao enrugamento e possui elevada durabilidade. A fibra de poliéster é o segundo maior género de fibra produzida e consumida no mundo, sendo precedida pela fibra de algodão (Deopura & Padaki, 2015).

2.1.3 Processo Produtivo do material têxtil

Os materiais têxteis são formados por fibras têxteis, que apresentam estruturas diferentes de acordo com o material e método utilizado no fabrico. O processo produtivo do material têxtil segue o esquema apresentado na figura 3. A primeira fase do processo é a seleção e produção da matéria-prima, ou seja, seleção da fibra ou fibras que serão utilizadas; a fiação, que é o processo de transformação das fibras em fios; após a fiação, procede-se à tecelagem (produção de tecido) ou à tricotagem (produção de malha).

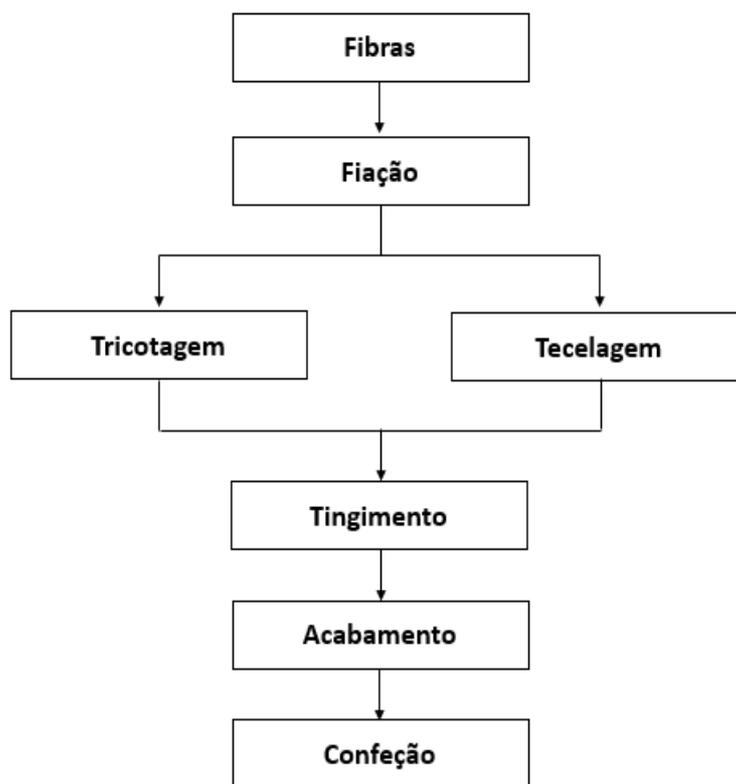


Figura 3. Esquema de um processo produtivo de materiais têxteis.

A tricotagem é dos métodos mais versáteis de produção de produtos têxteis, sendo o processo produtivo de transformação de fios em malha. A tricotagem permite a produção de uma variedade de estruturas que podem combinar padrões extensos na forma de textura e cor (Power, 2015). Estas estruturas podem ser separadas, por ordem de simplicidade, em: *jersey*, *rib* e *interlock* (Catarino, 1998). Dentro da indústria da tricotagem existem dois processos distintos que formam estruturas de malhas diferentes, malha de teia e malha de trama. A malha de trama circular pode ser obtida através de: máquina de pequeno diâmetro (peúgas), 3 a 4 polegadas; máquina de médio diâmetro (*seamless* - sem costura), 11 a 16

polegadas; e máquina de grande diâmetro (convencional - *cut&sew*), 16 a 38 polegadas (Vanconcelos, 2016).

No seguimento destes processos, realiza-se o tingimento que é uma operação na qual se procede à coloração dos materiais têxteis. De seguida, ocorre o acabamento (de natureza química ou mecânica) que permite fornecer as propriedades adicionais à superfície dos materiais (Schindler & Hauser, 2004), como o brilho, o toque e a cor, podendo cada têxtil ser submetido a um ou mais acabamentos (Magalhães, 2015; Roda, 2008). O acabamento mecânico usa principalmente meios físicos para alterar as propriedades do material têxtil e geralmente alterar a sua aparência, tais como exemplo o efeito pele de pêssigo. Por outro lado, o acabamento químico envolve a adição de produtos químicos aos têxteis para atingir o resultado desejado (Schindler & Hauser, 2004). Como exemplo de acabamentos químicos existem os acabamentos suavizantes, que têm por objetivo dar um toque mais suave às malhas; acabamentos de proteção ultravioleta; acabamentos com repelentes, resistentes a insetos; acabamentos antimicrobianos, entre outros. Por último, ocorre a confeção, que abrange a operação de modelagem, corte e costura dos produtos têxteis.

2.1.4 *Seamless*

A tecnologia *Seamless* é um conceito inovador na produção de vestuário quase sem costuras, podendo ser considerada um dos melhores avanços tecnológicos da indústria da moda. Esta tecnologia usa máquinas de tricotagem circulares pré-programadas por computador, para produzir vestuário sem a necessidade de cortar e costurar as malhas, de modo que, pode produzir diretamente produtos acabados e diminuir o processo tradicional de produção, levando a uma economia de custos de produção de até 40% em comparação com a tricotagem convencional. Esta tecnologia consiste na produção de vestuário com os feitios e formas finais através da produção de um ou mais tubos de malha em função do tipo de artigo (figura 4). Estes tubos saem do tear com as bainhas já fechadas e os elásticos embutidos e segue para a tinturaria a fim de tingir. Terminando este processo a malha está pronta para entrar na confeção. Deste modo, é possível desenvolver artigos pronto a vestir em questões de dias ou até mesmo horas (Chio & Powell, 2005; Market, 2013; Santoni, s.d.; Seamless Manufacturing Company, s.d.)



Figura 4. Produção de tubos para vestuário sem costura por uma máquina de tricotagem circular. Adaptado de Chio & Powell, (2005).

Devido à tecnologia de programação da tecnologia *seamless*, é possível personalizar padrões ou designs (figura 5) no vestuário sem costura, de modo que os fabricantes podem combinar os designs com as diferentes estruturas de malhas para criar um produto final de alta qualidade (Market, 2013; Santoni, s.d.; Seamless Manufacturing Company, s.d.). O vestuário *seamless* é flexível, macio, respirável e não restringe os movimentos do corpo, uma vez que se ajustam ao mesmo. Os principais produtos sem costura são vestuário íntimo e vestuário desportivo (Market, 2013).



Figura 5. Vestuário de malha *seamless* com diferentes designs personalizados. Fonte: Prozis, (2021).

2.2 Funcionalização antimicrobiana

Os materiais têxteis são um excelente microambiente para a proliferação de microrganismos, uma vez que a própria fibra fornece um meio para a adesão microbiana; e o corpo humano é um ambiente propício para o desenvolvimento e multiplicação de microrganismos devido ao microclima quente e húmido que é criado pela produção de suor. De forma semelhante, secreções corporais, poeiras e sujidade fornecem um ambiente rico em nutrientes para o crescimento microbiano (Roy Choudhury, 2017; Walter, et al., 2014). Por sua vez, as bactérias e fungos podem ser encontrados em todos os lugares, e, portanto, o contacto com os têxteis é extremamente provável (Periolatto, et al., 2017).

No entanto, a proliferação dos microrganismos nos têxteis é indesejável, provocando inúmeros inconvenientes. Odor desagradável, perda de resistência, manchas, descoloração e alterações no aspeto ou degradação do material, são efeitos da biodeterioração dos têxteis (figura 6 (a)) (Jabar, 2021; Periolatto, et al., 2017; Schindler & Hauser, 2004; Sun, 2016; Teufel & Redl, 2006; Vieira, 2006). O odor desagradável desenvolve-se quando as bactérias convertem a transpiração humana em substâncias com mau odor, como ácido carboxílico, aldeídos e aminas (Landage & Wasif, 2012; Thilagavathi & Viju, 2016).

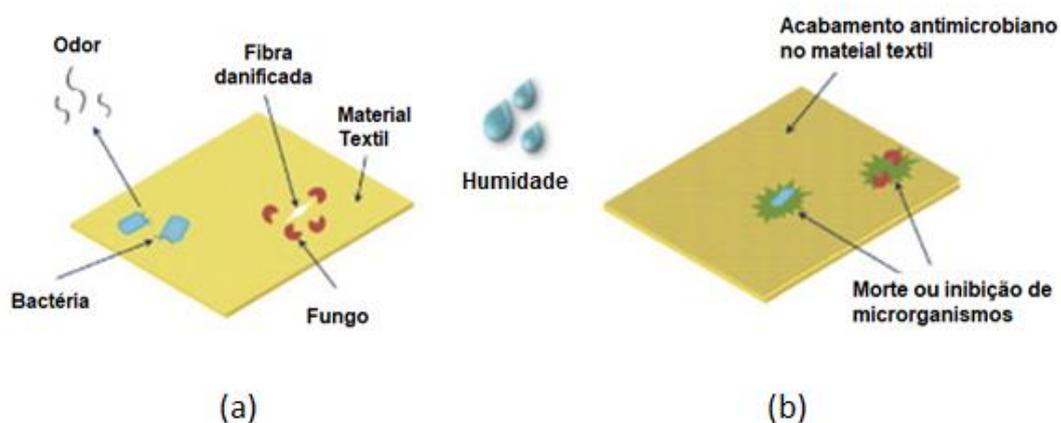


Figura 6. Representação esquemática de (a) ataque microbiano em têxteis não funcionalizados e (b) atividade antimicrobiana de têxteis funcionalizados em relação aos microrganismos. Adaptado de Naebe, et al., (2021).

O crescimento de microrganismos tem também inconvenientes para o próprio utilizador do material têxtil, podendo causar problemas de saúde que variam de um simples desconforto a irritação física, sensibilização alérgica, respostas tóxicas, infeções e contribuir para a transmissão de doenças (Teufel & Redl, 2006). Assim sendo, existe uma grande

preocupação com os têxteis, principalmente os têxteis usados em hospitais, como dispositivos médicos ou para cuidados de saúde e higiênicos, mas também com vestuário de esporte e interior. Deste modo, surgiu a funcionalização antimicrobiana, a qual é a aplicação de agentes antimicrobianos nos têxteis (figura 6 (b)). Esta aplicação remonta à antiguidade, quando os antigos egípcios usavam especiarias e ervas para preservar as urdidadas das múmias (Roy Choudhury, 2017; Shahidi & Wiener, 2012). A funcionalização antimicrobiana dos têxteis revelou-se crucial no combate à proliferação microbiana nas superfícies das fibras, permitindo a inibição da degradação dos materiais têxteis, redução da formação dos maus odores e potencial redução da propagação de infecções (Ferrero & Periolatto, 2012; Walter, et al., 2014).

2.2.1 Microrganismos nos materiais têxteis

Os têxteis podem estar expostos a microrganismos durante a produção, o uso ou o seu armazenamento. Os principais microrganismos responsáveis pelo ataque às fibras têxteis são as bactérias e os fungos (Shahidi & Wiener, 2012).

As bactérias são seres procariontes de pequenas dimensões, geralmente visíveis ao microscópio de baixa potência. As bactérias reproduzem-se por fissão binária, dividindo-se em duas células-filhas idênticas. Quando as condições são favoráveis, como temperatura e nutrientes adequados, algumas bactérias podem duplicar a cada 20 minutos (Roy Choudhury, 2017; Schindler & Hauser, 2004).

As bactérias podem ser divididas em duas classes, as Gram-positivas e as Gram-negativas (figura 7). As bactérias Gram-positivas possuem uma parede celular grossa envolvendo a membrana citoplasmática que é composta por peptidoglicanos e ácidos

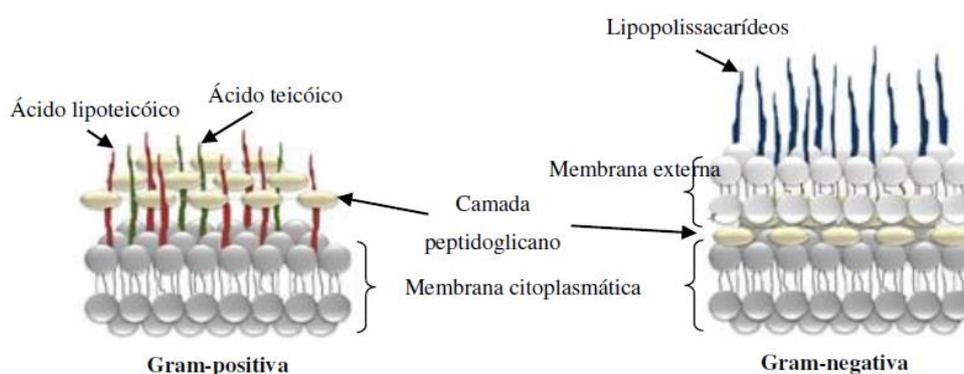


Figura 7. Características estruturais das membranas das bactérias Gram-positivas e Gram-negativas. Fonte: Água, 2015.

teicoicos. As bactérias Gram-negativas possuem maior complexidade de parede celular, com duas camadas externas. Neste caso, após a membrana celular existe uma fina camada de peptidoglicano e externamente uma camada assimétrica constituída por lipopolissacáridos (Scacchetti, 2017).

O ser humano contacta frequentemente com bactérias que existem por todo o lado. A pele de um indivíduo saudável não é estéril, uma vez que contém bactérias não patogénicas que atuam como uma barreira natural e protegem contra o crescimento excessivo de microrganismos patogénicos (microbioma da pele). A proteção contra estes microrganismos é devido, por exemplo, ao facto das bactérias comensais da pele reduzirem o pH, criando assim condições para que os microrganismos patogénicos não se consigam alojar e proliferar (Walter, et al., 2014).

As bactérias interagem com as fibras através da aderência inicial, crescimento sucessivo e dano das fibras, e propagação entre elas. A adesão das bactérias pode dar origem a formação de biofilmes. O biofilme é uma comunidade complexa de células envolvidas numa matriz que as protege contra as agregações externas (Sedlarik, 2013; Thilagavathi & Viju, 2016). As principais bactérias encontradas nos têxteis são *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, e *Pseudomonas aeruginosa* (Magalhães, 2015).

Staphylococcus aureus (ATCC 6538), é descrita na literatura como sendo usada na maioria dos testes de avaliação de atividade antibacteriana de têxteis funcionalizados, sendo esta bactéria das mais comuns em infeções hospitalares e também das que mais degradam os materiais têxteis. A *S. aureus* é uma bactéria Gram-positiva, consegue crescer em ambientes com temperatura entre 7 e 46 °C e tem uma temperatura ótima de crescimento (temperatura à qual a taxa específica de crescimento é máxima) entre 35 e 37 °C (Asae, s.d.; Bush, 2021).

Para além das bactérias, os fungos são microrganismos relevantes. No caso do vestuário interior, os fungos adotam muitas vezes o papel de agentes contaminantes, podendo provocar infeções (Vieira, 2006).

2.2.2 Mecanismos de ação dos agentes antimicrobianos

Os agentes antimicrobianos podem ter um efeito biocida ou biostático. Os agentes biocidas causam a morte direta de microrganismos, em contrapartida, os agentes biostáticos inibem/controlam o crescimento e a multiplicação de microrganismos, sendo geralmente

inibidores de algum processo bioquímico, como por exemplo a síntese proteica (figura 8). Esta classificação é importante para atender às regulamentações governamentais, uma vez que os agentes biocidas são rigorosamente monitorados e controlados. Por outro lado, os têxteis com propriedades biostáticas estão sujeitos a menos regulamentações (Ristić, et al., 2011; Roy Choudhury, 2017; Schindler & Hauser, 2004; Thilagavathi & Viju, 2016).

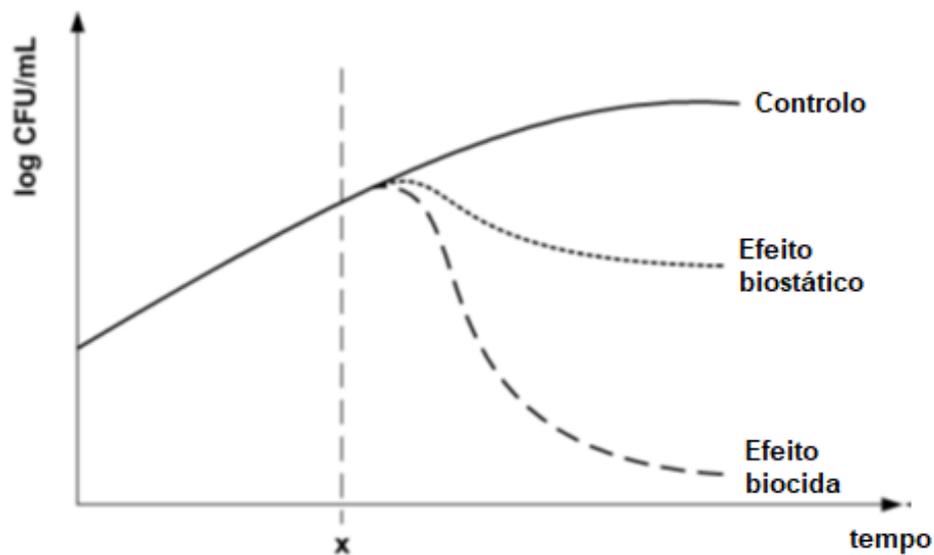


Figura 8. Efeito biocida/biostático de agentes antimicrobianos nas taxas de crescimento microbiano (x indica adição de um agente; CFU - “Colony forming units” – unidades formadoras de colónias). Adaptado de Ristić, et al., (2011).

A seleção do tratamento antimicrobiano aplicado nos têxteis está relacionada com a sua utilização. Os materiais têxteis com características biostáticas podem ser interessantes para aplicação em artigos de desporto, evitando assim a proliferação de microrganismos, combatendo a degradação da material e formação de odores desagradáveis. Em contrapartida, a aplicação de agentes biocidas é mais comum no desenvolvimento de têxteis médicos, uma vez que nestes casos é necessário assegurar a completa desinfecção das superfícies dos materiais, reduzindo assim o risco de transmissão de doenças (Scacchetti, 2017).

O modo de ação/atividade antimicrobiana depende da concentração da substância ativa no material têxtil. Para ser biocida e biostático, o agente antimicrobiano deve estar presente em concentrações superiores à concentração biocida mínima (CBM), e iguais à concentração inibitória mínima (CIM), respetivamente (Ristić, et al., 2011; Yip & Luk, 2016).

Os mecanismos pelos quais as substâncias antimicrobianas controlam o crescimento de microrganismos são variados e dependem do tipo de agente antimicrobiano usado (Ristić, et al., 2011; Yip & Luk, 2016). Esses diferentes mecanismos/modos de ação podem ser: (1) danos ou inibição da síntese da parede celular, que é essencial para a vida e sobrevivência dos microrganismos; (2) inibição da função da membrana celular, sendo esta uma barreira importante que regula o fluxo intra e extracelular de substâncias, e pode resultar na fuga de solutos vitais para a sobrevivência das células; (3) inibição da síntese proteica, que é à base das enzimas e estruturas celulares, levando à morte do microrganismo ou inibição do seu crescimento e multiplicação; (4) inibição da síntese de ácidos nucleicos (DNA e RNA) devido à ligação de alguns agentes antimicrobianos a componentes envolvidos no processo de síntese de DNA ou RNA, e por conseguinte, essa inibição interfere nos processos celulares normais, comprometendo a multiplicação e sobrevivência dos microrganismos; (5) a inibição de outros processos metabólicos, como por exemplo, a interrupção da via do ácido fólico, que é essencial para que os microrganismos produzam precursores importantes para a síntese de DNA (Morais, et al., 2016).

Os agentes antimicrobianos aplicados em têxteis podem ser divididos em dois grupos com base no modo de atuação, por difusão ou por contacto. Os agentes antimicrobianos que atuam por difusão, operam por um mecanismo de libertação controlada. O agente é lentamente libertado sobre a superfície do têxtil ou da fibra têxtil. Este modo de atuação pode ser muito eficiente contra microrganismos na superfície da fibra ou no ambiente circundante. Contudo, estes compostos migram da superfície da fibra onde foram aplicados para o exterior, o que dá origem a um consumo significativo do composto, e conseqüentemente uma diminuição da eficácia e durabilidade da funcionalização antimicrobiana. Por outro lado, o agente antimicrobiano libertado para o meio ambiente pode interferir com outros microrganismos que não os microrganismos alvo, como por exemplo a flora normal da pele, dando origem a disbiose (desequilíbrio do microbioma da pele), alergias, irritações, entre outros efeitos indesejáveis (Ristić, et al., 2011; Roy Choudhury, 2017; Thilagavathi & Viju, 2016; Vieira, 2006).

O segundo modo de atuação de agentes antimicrobianos consiste em produtos que atuam por contacto. Neste caso, o composto efetua o controlo microbiano na superfície da fibra, sem possibilidade de libertação ou migração para o meio ambiente circundante, uma

vez que as substâncias estão permanentemente ligadas à superfície da fibra (Ristić, et al., 2011; Thilagavathi & Viju, 2016). Devido a esta ligação química não perde a sua eficácia, fornecendo um tratamento mais duradouro, retendo a sua funcionalidade durante o ciclo de vida do material têxtil, podendo suportar mais de 40 lavagens (Landage & Wasif, 2012). Para além disso, devido ao facto de não se difundirem para o exterior, são menos absorvidos pela pele, fazendo com que sejam mais inócuos para o utilizador (Vieira, 2006).

2.2.3 Métodos de aplicação dos agentes antimicrobianos

A seleção do método de aplicação dos agentes antimicrobianos é um parâmetro importante para alcançar a eficácia e durabilidade desejadas da funcionalização antimicrobiana. Existem diferentes métodos de aplicação de agentes antimicrobianos e estes podem ser aplicados em diferentes etapas do processo de produção dos materiais têxteis (Nayak & Padhye, 2015).

Um dos métodos de aplicação é a sua aplicação direta no polímero das fibras pelo método de extrusão, originando fibras funcionalizadas com propriedades antimicrobianas. Este método permite uma maior durabilidade da funcionalização e maior resistência às lavagens, uma vez que o agente antimicrobiano faz parte integrante da estrutura da fibra e é lentamente libertado durante o uso do têxtil. No entanto, este método tem como desvantagem o facto de só poder ser aplicado em fibras regeneradas ou sintéticas, e não em fibras naturais (Naebe, et al., 2021; Nayak & Padhye, 2015; Roy Choudhury, 2017; Schindler & Hauser, 2004; Yip & Luk, 2016). Este método de fabricação tem sido utilizado por alguns fabricantes, como as fibras de poliéster Bioactive® com prata desenvolvida pela Trevira e as fibras de acetato de celulose Silfresh® com triclosan fabricada pela Novaceta (Gao & Cranston, 2008; Nayak & Padhye, 2015; Roy Choudhury, 2017).

Um outro método de aplicação é o método de esgotamento no qual, o material têxtil fica em contacto permanente com a solução contendo o agente antimicrobiano por um certo período de tempo, temperatura e rotação de forma a promover a ligação química por afinidade com o material têxtil (Jabar, 2021; Naebe, et al., 2021). O método de impregnação é outro método de aplicação, e neste método o material têxtil passa por um conjunto de rolos paralelos, a uma determinada pressão e velocidade de forma a garantir uma penetração

uniforme do agente antimicrobiano (Morisso & Silva, 2017). Contudo, nestes métodos o agente antimicrobiano é aplicado sobre a superfície dos têxteis, apresentando pouca durabilidade após lavagem. Estes métodos exigem a remoção de uma grande quantidade de água durante a secagem. A evaporação da água da superfície do têxtil pode levar a uma distribuição desigual do tratamento no têxtil seco devido à migração do agente antimicrobiano na sua superfície. Outra desvantagem destes métodos são os elevados gastos de energia associados à secagem de grandes volumes de água (Nayak & Padhye, 2015).

2.2.4 Agentes antimicrobianos nos têxteis

Para serem aceites e bem-sucedidos, os tratamentos e agentes antimicrobianos usados na funcionalização de têxteis devem satisfazer uma série de requisitos. O tratamento antimicrobiano deve ser eficaz contra uma ampla gama de microrganismos, apresentar baixa toxicidade, e não causar reações alérgicas ou irritação no utilizador; não deve interferir no microbioma da pele do usuário, importante para a saúde e equilíbrio da pele; o tratamento antimicrobiano deve ser durável e resistente perante o processamento e pós-tratamento de têxteis, como lavagem doméstica, secagem e engomagem, uma vez que os materiais têxteis são submetidos a repetidas lavagens ao longo da sua vida útil; o tratamento não deve afetar negativamente a qualidade ou aparência do material têxtil (resistência, manuseio, e aspetos de conforto); o tratamento antimicrobiano deve ser compatível com outros processos e acabamentos químicos têxteis, como o tingimento e por fim, deve ter boa relação custo-benefício, devendo estar em conformidade com as regulamentações governamentais e não gerar substâncias prejudiciais ao fabricante e ao meio ambiente (Ristić, et al., 2011; Shahidi & Wiener, 2012; Thilagavathi & Viju, 2016; Yip & Luk, 2016).

Hoje em dia, existe uma grande variedade de agentes antimicrobianos disponíveis no mercado. A seleção de um agente antimicrobiano depende de vários critérios, como o mecanismo de atividade antimicrobiana, a sua eficácia em bactérias e fungos, toxicidade, método de aplicação e custo (Tomšić, et al., 2009). Entre os mais usados na indústria têxtil, encontram-se os compostos de amónio quaternário, metais como a prata, entre outros.

a) Compostos de amónio quaternário (QACs)

Os compostos de amónio quaternário em particular os que contêm cadeias de 12-18 átomos de carbono, têm sido os mais usados na indústria têxtil (Morais, et al., 2016). A existência de uma carga positiva no átomo de azoto em solução, permite que ocorram vários efeitos nos microrganismos, incluindo destruição das membranas celulares, desnaturação de proteínas e a inibição da produção de DNA evitando a multiplicação. Durante a inativação das células microbianas, o grupo quaternário de amónio mantém-se intacto e retêm a sua capacidade antimicrobiana, enquanto o composto estiver ligado aos têxteis (Gao & Cranston, 2008). Alguns produtos comerciais de QAC na forma de agentes ativos estão disponíveis, como BIOGUARD[®] (Hamilton, Nova Zelândia), Sanigard KC e Sanitized[®] (Burgdorf, Suíça) (Morais, et al., 2016; Periolatto, et al., 2017).

b) Triclosan

O triclosan é um composto fenólico que inibe o crescimento microbiano. Apresenta uma ampla gama de ação contra bactérias Gram-negativas e Gram-positivas, mas também apresenta algumas propriedades antifúngicas e antivirais. Este agente biocida atua principalmente bloqueando a biossíntese de lípidos, afetando a integridade das membranas celulares (Periolatto, et al., 2017). O triclosan é usado principalmente em associação com poliéster, poliamida, polipropileno, acetato de celulose e fibras acrílicas. Existem diversos produtos disponíveis no mercado de triclosan, seja como agente isolado para opção de acabamento ou para incorporação em fibras, como Microban[®] (Cannock, Reino Unido) e Irgaguard[®] 1000 (Ludwigshafen, Alemanha), ou ainda já incorporado na forma de fibra ou tecido, como o BiofresH[™] (Salem, MA, EUA) e Silfresh[®] (Magenta, Itália). Apesar da sua capacidade antimicrobiana, este composto foi proibido em alguns países da Europa, devido à elevada resistência bacteriana observada e a problemas ambientais (Morais, et al., 2016; Periolatto, et al., 2017).

c) Quitosano

O quitosano é um biopolímero natural, obtido a partir do exoesqueleto de crustáceos, como caranguejos e camarões. Este apresenta atividade antimicrobiana contra um amplo espectro de microrganismos, incluindo fungos, algas e algumas bactérias e é usado principalmente em fibras de algodão, poliéster e lã. O modo de ação antimicrobiana não é claro, no entanto, é geralmente aceite que a primeira etapa é sempre baseada na interação entre as cargas positivas do grupo de amina primária e as cargas negativas na superfície dos microrganismos. Esta interação provoca alterações na superfície e na permeabilidade celular, o que conduz à perda de substâncias intracelulares, inibindo o crescimento de microrganismos (Ferrero & Periolatto, 2012; Jabar, 2021; Morais, et al., 2016; Periolatto, et al., 2017; Shahid-ul-Islam, et al., 2013). Esta capacidade antimicrobiana, juntamente com a sua não toxicidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade, facilita a aplicação emergente do quitosano na ciência alimentar, agricultura, medicina, produtos farmacêuticos e têxteis (Gao & Cranston, 2008). Existe um produto comercial deste polímero natural para ser utilizado como tratamento de funcionalização de superfície, o produto Eosy[®]. Além disso, uma fibra composta de quitosano e viscosa, denominada Crabyon[®], está disponível comercialmente, apresentando uma eficácia antimicrobiana durável (Periolatto, et al., 2017).

d) Polihexametileno de biguanida (PHMB)

Polihexametileno de biguanida é um biocida amplamente utilizado para inúmeras aplicações. Tem sido usado como desinfetante em piscinas, na indústria alimentar, em hospitais como um agente antisséptico para prevenir infeções de feridas e na indústria têxtil como agente antimicrobiano. Este composto é eficaz contra bactérias Gram-positivas, Gram-negativas e fungos (Gao & Cranston, 2008; Ristić, et al., 2011). Estes compostos atuam na parede celular das células microbianas e causam a sua rutura. Curativos de hidrogel para feridas à base de PHMB como agente antimicrobiano já estão disponíveis, como por exemplo Kendall[™] (Medtronic) (Ristić, et al., 2011). Alguns produtos têxteis à base de PHMB, como Biozac ZS e Reputex[®], já surgiram também no mercado como produtos de acabamento antimicrobiano (Periolatto, et al., 2017).

e) Metais e sais metálicos

Os metais e os sais metálicos têm sido aplicados na indústria para conferir propriedades antimicrobianas aos materiais. A prata (Ag) é um dos agentes antimicrobianos mais utilizados na indústria têxtil, embora alguns outros metais como zinco, cobre e cobalto tenham demonstrado inibição efetiva de microrganismos (Ristić, et al., 2011).

A prata age como agente antimicrobiano para uma ampla gama de microrganismos, como bactérias Gram-negativas e Gram-positivas, fungos, vírus e algas. Para além disso, não constitui um grande risco para a saúde humana, especialmente em baixas concentrações (Simončič & Klemenčič, 2015; Tomšič, et al., 2009), podendo ser usado para reduzir infeções, prevenir a colonização microbiana em dispositivos médicos, bem como em têxteis (Gao & Cranston, 2008; Ristić, et al., 2011; Shahidi & Wiener, 2012).

A Prata ioniza-se na presença de água e fluidos corporais (como por exemplo suor) de forma a ocorrer libertação de iões de prata carregados positivamente que são absorvidos pela membrana celular dos microrganismos (Lansdown, 2006). Uma vez dentro das células, os iões de prata interferem ativamente com a bioquímica de replicação celular, ligando-se às proteínas (enzimas). Consequentemente, a célula é incapaz de controlar a sua pressão osmótica e o seu conteúdo vaza, resultando na sua morte (figura 9). Nas fibras sintéticas, as partículas de prata podem ser incorporadas no polímero antes da extrusão, enquanto nas fibras naturais só pode ser realizado na fase de acabamento. Além disso, as características físicas e químicas da fibra e a quantidade de prata aplicada também interfere na durabilidade da funcionalização (Gao & Cranston, 2008; Shahidi & Wiener, 2012; Simončič & Klemenčič, 2015).

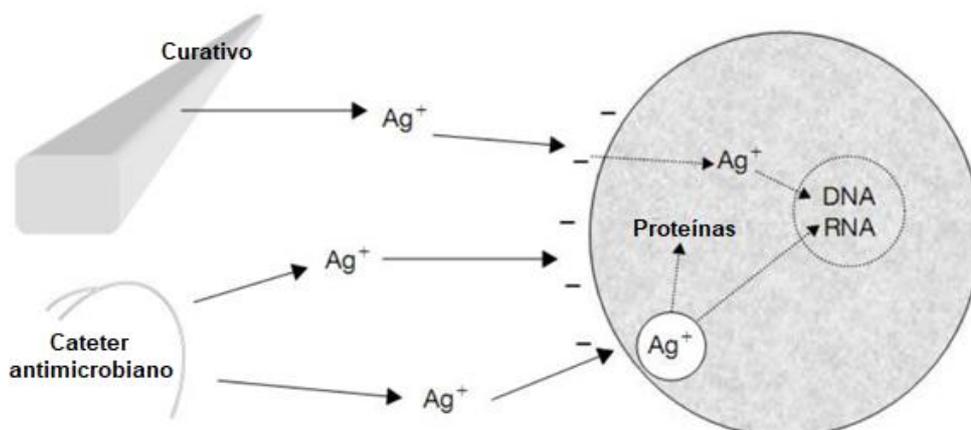


Figura 9. Mecanismos de ação da prata. Adaptado de Landage & Wasif, (2012).

Vários produtos comerciais baseados em prata estão disponíveis para tratamentos antimicrobianos ou incorporação de fibras, ou já na forma de fibra. O Silpure® é um exemplo de um produto comercial, que utiliza cristais de prata ultrafinos que libertam iões de prata de forma a controlar o crescimento microbiano. O vestuário tratado com Silpure® evita a descoloração do tecido e proporciona uma limpeza e frescura duradouras. O Ultra-Fresh® apresenta boa compatibilidade com outros acabamentos, podendo ser aplicado em fibras naturais e em fibras sintéticas (Ultra-Fresh, 2021). O Polygiene® é outro tratamento antimicrobiano com cloreto de prata, que inibe o crescimento de microrganismos. Este tratamento antimicrobiano também é compatível com outros acabamentos, podendo ser aplicado durante a fase de acabamento junto com outros produtos, o que por sua vez, minimiza o impacto ambiental porque não necessita de mais energia ou água. O Polygiene possibilita que o vestuário seja usado algumas vezes antes de lavar, e pode ser lavado a baixa temperaturas o que leva a que não se gaste energia, água, tempo e dinheiro desnecessário (Polygiene, 2021). Relativamente a exemplos de fibras antimicrobianas, a XT2® da Noble Biomaterials, Inc. é uma fibra de poliamida funcionalizada com prata. Esta fibra mantém o seu poder anti-odor mesmo após algumas lavagens e mantém a sua natureza flexível (Noble, 2021).

2.2.5 Avaliação da atividade antimicrobiana

A avaliação da atividade antimicrobiana dos têxteis revelou-se necessária, e nesse sentido, foram desenvolvidos vários métodos para determinar a eficácia de têxteis funcionalizados com essa propriedade. Estes métodos permitem o crescimento de microrganismos na presença de um substrato têxtil e, em seguida, avaliam a sua atividade antimicrobiana em relação a microrganismos como bactérias, fungos ou vírus. Apesar de existirem testes antibacterianos, antifúngicos e antivirais, os dois primeiros são os mais praticados devido ao seu maior impacto nas propriedades físicas e químicas dos têxteis (Naebe, et al., 2021). Os métodos de avaliação da atividade antimicrobiana são, geralmente, divididos em métodos qualitativos e métodos quantitativos. Os métodos qualitativos permitem classificar qualitativamente o desempenho do substrato têxtil e os métodos quantitativos permitem avaliar a redução da sua carga microbiana.

a) Métodos qualitativos

Os métodos qualitativos são mais rápidos e fáceis de realizar, sendo principalmente usados quando existe um elevado número de amostras para testar e é necessária uma triagem. Os métodos de teste qualitativos são baseados em testes de difusão em agar, uma vez que o material têxtil é colocado em contacto com meios de agar inoculados com os microrganismos em estudo. A ISO 20645:2004, AATCC 147:2004 e JIS L 1902:2008 são alguns exemplos de normas com testes de difusão em agar.

Na ISO 20645, a amostra de teste é colocada entre duas camadas de agar, onde a camada inferior consiste apenas em agar e a camada superior é inoculada com o microrganismo em estudo (ISO 20645:2004). Na norma JIS L 1902, a amostra de teste é colocada sobre uma camada de agar contendo os microrganismos incorporados no próprio meio de cultura (JIS L 1902:2008), enquanto na norma AATCC 147, a camada de agar é coberta com microrganismos antes da amostra de teste ser colocada sobre ela (AATCC 147:2004).

Estes métodos medem a atividade antimicrobiana observando a formação de halo de inibição nas amostras de teste, ou seja, os locais onde há inibição do crescimento dos microrganismos. Nenhum crescimento diretamente abaixo da amostra indica a presença de atividade antimicrobiana. No entanto, se o agente antimicrobiano estiver firmemente ligado ao material têxtil, impedirá a difusão no agar, não se devendo esperar a formação de halo de inibição. Caso o agente antimicrobiano se difunda no agar, ocorre a formação de halo de inibição e o tamanho deste fornece alguma indicação da eficácia da atividade antimicrobiana ou da taxa de libertação do agente ativo (Gao & Cranston, 2008; Naebe, et al., 2021; Pinho, et al., 2011; Roy Choudhury, 2017; Teufel & Redl, 2006).

b) Métodos quantitativos

Os métodos quantitativos também são conhecidos como testes de adsorção ou suspensão. Através destes métodos obtém-se valores do desempenho antimicrobiano, tendo em conta a redução do crescimento microbiano. Contudo, são mais demorados que os testes qualitativos e mais dispendiosos em termos de tempo e material (Naebe, et al., 2021).

Neste tipo de testes, um inóculo é colocado diretamente na amostra a testar, garantindo um contato íntimo entre a amostra e os microrganismos. Depois de incubar os tecidos inoculados a 37 °C durante cerca de 24 h, os microrganismos são removidos da amostra e o número total é determinado por diluição em série e plaqueamento em meio de agar. O desempenho antimicrobiano da amostra de teste é calculado como uma porcentagem de inibição microbiana em comparação com uma amostra não tratada com um agente antimicrobiano (Gao & Cranston, 2008; Naebe, et al., 2021).

Estes métodos de avaliação de atividade antimicrobiana são frequentemente realizados em condições artificiais que promovem o crescimento microbiano, pelo que para imitar mais de perto uma situação mais realista, a norma JIS L 1902:2008 recomenda o uso de células suspensas em meio altamente diluído para limitar os níveis de nutrientes (JIS L 1902:2008).

2.2.6 Avaliação da durabilidade da funcionalização antimicrobiana em têxteis

A durabilidade da atividade antimicrobiana é do interesse do consumidor. A eficácia dos têxteis funcionalizados deve permanecer constante durante o maior tempo possível, de preferência durante toda a vida útil do têxtil. No entanto, a sua durabilidade depende do método de aplicação do agente antimicrobiano, da estabilidade/consumo e da concentração do agente antimicrobiano. A redução da concentração do agente antimicrobiano resulta na perda de eficácia do têxtil em termos da funcionalização em causa. De forma a avaliar a durabilidade da atividade antimicrobiana de têxteis funcionalizados, esta deve ser testada após vários ciclos de lavagem. Se a atividade antimicrobiana diminuir significativamente, o têxtil funcionalizado apresenta baixa durabilidade de funcionalização (Hilgenberg, et al., 2016).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Preparação e caracterização das amostras

As amostras têxteis usadas neste trabalho foram produzidas na empresa Impetus Portugal – Têxteis Sa para posterior processo de tingimento e acabamento na empresa Acatel – Acabamentos têxteis Sa. Neste trabalho utilizaram-se malhas produzidas com fibra de poliamida funcionalizada com prata (Ag) pelo método de extrusão (processo A – fibra funcionalizada) e malhas sujeitas a um tratamento de funcionalização de superfície antimicrobiano com cloreto de prata (AgCl) pelo método de esgotamento (processo B – malhas funcionalizadas), de forma a obter atividade antimicrobiana nos materiais têxteis.

As estruturas de malha utilizadas neste trabalho foram de malha de trama com tecnologia *seamless*. As diferentes estruturas faziam parte de um design de uma peça de vestuário com a aparência da figura 10, onde se exemplifica a aplicação de quatro estruturas de malha diferentes derivadas de jersey. Para este trabalho de investigação, tricotou-se um tubo de cada estrutura de malha (E1, E2, E3 e E4), e um quinto tubo de malha com estrutura jersey (E5). Para a tricotagem das malhas foi utilizada uma máquina de diâmetro de 13 polegadas com 1152 agulhas, nas mesmas condições e mesma afiação de máquina, utilizando os mesmos lotes de fio de modo a evitar variabilidades entre estruturas.

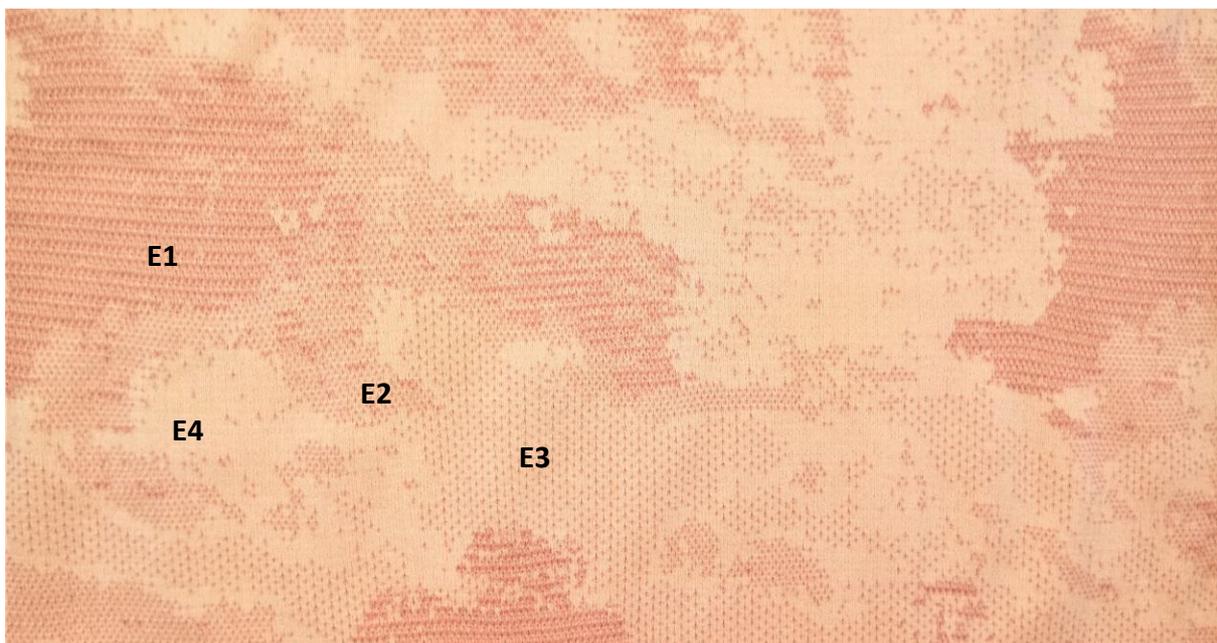


Figura 10. Fotografia de um design de uma malha de trama com tecnologia *seamless* de uma peça de vestuário com as diferentes estruturas (E1, E2, E3 e E4) fornecida pela Impetus S.A.

Após a produção das malhas, as mesmas foram tratadas na Acatel para ser efetuado o seu enobrecimento, dividindo o processo em quatro etapas. Assim, numa primeira etapa ocorreu o tingimento onde foram introduzidos produtos auxiliares e os corantes para tingir a fibra de poliamida, seguindo-se a etapa de neutralização, fixação, e acabamento, onde foi adicionado o amaciador, de forma a dar um toque mais suave às malhas. Na figura 11 apresenta-se o gráfico da temperatura *versus* tempo do processo de enobrecimento têxtil. Na tabela 4 do anexo I-A apresenta-se os produtos introduzidos em cada uma das etapas do processo de enobrecimento têxtil.

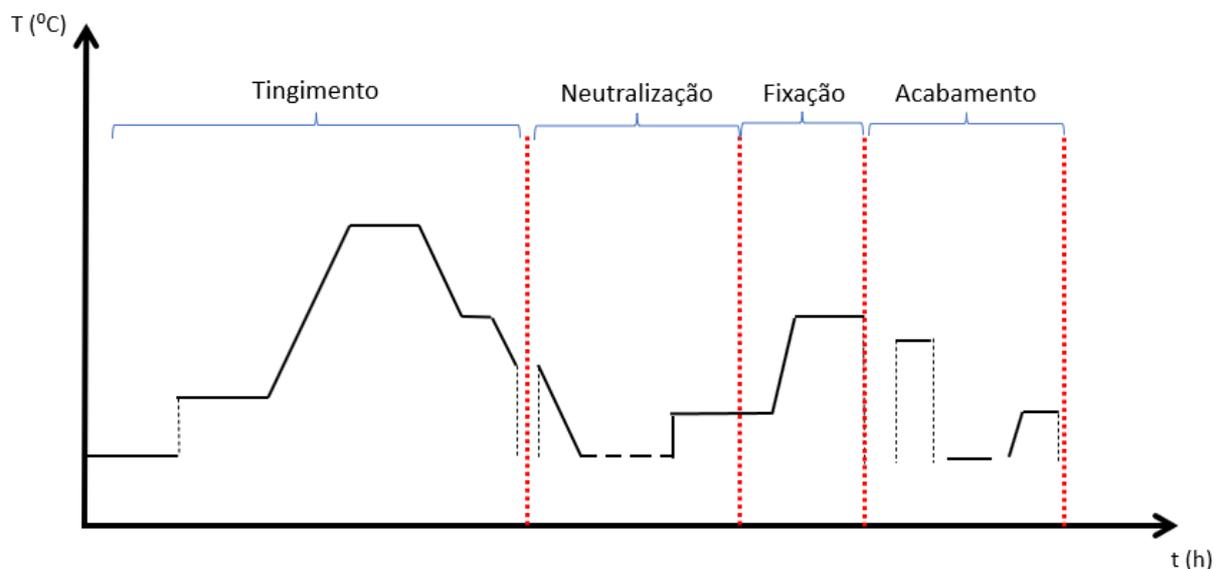


Figura 11. Esquema gráfico do processo de enobrecimento dos têxteis dividido em quatro etapas.

3.1.1 Preparação das amostras

No processo A utilizaram-se as quatro estruturas de malha derivadas de jersey (E1A, E2A, E3A e E4A) com a composição de 70 % de poliamida (com 8 % de fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão) e 30 % de poliéster, e uma quinta malha com estrutura jersey com 100 % de fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão (E5A). A estrutura E5A em cru foi usada como controlo positivo para todos os ensaios. A designação cru, é dada às malhas obtidas no processo de tricotagem, ou seja, sem ter sofrido qualquer processo de enobrecimento. Esta amostra sofreu uma lavagem a 95 °C para a remoção dos óleos de enzimagem.

Neste processo, retirou-se uma amostra no fim de cada etapa de processamento, isto é, no fim do tingimento, neutralização, fixação e acabamento. Estas amostras sofreram um processo de secagem a 90 °C durante 15 min. Na figura 12, apresenta-se um plano de amostragem do processo A, durante o processo de enobrecimento dos têxteis.

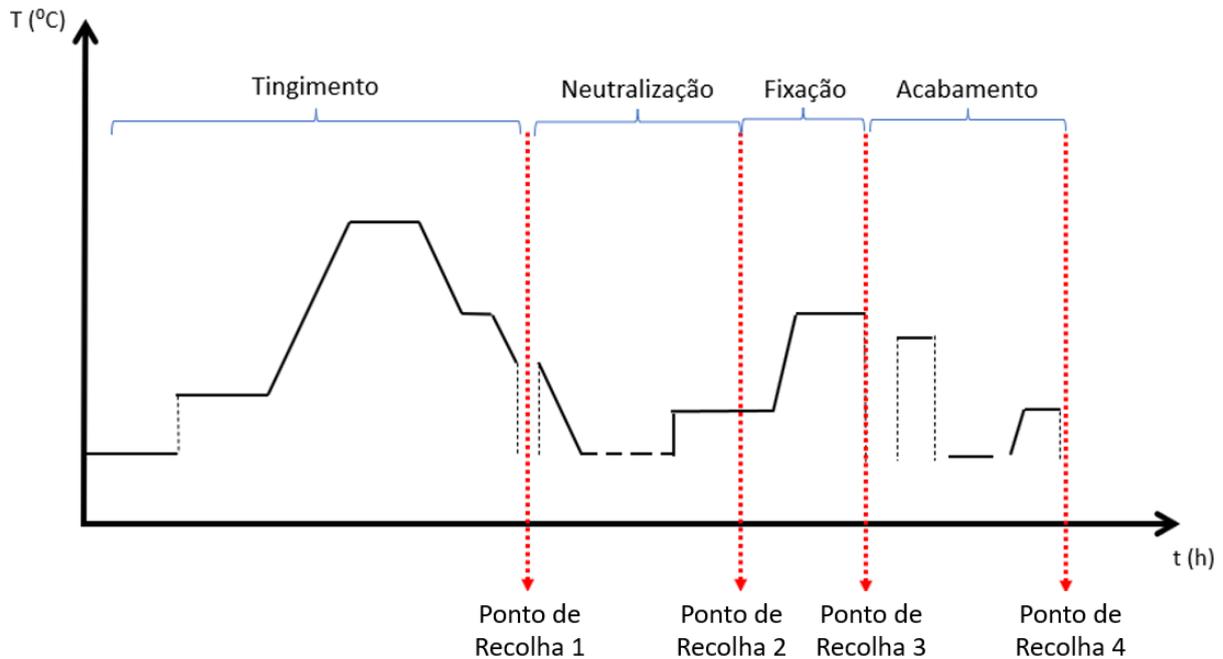


Figura 12. Plano de amostragem do processo A.

No processo B, o agente antimicrobiano foi aplicado aos tubos de malha tricotados na etapa final do processo de enobrecimento dos têxteis (acabamento). Assim, utilizaram-se novamente quatro estruturas de malha derivadas de jersey (E1B, E2B, E3B e E4B), tendo como composição 70 % de poliamida e 30 % de poliéster, e uma quinta malha com estrutura jersey com composição de 100 % poliamida (E5B). A estrutura E5B cru foi usada como controlo negativo, que por sua vez sofreu também uma lavagem a 95 °C para a remoção dos óleos de enzimagem.

Neste processo retirou-se uma amostra antes de ser realizado o acabamento (final da etapa de fixação), e em seguida introduziu-se o amaciador e o agente antimicrobiano. No final do processo, retiraram-se as amostras. Estas amostras sofreram um processo de secagem a 90 °C durante 15 min. Na figura 13, apresenta-se um plano de amostragem do processo B, durante o processo de enobrecimento dos têxteis.

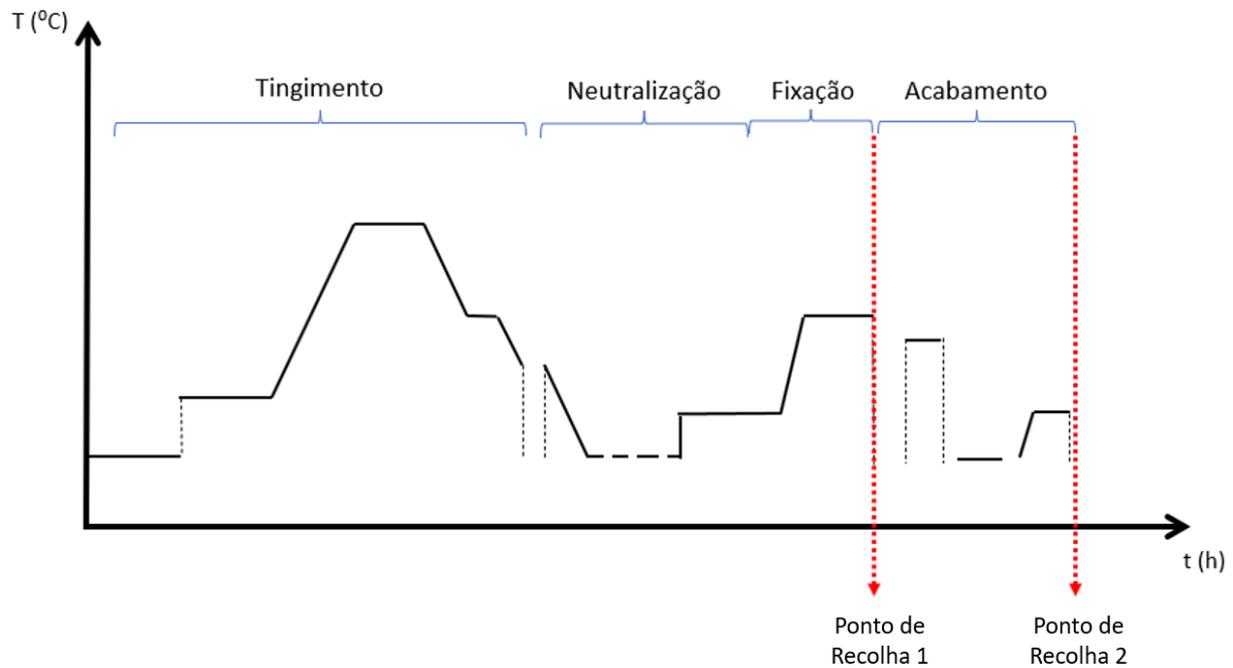


Figura 13. Plano de amostragem do processo B.

3.1.2 Caracterização das estruturas de malha

Para a caracterização das diferentes estruturas de malha em ambos os processos recortaram-se círculos das amostras em cru e na etapa final do processo de enobrecimento (acabamento) num cortador redondo de amostras de malha com 100 cm². Em seguida foram pesadas numa balança digital para posterior cálculo da massa por unidade de área (g.m⁻²). Posteriormente, mediu-se a espessura (mm) de cada estrutura de malha num medidor de espessura portátil três vezes em locais diferentes das amostras e calculou-se o desvio padrão.

3.1.3 Visualização das estruturas de malha

Nesta etapa foi utilizada uma lupa binocular com o objetivo de visualizar as diferenças entre as diversas estruturas de malha utilizadas neste trabalho de investigação. Para tal, utilizou-se o equipamento Zoom Stereo Microscope SZ61TR Olympus, câmara EP50 Olympus com uma ampliação x2, para capturar imagens da frente e do verso das estruturas das amostras no final do acabamento.

3.1.4 Caracterização química dos materiais têxteis por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier - FTIR

Para a caracterização química dos materiais têxteis recorreu-se à espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier. Esta técnica foi utilizada para identificar a base polimérica do fio de poliamida utilizado. Para tal, utilizou-se as estruturas de malha E5 de ambos os processos. As medições por FTIR foram realizadas à temperatura ambiente num dispositivo FT-IR IRAffinity- 1S, por transmitância, com uma largura de banda entre 400 cm^{-1} e 4000 cm^{-1} .

Para avaliação dos materiais têxteis, no modo de reflectância total atenuada (ATR – Attenuated Total Reflectance), colocou-se a amostra no suporte do equipamento utilizando-se uma largura da banda entre 400 cm^{-1} e 4000 cm^{-1} . A resolução utilizada foi de 4 cm^{-1} , tendo-se efetuado 45 varrimentos, e tendo-se obtido o espetro com o software LabSolutions IR.

3.2 Condições de lavagem e secagem

Os ciclos de lavagem e secagem das amostras basearam-se na norma ISO 6330: 2012 (Têxteis – Procedimentos domésticos de lavagem e secagem para teste de têxteis). Deste modo, as amostras foram lavadas em máquina de eixo horizontal e de carregamento frontal tipo A, de acordo com os parâmetros apresentados na tabela 1. Nas lavagens foi utilizado um detergente normalizado com fosfato, sem agentes branqueadores e sem enzimas. Na tabela 5 do anexo I-B apresenta-se a composição química do detergente utilizado nas lavagens.

Tabela 1. Parâmetros dos processos de lavagem das amostras

Denominação	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Detergente	Massa (kg)*
Normal	30	30	Detergente de referência de fosfato ECE (B)	2
*completou-se a carga com balastros 100 % algodão e 100 % poliéster.				

Após a lavagem das amostras, realizou-se a secagem das mesmas numa máquina de secar de tambor, ventilada do tipo A1. Foram realizados três ciclos de lavagem de 30 min com temperaturas entre 60-80 °C.

Em ambos os processos foram realizados 20 ciclos de lavagem, no processo A retirou-se amostras após a 1º, 5º e 20º ciclo de lavagem, e no caso do processo B, retirou-se amostras no fim da 1º, 2º, 4º, 8º, 16º e 20º ciclo de lavagem, para análise da durabilidade de funcionalização das propriedades antimicrobianas.

3.3 Influência das condições de secagem na atividade antibacteriana

Para o estudo da influência das condições de secagem na atividade antibacteriana, foram realizados ciclos de lavagem e secagem em máquina, como referido no ponto anterior, e para comparar foram realizadas 5 lavagens do mesmo modo, mas a secagem foi realizada ao natural num estendal para todas as estruturas dos dois processos. Foram realizados dois ensaios independentes em triplicado de forma a avaliar a atividade antibacteriana pelo método de adsorção descrito no ponto 3.5.

3.4 Influência do método de esterilização na atividade antibacteriana

Para verificar a influência do método de esterilização, foram utilizadas as amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabadas) e amostras com 20 ciclos de lavagem da estrutura E1A, E2A e E5A. Para tal, cortaram-se amostras com 0,4 g e estas foram esterilizadas por radiação ultravioleta (UV) durante 30 min de cada lado. Para comparação de métodos de esterilização, cortaram-se, do mesmo modo, amostras com 0,4 g e estas foram embrulhadas em papel de alumínio e esterilizadas por autoclave a uma temperatura de 121 °C durante 15 min. Após autoclavagem as amostras foram colocadas numa estufa a 60 °C. Posteriormente, foi realizado um ensaio em triplicado da avaliação da atividade antibacteriana para as amostras de ambos os métodos de esterilização pelo método de adsorção descrito no ponto 3.5.

3.5 Avaliação da atividade antibacteriana dos têxteis

Para a avaliação da atividade antibacteriana dos têxteis usados neste trabalho, seguiu-se a norma JIS L 1902:2008 (Teste de atividade antibacteriana e eficácia em produtos têxteis) realizando o teste quantitativo pelo método de adsorção.

3.5.1 Preparação das amostras

As amostras foram preparadas de acordo com a norma JIS 1902:2008, em que cada amostra pesava 0,4 g. Todas as amostras foram esterilizadas por UV durante 30 min de cada lado. Para virar as amostras foi utilizada uma pinça estéril.

3.5.2 Preparação do meio de cultura

Neste trabalho foram utilizados os meios de cultura *Tryptic soy broth* (TSB) e *Tryptic soy agar* (TSA). Os meios foram preparados de acordo com o descrito pelo fabricante. Após preparação, foram esterilizados em autoclave a uma temperatura de 121 °C durante 15 min. Em seguida, os meios de cultura sólidos foram distribuídos em placas de Petri estéreis.

3.5.3 Método quantitativo – Método de adsorção

Para a avaliação quantitativa da atividade antibacteriana dos têxteis funcionalizados foram realizados dois ensaios independentes em triplicado.

Repicou-se para uma placa de Petri com TSA a bactéria *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538) e incubou-se durante 48 h a 37 °C. Com o auxílio de uma ansa estéril retirou-se uma colônia da cultura previamente preparada e inocularam-se 20 mL de TSB. O inóculo foi incubado a 37 °C, 120 rpm, durante 18 ± 2 h. Após o período de incubação mediu-se a densidade ótica (DO) do inóculo com o objetivo de determinar a sua concentração celular. Para tal, usou-se a curva de calibração (DO versus concentração celular) apresentada na figura 21 do anexo II. A concentração bacteriana foi ajustada para 3×10^8 mL⁻¹. Depois de preparado o inóculo, adicionou-se 0,4 mL do mesmo a 20 mL de TSB num matraz estéril. O novo inóculo foi incubado a 37 °C, 120 rpm, durante 3 ± 1 h. Após o período de incubação, mediu-se novamente a DO do inóculo preparado e determinou-se a concentração celular. Diluiu-se o

inóculo com TSB diluído 20 vezes em água destilada estéril até se obter uma concentração celular final de $1 \times 10^5 \text{ mL}^{-1}$.

As amostras têxteis, previamente colocadas num tubo falcon estéril com o auxílio de uma pinça estéril, foram inoculadas com 0,2 mL da suspensão celular. De seguida, incubaram-se as amostras a 37°C , durante 18 a 24 h. Após o período de incubação, adicionou-se 20 mL de solução de lavagem (8,5 g de NaCl + 2 g de *tween* + 1000 mL de H_2O) a cada falcon, vortexando de imediato durante 25 s.

Numa placa de 96 poços colocaram-se 180 μL da solução salina NaCl 0,85 % (m/v), e transferiu-se 200 μL de cada falcon para cada poço da linha A. Em seguida, iniciou-se as diluições em série (1:10) transferindo 20 μL da primeira linha para a seguinte e assim sucessivamente. No final das diluições, pipetou-se 10 μL de cada poço para uma placa de Petri com TSA, inclinando a mesma para que as gotas deslizassem sobre o meio. As placas foram incubadas a 37°C durante 18 a 24 h. Após a incubação foi realizada a contagem de unidade formadoras de colónias (UFC).

O número de células viáveis foi calculado com base na Equação 1, em que M representa o número de bactérias viáveis, P a concentração celular obtida pelo método de diluição em série (UFCs \times diluição / volume da gota) e C o volume da solução salina utilizada na lavagem da amostra.

$$M = P \times C \quad (\text{Equação 1})$$

A validade do ensaio foi determinada com base no fator de crescimento bacteriano (F), calculado através da equação 2, em que M_b é o valor médio do logaritmo do número de bactérias viáveis após 24 h de incubação da amostra controlo (t24h) e M_a é o valor médio do logaritmo do número de bactérias viáveis no tempo zero (t0h). Se F for igual ou superior a 1,0 o ensaio é válido, se for inferior a 1,0 o ensaio não é válido.

$$F = M_b - M_a \quad (\text{Equação 2})$$

Os valores das atividades bacteriostática (S) e bactericida (L) foram determinados através das equações 3 e 4, respetivamente, em que, M_a representa o valor médio do logaritmo do número de bactérias viáveis após a inoculação da amostra controlo (t0h), M_c o valor médio do logaritmo do número de bactérias viáveis após 24 h de incubação das amostras

funcionalizadas com agentes antibacterianos e M_0 representa o valor médio do número de bactérias viáveis após a inoculação das amostras funcionalizadas com agentes antibacterianos (t0h).

$$S = F - (M_c - M_0) \quad (\text{Equação 3})$$

$$L = (M_a - M_c) \quad (\text{Equação 4})$$

A atividade antibacteriana foi determinada através do cálculo da percentagem (%) de inibição (I), de acordo com a equação 5. A amostra EB5 cru (controlo negativo) foi usado para o cálculo da percentagem de inibição contra *S. aureus*.

$$I (\%) = \frac{M_b - M_c}{M_b} \times 100 \quad (\text{Equação 5})$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A intenção de oferecer ao consumidor conforto, higiene e bem-estar criou um novo mercado competitivo na indústria têxtil, os têxteis funcionalizados com propriedades antimicrobianas. A incorporação de agentes antimicrobianos nos têxteis oferece e compromete-se a controlar os odores e resistir à degradação microbiana, assim como a eliminação de microrganismos patogénicos nos têxteis.

Vários estudos ao longo dos anos mostraram a elevada eficácia da prata como agente antimicrobiano. A sua atividade antimicrobiana está intimamente relacionada com a quantidade de prata existente nos têxteis e com a sua libertação para o meio ambiente. Matyjas-Zgondek et al., (2008) e Thanh & Phong, (2009) investigaram a atividade antibacteriana de nanopartículas de prata e cloreto de prata em têxteis de algodão, e concluíram que a sua atividade dependia da concentração de prata e que, quanto maior a sua concentração maior a atividade antibacteriana. Nestes estudos, também observaram que ao longo das lavagens o conteúdo de prata diminuía, diminuindo também a atividade antibacteriana. Majumdar, et al., (2015), investigaram a atividade antibacteriana contra *S. aureus* de uma fibra antimicrobiana de poliéster com prata, tendo verificado que o aumento na percentagem de fibra antimicrobiana aumenta a atividade antibacteriana dos materiais têxteis tricotados, e que o desenvolvimento do material têxtil também influencia a atividade antibacteriana, em termos de quantidade de fibra antimicrobiana. Além disso, obtiveram boa durabilidade de funcionalização da atividade antibacteriana ao longo de 25 ciclos de lavagem.

Considerando o exposto anterior, o objetivo principal deste trabalho de investigação foi avaliar a atividade antibacteriana contra *S. aureus* de têxteis funcionalizados. Tendo em conta a metodologia utilizada e os objetivos propostos foi necessário definir a amostra controlo, tendo sido escolhido a estrutura de malha E5B cru, por ser constituída por 100 % poliamida sem qualquer agente antimicrobiano incorporado, e por ser a base de todas as estruturas de malha, ou seja, estrutura jersey. A amostra controlo teve de sofrer uma lavagem com o objetivo de se remover os óleos de enzimação (lubrificantes). Os óleos de enzimação são aplicados com o propósito de reduzir o atrito com os equipamentos, uma vez que ocorre grande atrito da matéria-prima com os equipamentos (fibra-metal) e entre os fios (fibra-fibra), podendo resultar em alterações nas características finais do produto (Schindler & Hauser,

2004). Deste modo, para diminuir este atrito é adicionado o óleo de enzimação, que controla a energia estática. O óleo de enzimação, geralmente, é removido por lavagem e aquecimento (Candium, 2019). Nas restantes amostras, a remoção dos óleos de enzimação, ocorre durante os processamentos têxteis, de forma a ser possível aplicar os acabamentos. Após a análise da atividade antibacteriana da amostra controlo com a lavagem a 95 °C e da amostra sem lavagem, obteve-se um valor médio do logaritmo do número de UFCs por mL de $7,9 \pm 0,15$ e $5,2 \pm 0,37$, respetivamente, após 18 h, verificando-se que a amostra com a lavagem apresentou um crescimento microbiano maior que a amostra sem a lavagem. Este resultado levou a crer que o óleo utilizado durante a produção das fibras e malhas, provavelmente, possuía alguma atividade antibacteriana. Perante estes resultados, a amostra controlo utilizada neste trabalho de investigação foi a estrutura E5B cru com uma lavagem de 95 °C durante 1 h 30 min com detergente.

4.1 Caracterização das amostras

4.1.1 Caracterização das estruturas de malha têxtil

Vários estudos têm sido realizados de forma a desenvolver fibras funcionalizadas com propriedades antimicrobianas nomeadamente com prata, contudo limitam-se apenas ao seu desenvolvimento e à caracterização da prata. Deste modo, há escassez de estudos que avaliam o desenvolvimento deste tipo de material funcionalizado e seu desempenho (Khude, et al., 2020; Majumdar, et al., 2015). Desta forma, um objetivo deste trabalho de investigação foi averiguar se as estruturas de malhas interferem com a atividade antibacteriana dos têxteis. Nesse sentido, recorreu-se a uma peça de vestuário de malha de trama com tecnologia *seamless* com um design que contém quatro estruturas de malha derivadas de jersey.

Uma das primeiras etapas deste estudo foi caracterizar as estruturas de malha utilizadas em cada um dos processos. Na figura 14 apresenta-se imagens obtidas por uma lupa binocular da frente e do verso das diferentes estruturas de malha utilizadas em ambos os processos. Perante a análise das imagens, observa-se em primeira instância que há uma correspondência das estruturas do processo A e do processo B, ou seja, a estrutura E1A e a E1B são semelhantes entre si e assim sucessivamente.

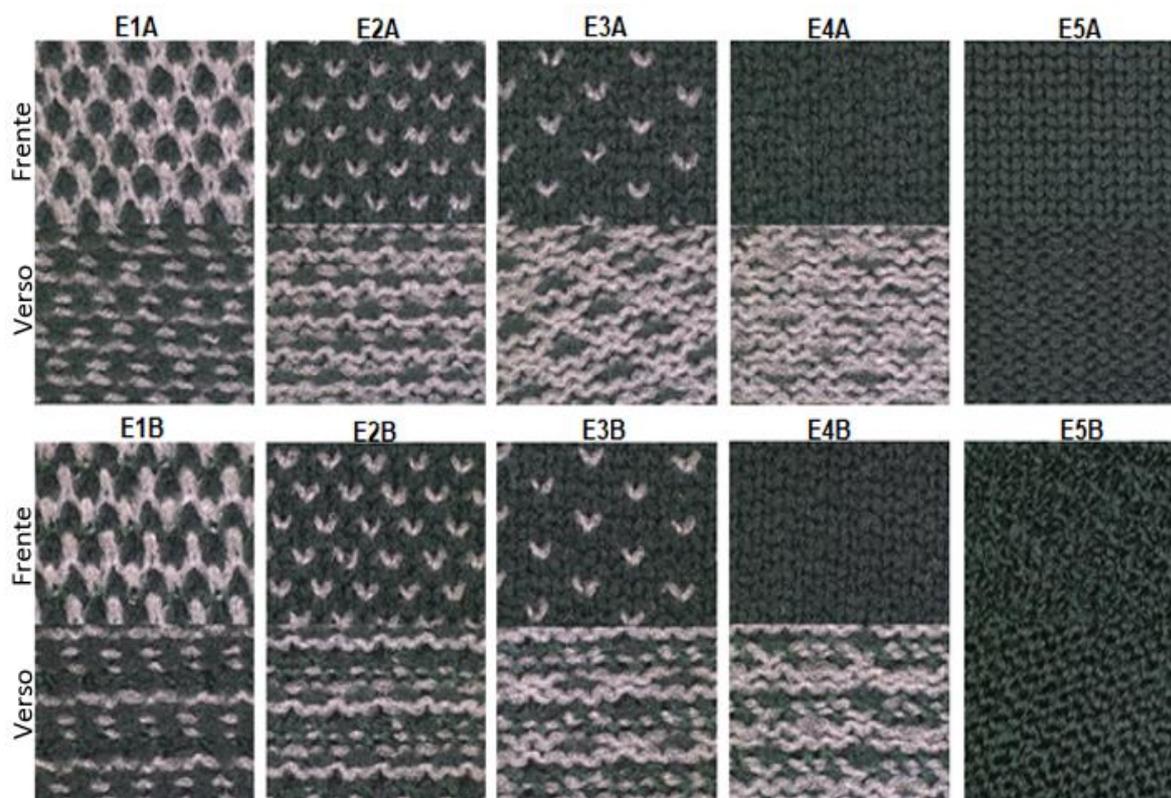


Figura 14. Imagens de lupa binocular da frente e do verso das cinco estruturas de malha (E1A, E2A, E3A, E4A e E5A) utilizadas no processo A (fibra funcionalizada) e das cinco estruturas de malha (E1B, E2B, E3B, E4B e E5B) utilizadas no processo B (tratamento antimicrobiano) com ampliação x2, das amostras retiradas no final da etapa de acabamento (amostras acabadas).

Devido à etapa de tingimento, é possível observar duas tonalidades, uma mais escura e outra mais clara. A cor mais escura corresponde às fibras de poliamida e a cor mais clara corresponde à fibra de poliéster. Pois, neste processo teve-se como objetivo tingir as fibras de poliamida, e para tal, introduziram-se os corantes para tingir estas fibras atingindo-se uma temperatura de 98 °C, uma vez que a temperatura necessária para tingir a poliamida ronda os 95 °C (Oliveira, F. 2009). Porém, para tingir a fibra de poliéster seria necessário a realização de um outro processo com a utilização de outros produtos e corantes e atingir uma temperatura de aproximadamente 130 °C (Lima, C. 2020), uma vez que o tingimento é um processo que varia de artigo para artigo, pois, cada tipo de fibra têxtil exige corantes e pigmentos específicos. Portanto, devido a este facto, foi possível distinguir a olho nu, o posicionamento das fibras nas malhas. Deste modo, como é possível observar na figura 14, na malha E1 de ambos os processos, observa-se uma maior homogeneidade entre a frente e o verso relativamente à localização das fibras, isto indica que, no caso do processo A, a presença da fibra funcionalizada encontra-se em ambas as faces. Nas estruturas E2 e E3 observa-se uma

maior permanência das fibras de poliamida na frente das malhas. No caso da estrutura E4, na frente da malha não se observa zonas mais claras, o que indica que apenas contém fibra de poliamida com e sem funcionalização antimicrobiana na frente, o verso é constituído maioritariamente por fibra de poliéster. Por último, a estrutura E5 é constituída por 100 % de poliamida de modo que apresenta cor mais escura de ambos os lados, frente e verso, uma vez que foi toda tingida.

Como referido anteriormente, as estruturas de malha avaliadas neste trabalho foram caracterizadas em termos de massa por unidade de área (g.m^{-2}) e espessura (mm). Nas tabelas 2 e 3, apresentam-se os valores de massa por unidade de área e espessura das malhas tricotadas para os dois processos, das amostras em cru e das amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabada). A massa por unidade de área apenas se contabilizou uma vez, ao contrário da espessura que foi medida em triplicado, apresentando-se o desvio padrão da mesma.

Tabela 2. Massa por unidade de área (g.m^{-2}) e espessura (mm) das estruturas utilizadas no processo A nas amostras em cru e nas amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabada)

Estrutura	Massa por unidade de área (g.m^{-2})		Espessura (mm)	
	Cru	Acabada	Cru	Acabada
E1A	94	136	$0,96 \pm 0,01$	$0,94 \pm 0,01$
E2A	107	149	$0,81 \pm 0,01$	$0,85 \pm 0,01$
E3A	117	155	$0,82 \pm 0,01$	$0,80 \pm 0,01$
E4A	131	173	$0,91 \pm 0,01$	$0,90 \pm 0,01$
E5A	136	178	$0,70 \pm 0,01$	$0,80 \pm 0,01$

Tabela 3. Massa por unidade de área (g.m^{-2}) e espessura (mm) das estruturas utilizadas no processo B nas amostras em cru e nas amostras retiradas no final da etapa de acabamento (acabada)

Estrutura	Massa por unidade de área (g.m^{-2})		Espessura (mm)	
	Cru	Acabada	Cru	Acabada
E1B	94	134	$0,94 \pm 0,01$	$0,97 \pm 0,01$
E2B	108	147	$0,80 \pm 0,01$	$0,86 \pm 0,01$
E3B	121	154	$0,84 \pm 0,01$	$0,81 \pm 0,01$
E4B	140	176	$0,96 \pm 0,01$	$0,92 \pm 0,01$
E5B	174	211	$0,71 \pm 0,01$	$0,69 \pm 0,01$

Através da análise das tabelas 2 e 3, observou-se que a variação da massa por unidade de área e espessura foi semelhante entre os processos A e B. Relativamente à massa por unidade de área, verificou-se que as amostras acabadas apresentam maior massa por unidade de área do que as amostras em cru, o que demonstra que durante os processos de enobrecimento ocorreu uma compactação das amostras em ambos os processos. Esta compactação está relacionada com a fibra utilizada, malha e estrutura tricotada, processo e máquina utilizada, sendo um comportamento comum nas estruturas de malha após processos de enobrecimento têxtil.

De modo geral, quanto menor a massa por unidade de área, menor a quantidade de material têxtil por área. Deste modo, observando as massas por unidade de área das amostras acabadas, a estrutura com menor massa por unidade de área em ambos os processos foi a E1, o que, por sua vez, indica que é a estrutura com menor quantidade de material têxtil por unidade de área. No caso do processo A, apenas 8% do total é fibra funcionalizada, logo, apenas 10,88 g.m⁻² do total, corresponde a fibra de poliamida funcionalizada com prata. No caso do processo B, a E1 é a estrutura com menor quantidade de material têxtil por área disponível para um tratamento antimicrobiano eficaz. Em contrapartida, a malha E4, é a que apresenta maior massa por unidade de área, logo terá maior quantidade de material têxtil por área. De forma semelhante à estrutura de malha E1, no caso do processo A, 13,84 g.m⁻² do total corresponde a fibra funcionalizada, e no processo B é a estrutura que apresenta maior quantidade de material têxtil disponível para um tratamento antimicrobiano eficaz. Em relação, às estruturas E2 e E3 estas são intermédias, contudo a E2 apresenta menor massa área por unidade de área do que a E3, de modo que, seguem o mesmo raciocínio que as estruturas E1 e E4. Por último, a E5 é uma estrutura jersey constituída apenas por poliamida. Esta é a estrutura que apresenta maior massa por unidade de área, e é também a estrutura constituída por apenas fibra funcionalizada, no caso do processo A, o que pode promover uma maior atividade antimicrobiana.

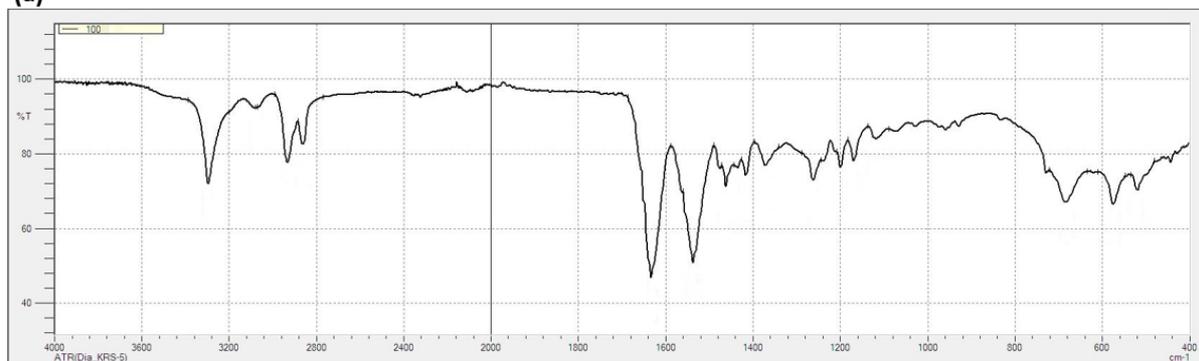
Em relação à espessura, este parâmetro também é utilizado para caracterização das estruturas de malha. Quanto maior a massa por unidade de área e a espessura, maior é a compactação da estrutura de malha, de modo que mais próximas estão as fibras entre si. Deste modo, a estrutura E4 de ambos os processos é a estrutura de malha que apresenta maior massa por unidade de área e espessura, sendo assim, a mais compacta. Porém, a

estrutura E1 apresenta uma espessura elevada, contudo é a estrutura com menor massa por unidade de área o que faz com que as fibras estejam mais distantes entre si. Relativamente às estruturas E2 e E3, segue-se o mesmo raciocínio, sendo a E3 a estrutura mais compacta. Por fim, relativamente à estrutura E5, esta apresenta uma compactação semelhante à estrutura E4.

4.1.2 Caracterização química dos materiais têxteis

Neste estudo recorreu-se à espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para a identificação química das fibras de poliamida. Para esta análise examinaram-se as estruturas E5A e E5B cruas, uma vez que são as estruturas com composição 100 % poliamida com e sem funcionalização com prata, respetivamente. Perante a análise da figura 15 a e b, verificou-se que os espectros obtidos para ambas as amostras são semelhantes entre si, não se verificando alterações. Isto, significa que não existiram alterações significativas no que respeita aos grupos funcionais entre as estruturas E5A (controlo positivo) e E5B (controlo negativo) revelando que a funcionalização com prata não causa alterações

(a)



(b)

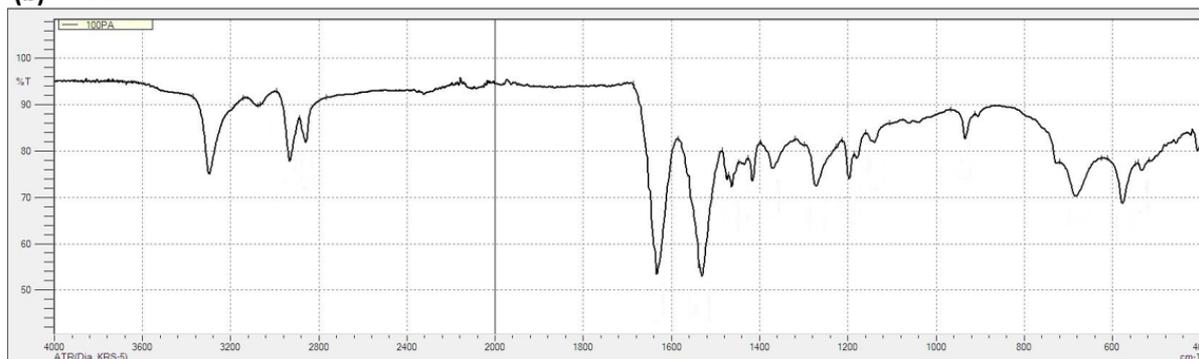


Figura 15. Espectro infravermelho (FIIR) da estrutura E5A cru (controlo positivo), com composição 100 % fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão (a) e da estrutura E5B cru (controlo negativo), com composição 100 % fibra de poliamida, sem funcionalização (b).

significativas à estrutura do têxtil. Sob outra perspectiva, comparando com o espectro infravermelho da literatura de uma fibra poliamida 6.6 apresentada na figura 2, verificou-se que a fibra de poliamida de ambas as estruturas utilizadas é poliamida 6.6.

4.2 Avaliação da atividade antibacteriana dos têxteis (JIS L 1902:2008)

A avaliação da atividade antibacteriana dos materiais têxteis funcionalizados, baseou-se na norma JIS L 1902:2008. Primeiramente, foram realizados ensaios qualitativos, porém o agente antimicrobiano não se difundiu no agar, de forma que recorreu-se ao método de adsorção para a avaliação da atividade antibacteriana das amostras em estudo. Para determinar a validade do teste realizado contra *S. aureus*, segundo a norma JIS L 1902:2008, após 18 a 24 h de incubação deve ocorrer crescimento bacteriano na amostra controle. Após a análise dos resultados obtidos, obteve-se um valor médio do logaritmo do número de UFCs por mL de $4,50 \pm 0,03$ para o tempo zero e $7,9 \pm 0,15$ após 18 h, demonstrando que na ausência de funcionalização a poliamida é um bom substrato de crescimento para *S. aureus*. Assim sendo, obteve-se um valor de $F = 3,40 \pm 0,15$ (Equação 2), e verificou-se que o valor de F ($F > 1$) está em conformidade com o pressuposto na norma pelo que se considerou o ensaio válido.

4.2.1 Estudo da influência do método de esterilização na atividade antibacteriana

De forma a avaliar a atividade antibacteriana de um têxtil funcionalizado, contra um determinado microrganismo, é essencial que as amostras estejam estéreis, uma vez que serão inoculadas com o microrganismo teste, neste caso *S. aureus*. A esterilização é definida como o processo de destruição ou remoção de todas as formas de vida microbiana presentes na amostra, como fungos e bactérias (DÜZYER, Ş. et al., 2013). A escolha do método de esterilização depende essencialmente da capacidade do material em resistir às condições impostas, de fatores económicos e da facilidade de acesso ao método. A maioria dos têxteis sintéticos costumam ser incompatíveis com a esterilização térmica, pois pode resultar na deterioração das suas propriedades mecânicas (Silva, D. et al., 2021). Na norma JIS L 1902:2008, refere que as amostras devem ser esterilizadas por autoclavagem antes de ser

realizado o ensaio, contudo o autoclave funciona com altas temperaturas, vapor e pressão, o que pode danificar a superfície dos têxteis, bem como a funcionalização com o agente antimicrobiano.

Assim sendo, de forma a estudar a influência do método de esterilização na atividade antibacteriana contra *S. aureus*, realizou-se apenas um ensaio com três amostras, com o objetivo de comparar o efeito da esterilização por autoclavagem e radiação ultravioleta na atividade antibacteriana. Deste modo, procedeu-se à esterilização das estruturas E1A, E2A e E5A (amostras no final da etapa de acabamento e com 20 ciclos de lavagem) por autoclavagem a 121 °C durante 15 min e radiação ultravioleta durante 30 min de cada lado da amostra. Na figura 16, apresentam-se os resultados obtidos da percentagem de inibição do crescimento bacteriano para os dois métodos de esterilização estudados.

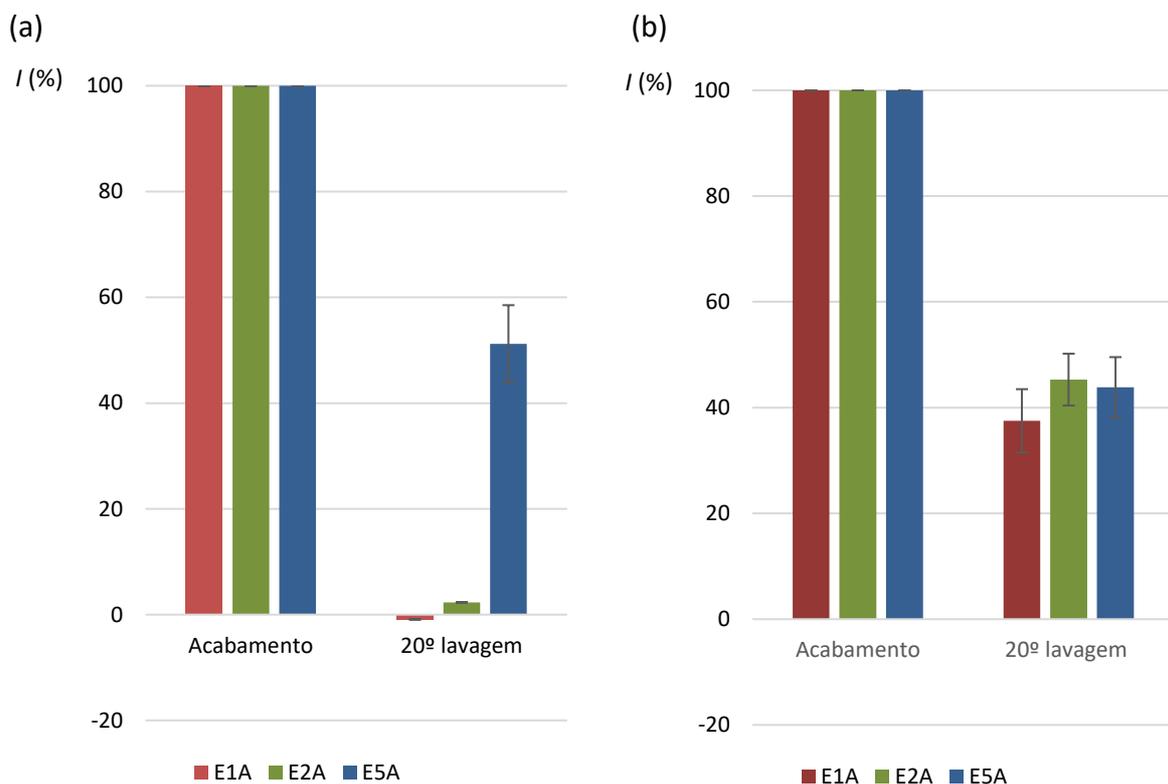


Figura 16. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das estruturas E1A, E2A e E5A das amostras no final da etapa de acabamento e após 20 ciclos de lavagem com (a) esterilização por autoclave e (b) esterilização por radiação UV.

Pela análise da figura 16, observou-se que nas amostras avaliadas no final da etapa de acabamento não houve influência dos métodos de esterilização, obtendo-se 100 % de inibição

do crescimento bacteriano para todas as estruturas de malha. Em contrapartida, nas amostras com 20 ciclos de lavagem obtiveram-se valores de percentagem de inibição inferiores a 50 %, o que por um lado, demonstra o desgaste da funcionalização perante os 20 ciclos de lavagem, ocorrendo uma libertação de iões de prata, resultando em percentagens de inibição inferiores, comparando com as amostras acabadas. Por outro lado, nas amostras com 20 ciclos de lavagem que foram esterilizadas por autoclavagem, as estruturas E1A e E2A apresentaram uma perda significativa da capacidade antibacteriana quando comparadas com as amostras esterilizadas por radiação UV. Deste modo, as condições de esterilização por autoclavagem, como a elevada temperatura, pode ter danificado a superfície das malhas com 20 ciclos de lavagem, que por sua vez, fez com que se danificasse a funcionalização com prata na fibra existente. Estes resultados estão de acordo com DÜZYER, et al., (2013), que estudaram os efeitos de esterilização por autoclave e UV em superfícies de poliéster, e observaram que o método de esterilização por radiação UV foi o que causou menos danos nas superfícies, sugerindo-o como o método mais adequado para esterilização.

No caso da estrutura E5A, não se observou uma variação tão acentuada da atividade antibacteriana, nas amostras sujeitas a 20 ciclos de lavagem, como nas estruturas de malha E1 e E2. Estes resultados podem estar relacionados com o facto de ser a estrutura com maior massa por unidade de área e, também por ser uma estrutura de malha constituída por 100 % fibra de poliamida funcionalizada com prata, não sofrendo portanto uma alteração significativa pelo calor da autoclavagem.

De acordo com os resultados obtidos, concluiu-se que o método de esterilização influenciou a atividade antibacteriana das malhas com fibra de poliamida funcionalizada com prata e, portanto, o método de esterilização utilizado em todos os ensaios deste estudo foi a esterilização por radiação UV.

4.2.2 Avaliação da atividade antibacteriana das amostras do Processo A

Vários estudos têm sido realizados de forma a desenvolver fibras funcionalizadas com prata que sejam eficazes e apresentem elevada durabilidade em termos de funcionalização. Nesta fase do trabalho avaliou-se a atividade antibacteriana de uma fibra funcionalizada com prata. Deste modo, a atividade antibacteriana da fibra funcionalizada foi analisada em

amostras ao longo das etapas de tingimento, neutralização, fixação e acabamento, assim como ao longo de 20 ciclos de lavagem e secagem na máquina, para as diferentes estruturas de malha.

Os resultados obtidos neste estudo apresentam-se na figura 17. De uma forma geral, a fibra de poliamida funcionalizada com prata não perde a atividade antibacteriana ao longo das etapas de processamento dos têxteis.

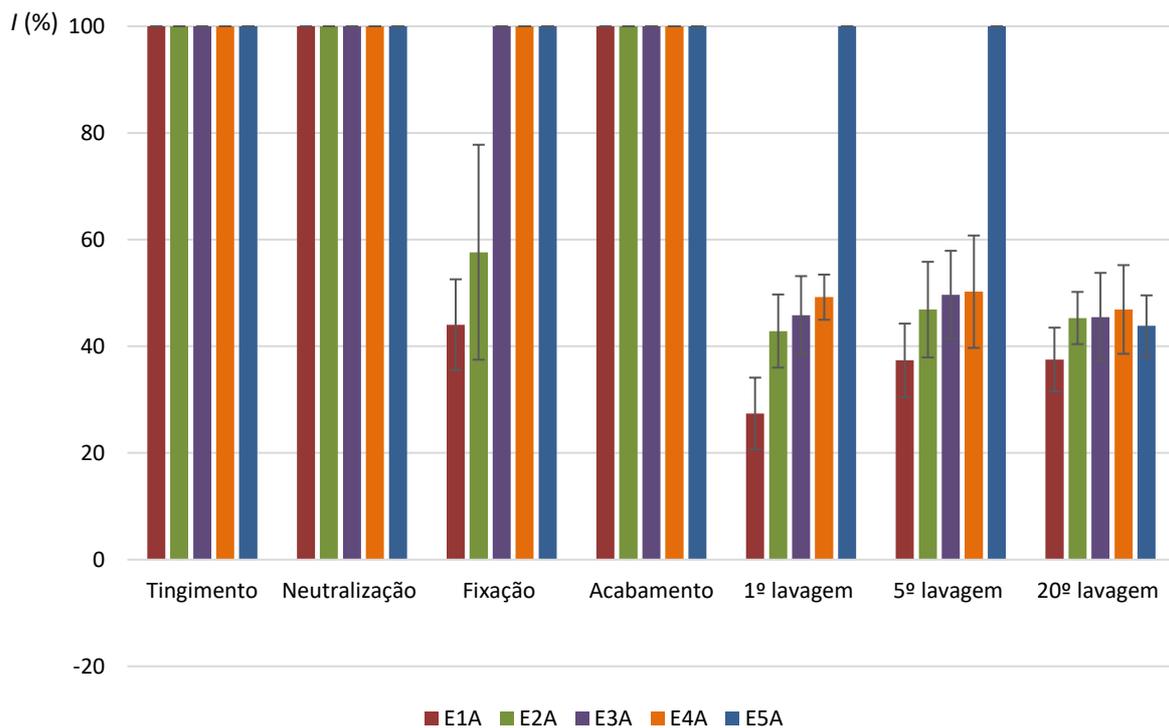


Figura 17. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras no final do tingimento, neutralização, fixação e acabamento e após o 1º, 5º e 20º ciclo de lavagem das cinco estruturas do processo A (8% de fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão).

Na etapa de tingimento foram introduzidos produtos auxiliares e os corantes de forma a tingir a fibra de poliamida, de seguida ocorreu a etapa de neutralização onde foram realizadas quatro lavagens de forma a remover o excesso de corantes das malhas e produtos químicos e adicionado ácido acético. Nestas duas etapas ocorreu 100 % de inibição do crescimento bacteriano para todas as estruturas de malha. A seguir a estas etapas realizou-se a etapa de fixação dos corantes. Nesta etapa não ocorreu total inibição do crescimento bacteriano nas estruturas E1A e E2A, apresentando uma percentagem de inibição de 44 % e 57,6 %, respetivamente. No entanto, após a fixação, realizou-se a etapa de acabamento que

consistiu numa lavagem e adição do amaciador. No final desta etapa, todas as estruturas de malha apresentaram 100 % de inibição do crescimento bacteriano. De modo que, obteve-se comportamento biocida para todas as amostras no final do processo.

No que se refere à durabilidade da atividade antibacteriana da fibra, foram realizados 20 ciclos de lavagem e secagem em máquina e, após o 1º, 5º e 20º ciclos de lavagem foram retiradas amostras para análise da atividade antibacteriana. Observou-se (figura 17) que todas as estruturas (à exceção da E5A), apresentaram uma percentagem de inibição inferior a 50 %, em todas as lavagens demonstrando essencialmente uma atividade bacteriostática.

Analisando em detalhe o 1º ciclo de lavagem, observou-se uma descida acentuada da percentagem de inibição para todas as estruturas de malha em comparação com a amostra no final da etapa de acabamento.

Relativamente à influência das diferentes estruturas de malha, verificou-se que a malha E1A foi a que apresentou menor percentagem de inibição (27,4 %) em contraste com a E4A (49,2 %). Este resultado vai de encontro com o discutido sobre os resultados obtidos de massa por unidade de área para todas as estruturas de malha. Ou seja, a malha E1A contém menor quantidade de fibra funcionalizada, logo o contacto entre a fibra e as bactérias é menor, levando a uma menor atividade antibacteriana. Em contrapartida, a E4A apresenta maior massa por unidade de área, sendo a mais compacta, que por sua vez significa que tem maior quantidade de fibra funcionalizada, resultando numa maior percentagem de inibição do crescimento bacteriano. Estes resultados vão de encontro com os resultados obtidos por Majumdar, et al., (2015) e Khude, et al., (2020) quando estudaram a influência do desenvolvimento do material têxtil com fibras antimicrobianas de poliéster com Ag, em que verificaram que o aumento na percentagem de fibras antimicrobiana aumenta rapidamente a atividade antibacteriana dos materiais têxteis tricotados, e que malhas mais compactas originam mais superfície de fibra antimicrobiana por unidade de área, de modo que o contacto entre as fibras e as bactérias aumenta, levando a um aumento da atividade antimicrobiana.

No 5º e 20º ciclos de lavagem observou-se o mesmo comportamento que no 1º ciclo, relativamente às estruturas de malha, ou seja, a estrutura com menor atividade antibacteriana no 5º e 20º ciclo de lavagem foi a E1, seguida da E2, E3 e E4. Porém, a atividade foi semelhante ao longo das lavagens para todas as estruturas, tendo como exemplo a E1A,

no 1º ciclo de lavagem apresenta uma percentagem de inibição de 27,4 %, no 5º ciclo 37,4 % e no 20º ciclo 37,5 %.

Relativamente à estrutura E5A, só apresentou crescimento bacteriano no 20º ciclo de lavagem. Esta estrutura de malha é constituída apenas por fibra funcionalizada, e também apresenta a maior massa por unidade de área, de forma que é bastante compacta, resultando em pouca distância entre as fibras. Por estes motivos, apresentou maior durabilidade da atividade antibacteriana ao longo das lavagens. Contudo, verificou-se uma redução da percentagem de inibição de mais de 50 % entre a 5º e a 20º lavagem. Este resultado, demonstra que apesar da elevada quantidade de fibra funcionalizada, os ciclos de lavagem provocaram uma grande libertação de iões de prata existente na fibra para o líquido de lavagem, resultado numa perda da atividade antibacteriana ao longo dos ciclos de lavagem. Todavia, perante os resultados, verificou-se que esta fibra demonstrou um efeito essencialmente bacteriostático, como se verifica na tabela 8 apresentada no anexo III-B.

4.2.3 Avaliação da atividade antibacteriana das amostras do Processo B

Nesta fase do estudo de investigação, avaliou-se a aplicação de um tratamento antimicrobiano de superfície com cloreto de prata pelo método de esgotamento em malhas trama. A avaliação da atividade antibacteriana das malhas com o tratamento antimicrobiano, teve como principal objetivo analisar a durabilidade da atividade antibacteriana ao longo dos ciclos de lavagem. Realizou-se o tratamento antimicrobiano pelo método de esgotamento, uma vez que foram utilizados tubos de malha *seamless*, de modo que, não era possível a realização pelo método de impregnação, pois, neste método as malhas passam por rolos paralelos entre si, sendo impossível passar um tubo de malha nestes rolos. Após a realização do processo de enobrecimento, as amostras do final do processo sofreram 20 ciclos de lavagem e retiraram-se amostras para análise após o 1º, 2º, 4º, 8º, 16º e 20º, de forma a analisar a durabilidade do tratamento antimicrobiano.

Observando os resultados (figura 18), verificou-se que ocorreu algum crescimento bacteriano nas amostras após etapa de fixação como espetável, uma vez que nestas amostras ainda não se tinha realizado a funcionalização dos têxteis. Contudo, obtiveram-se valores de percentagem de inibição próximo de 50 %, o que pode estar relacionado com a

composição química dos produtos introduzidos durante o processo, pois podem ser tóxicos para as células, levando a que ocorresse alguma inibição nestas amostras. Por outro lado, quando realizada a etapa de acabamento adicionando o amaciador e realizado o tratamento com AgCl nas amostras estas apresentaram 100 % de inibição do crescimento bacteriano.

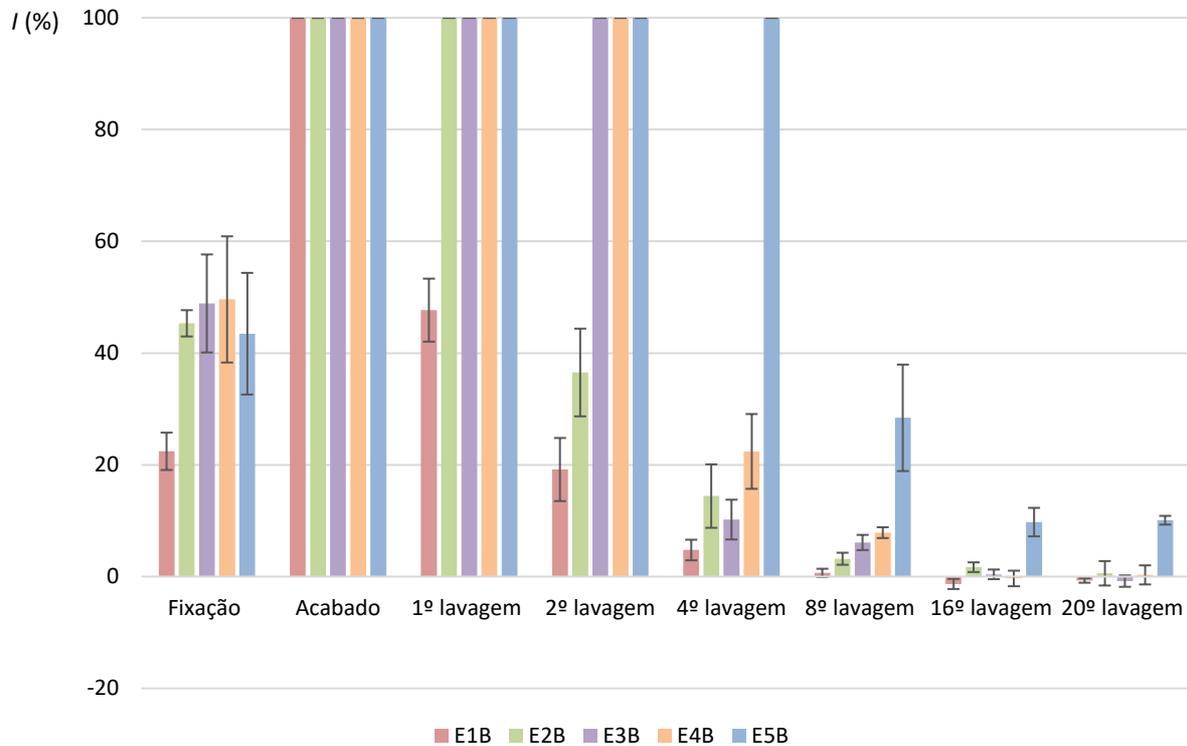


Figura 18. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras no final da fixação, acabamento e após o 1º, 2º, 4º, 8º, 16º e 20º ciclo de lavagem do processo B das cinco estruturas com o tratamento antimicrobiano com cloreto de prata pelo método de funcionalização de superfície pelo processo de esgotamento.

Relativamente aos ciclos de lavagem, observou-se uma diminuição progressiva da percentagem de inibição do crescimento bacteriano para todas as estruturas, o que por sua vez demonstra que ocorreu libertação de íons de prata das estruturas de malha ao longo dos vários ciclos de lavagem para o líquido de lavagem, levando a uma diminuição da concentração de AgCl nas estruturas de malha. Estes resultados vão de encontro com o reportado por Tomšič, B. et al., (2009), que observaram uma diminuição da concentração de AgCl em fibras de algodão, funcionalizadas pelo método de esgotamento, ao longo de 10 lavagens, resultando numa diminuição da atividade antibacteriana contra *E. coli*. Todavia, perante os resultados obtidos, após o 2º ciclo de lavagem todas as estruturas de malha

reprovaram nos testes de avaliação da atividade antibacteriana (à exceção da E5B), demonstrando pouca durabilidade de funcionalização do tratamento antimicrobiano.

No que diz respeito à influência das estruturas de malha, a estrutura de malha E1B foi a primeira estrutura em que ocorreu crescimento bacteriano, apresentando uma percentagem de inibição do crescimento bacteriano de 47,7 % logo após o primeiro ciclo de lavagem, nas restantes lavagens a percentagem foi diminuindo progressivamente, até se obter uma percentagem de -0,7 % no 20º ciclo de lavagem, o que mostra que ocorreu um crescimento bacteriano de *S. aureus* maior nestas amostras do que na amostra controlo. A estrutura EB2, foi a segunda a apresentar uma baixa percentagem de inibição do crescimento bacteriano no 2º ciclo de lavagem (36,8 %). As estruturas E3B e E4B, apresentaram crescimento bacteriano no 4º ciclo de lavagem, e a E5B apresenta diminuição da percentagem de inibição no 8º ciclo de lavagem. Estes resultados vão novamente de acordo ao que foi discutido anteriormente relativamente às diferenças apresentadas pelas diferentes estruturas.

O tratamento antimicrobiano com AgCl aplicado nas diferentes estruturas de malha não apresenta atividade antibacteriana, apresentando valores de atividade bacteriostática (S) inferiores a 2 ao longo dos vários ciclos de lavagem (tabela 9 do anexo III-C).

4.2.4 Influência das condições de secagem na atividade antibacteriana

O material têxtil é um material higroscópico, reagindo de forma que o seu teor de água entre em equilíbrio com o vapor de água presente no ar (meio circundante). Ou seja, se a atmosfera for mais seca do que a humidade relativa de equilíbrio do material têxtil, este cederá humidade ao ar. Se o ar estiver muito húmido, o teor de humidade do material têxtil aumentará. Contudo, a absorção de humidade provoca o inchamento das fibras e, inversamente, uma redução no índice de humidade desencadeia a contração das fibras, ocorrendo secagem das fibras. Deste modo, se o teor de humidade for flutuante, provocará alterações dimensionais no material têxtil. A intensidade e a repetição frequente destes fenómenos de alongamento e retração fragilizam as fibras que, eventualmente, podem alcançar um ponto de rutura, levando a que quebrem. Essa perda e ganho de humidade ocorrem em todos os estágios, desde o processamento inicial das fibras até a fabricação, distribuição e uso final de vestuário pelo consumidor (Gomes, M., 2010; Hale, S., n.d.). Deste

modo, o controlo de humidade dos materiais têxteis é um fator importante na sua vida útil, de modo que, as condições de secagem devem ser adequadas.

A secagem do material têxtil é usada para remover a água (humidade) existente no material, geralmente logo após serem lavados na máquina de lavar. O teor de humidade do material têxtil, especialmente, no final da secagem é um parâmetro muito importante na tecnologia de secagem. A secagem insuficiente (teor de humidade elevado) pode resultar na formação de mofo e crescimento microbiano nos materiais têxteis, e, em contrapartida, secagem excessiva (teor de humidade baixo) pode causar deterioração da qualidade do produto e desperdício de energia (Sousa, L., et al. 2006).

A secagem dos materiais têxteis realiza-se, geralmente por máquina de secar ou secagem ao natural (ao ar). A máquina de secar tem a vantagem de reduzir significativamente o tempo que o vestuário demora a secar em comparação com o uso da secagem ao natural. O método de secagem ao natural é um processo mais demorado, porém, menos “agressivo” para as fibras que geralmente duram mais tempo, não perdendo a sua forma (Lerner, C. 2021). Deste modo, devido aos resultados obtidos nos pontos anteriores, nomeadamente após a esterilização por autoclavagem e a perda de atividade ao longo dos ciclos de lavagem, procedeu-se ao estudo da influência das condições de secagem nos materiais têxteis funcionalizados, uma vez que estes influenciaram a atividade antibacteriana. Para esse fim, foram realizadas 5 lavagens com secagem ao natural num estendal. Este estudo realizou-se para ambos os processos A e B e para todas as estruturas de malha. É de salientar que os ciclos de lavagem realizados nos ensaios anteriores, consistiram sempre na lavagem das malhas e posterior secagem na máquina.

A figura 19, revela uma melhoria acentuada na atividade antibacteriana nas amostras com secagem ao natural no processo A. Verifica-se que após as 5 lavagens com secagem ao natural as amostras analisadas suprimiram totalmente o crescimento de *S. aureus*, exibindo 100 % de inibição do crescimento bacteriano para todas as estruturas, ao contrário das amostras com secagem na máquina. Constatando-se que a secagem na máquina é um método “agressivo”, uma vez que está em movimento aumentando a fricção entre fibra-fibra ou fibra-metal da máquina, que por sua vez, também está aquecido por condução térmica, podendo estar a uma temperatura superior ao calor quente na máquina, podendo ter ocorrido uma maior libertação de iões de Ag durante a secagem. Na secagem na máquina durante estes 5

ciclos ocorreu uma variação da humidade nas fibras têxteis, o que pode ter originado a degradação e uma maior libertação da prata da fibra funcionalizada.

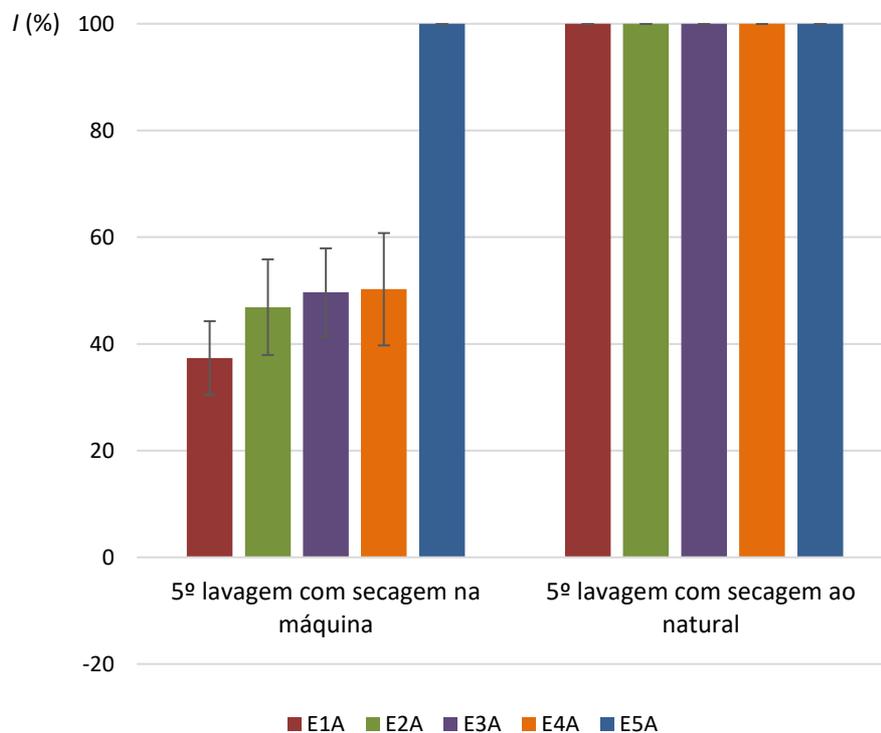


Figura 19. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras após 5º lavagem com secagem na máquina e 5º lavagem com secagem ao natural do processo A.

Os resultados da percentagem de inibição do crescimento bacteriano correspondentes ao processo B, estão apresentados na figura 20. Obtiveram-se resultados semelhantes ao processo A, à exceção da estrutura E1B e E4B que exibiram, na secagem ao natural, uma percentagem de inibição de 31,8 % e 62,7 %, respetivamente. Neste ensaio para comparação foi considerado o 4º e 8º ciclo de lavagem com secagem na máquina. Desta forma, comparando as duas condições de secagem, os resultados obtidos no 5º ciclo com secagem ao natural, foram melhores que os resultados obtidos no 8º ciclo de lavagem com secagem na máquina, mesmo para as estruturas E1B e E4B. Contudo, neste processo, a prata estava à superfície das fibras, de modo que ao ocorrer a remoção da água (humidade) dos materiais têxteis na secagem na máquina, pode ter originado uma maior remoção da prata à superfície comparando com a secagem ao natural.

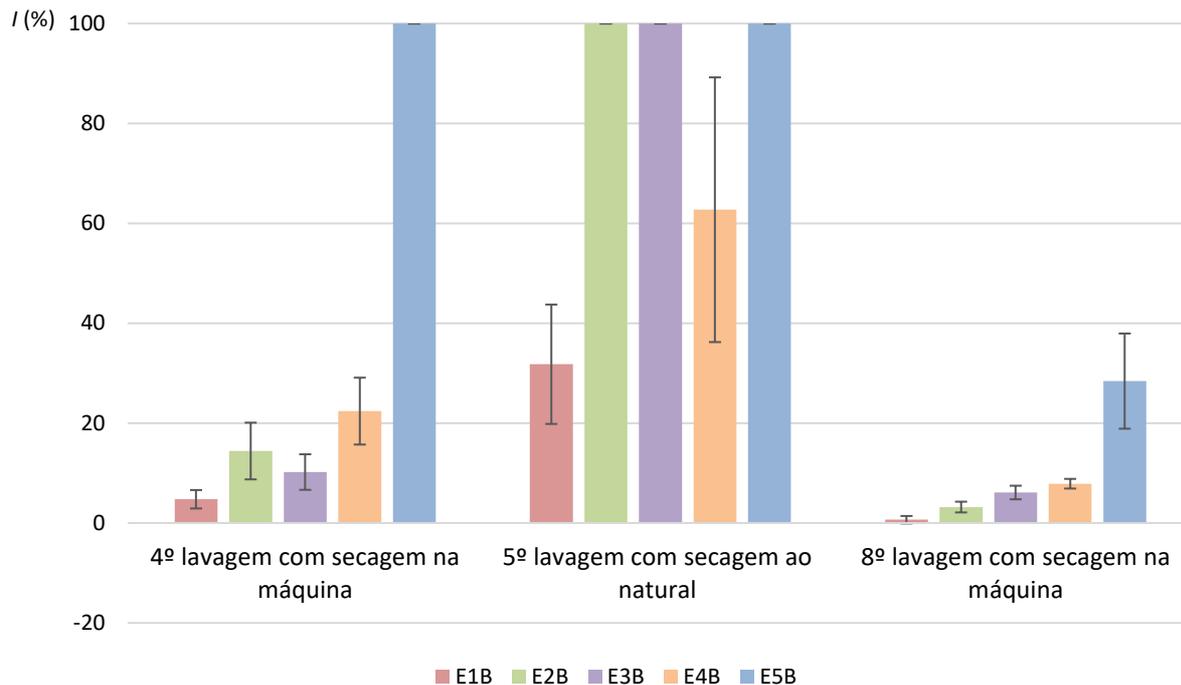


Figura 20. Percentagem de Inibição (%) de crescimento bacteriano das amostras após 4 e 8 ciclo de lavagem com secagem na máquina e 5 ciclos de lavagens com secagem ao natural do processo B.

Em suma, é evidente a melhoria conseguida na atividade antibacteriana com as amostras com secagem ao natural, concluindo-se que o método de secagem influencia esta funcionalização nos dois processos estudados.

4.2.5 Processo A versus processo B – durabilidade da atividade antibacteriana

O agente antimicrobiano foi aplicado por métodos diferentes nos dois processos. No processo A foi utilizada uma fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão, em que a prata fazia parte integrante da fibra. Em contrapartida, no processo B, o agente antimicrobiano foi aplicado no material têxtil pelo método de esgotamento, sendo aplicado sobre a superfície dos têxteis.

Comparando os dois processos A e B, o processo A foi o que obteve percentagens de inibição mais elevadas ao longo dos ciclos de lavagens. Isto é, todas as estruturas apresentaram atividade bacteriostática com $S \geq 2$, à exceção da E5A que apresenta atividade bactericida. No caso do processo B, no geral não se conseguiu atividade antibacteriana em

todas as estruturas de malha, verificando-se uma perda acentuada nos primeiros ciclos de lavagem.

Como se verificou a fibra funcionalizada apresentou maior durabilidade da atividade antibacteriana perante o tratamento antimicrobiano, uma vez que o agente antimicrobiano faz parte integrante da fibra, o que leva a que ao longo das lavagens não ocorra uma elevada libertação da prata como no tratamento antimicrobiano, em que o agente antimicrobiano fica à superfície da fibra, sendo mais facilmente removido nas lavagens.

5. CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS

A indústria têxtil é essencial para a nossa qualidade de vida, e a aplicação da tecnologia e da ciência ao longo da história, tendo vindo a melhorar constantemente as propriedades dos têxteis, de forma que sejam mais seguros e mais eficazes consoante as suas características. A aplicação de prata nos têxteis revelou-se um agente antimicrobiano de elevado interesse. Por outro lado, a avaliação da atividade antimicrobiana de produtos têxteis é necessária, de forma a comprovar e garantir as suas propriedades.

Neste trabalho estudou-se a atividade antibacteriana de uma fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão e de um tratamento antimicrobiano de superfície com cloreto de prata pelo método de esgotamento, contra uma bactéria Gram-positiva (*S. aureus*) de acordo com a norma JIS L 1902:2008, bem como a sua durabilidade após vários ciclos de lavagens. Verificou-se que os processos de enobrecimento não interferiram com a atividade antibacteriana dos processos, apresentando 100 % de inibição no final de ambos os processos A e B.

A fibra de poliamida funcionalizada com prata (processo A), apresentou-se mais resistente e durável perante 20 ciclos de lavagem, comparativamente com o tratamento antimicrobiano com cloreto de prata (processo B). No processo A, o agente fazia parte integrante da fibra e no processo B estava à superfície do material, sendo mais fácil a sua remoção ao longo das lavagens. Em geral, obteve-se têxteis com pouca durabilidade de funcionalização antibacteriana.

O desenvolvimento dos materiais têxteis utilizando diferentes estruturas de malha, demonstrou ter influência na atividade antibacteriana em ambos os processos, verificando-se que diferentes estruturas apresentam diferentes percentagens de atividade antibacteriana contra *S. aureus*. Constatou-se que as estruturas de malha com menor massa por unidade de área apresentaram menor percentagem de atividade antibacteriana e vice-versa. Assim foi possível concluir que aquando da avaliação de uma peça de vestuário deve-se ter atenção à homogeneidade da amostra. Para além disso, estas diferenças na atividade antibacteriana para as diferentes estruturas poderão ser úteis no desenvolvimento do padrão/design dos têxteis de forma a realizar-se um mapeamento estratégico. Ou seja, utilizar as estruturas com maior massa por unidade de área/menor atividade antibacteriana em zonas com maior

concentração bacteriana e mais propícias de proliferação microbiana, tais como, zonas mais húmidas e de maior produção de fluidos corporais como por exemplo as axilas. Desta forma, torna-se possível aliar a estética dos têxteis (padrões/designs) com funcionalizações nomeadamente a antimicrobiana.

Concluiu-se também que, as condições de secagem dos têxteis funcionalizados afetaram a atividade antibacteriana em ambos os processos. Os resultados obtidos permitiram observar uma melhoria acentuada da funcionalização antibacteriana e da sua durabilidade para as amostras com secagem ao natural comparativamente às amostras com secagem na máquina. Deste modo, conclui-se que a secagem ao natural é a mais adequada para as amostras/condições testadas e que essa informação deve ser transmitida ao fabricante e ao utilizador (simbologia de etiquetas - cuidado para manutenção e conservação do produto têxtil) com o intuito de garantir a manutenção de uma funcionalização antimicrobiana mais resistente e durável nas malhas.

Os resultados obtidos neste trabalho experimental deixam em aberto diretrizes para a continuação da investigação na área em estudo. Assim, são apresentadas algumas sugestões de trabalho futuro de forma a complementar o trabalho realizado e visando o desenvolvimento/melhoria de materiais têxteis funcionalizados com propriedades antimicrobianas.

Assim, no âmbito do presente trabalho de investigação seria relevante submeter todas as amostras a um microscópio eletrónico de varrimento (SEM), de forma a observar a presença das partículas de prata e a diminuição da sua concentração nas malhas ao longo dos ciclos de lavagem. Por outro lado, seria aconselhável o estudo do aumento da percentagem de fibra funcionalizada na tricotagem das estruturas de malha com menor massa por unidade de área e o aumento da concentração da solução com agente antimicrobiano no banho pelo método de esgotamento, com o objetivo de obter uma percentagem de inibição do crescimento bacteriano semelhante para todas as estruturas evitando-se assim a necessidade de mapeamento de estruturas aquando da produção do têxtil.

Neste estudo, analisou-se a atividade antibacteriana apenas contra *S. aureus*, de modo que, seria também relevante estudar outros microrganismos nomeadamente bactérias Gram-negativas (*E. coli*, *K. pneumoniae*, entre outras).

Outro aspecto de interesse seria analisar a atividade antibacteriana por outros métodos e normas de forma a estudar se o método influencia, uma vez que são diferentes entre si e que podem dar resultados diferentes consoante as suas especificações.

É também importante, verificar se o detergente utilizado nas lavagens influencia a atividade antibacteriana, realizando lavagens com outros detergentes.

Finalmente, como neste estudo verificou-se a influência das condições de secagem, seria também interessante estudar a influência de diferentes temperaturas e tempos de secagem na máquina na atividade antimicrobiana.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AATCC 147:2004: Antibacterial Activity Assessment of Textile Materials: Parallel Streak Method. US standard American Association of Textile Chemists and Colorists, New York (2004)
- Água, R. (2015). *Desenvolvimento de técnicas de impregnação de nanopartículas de óxido de zinco de baixo custo com propriedades antimicrobianas em tecidos*. Dissertação de Mestrado em Bioquímica, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal.
- Asae. (s.d.). *Staphylococcus aureus*. Consultado em 28 de Setembro de 2021. Disponível em: <https://www.asae.gov.pt/seguranca-alimentar/riscos-biologicos/staphylococcus-aureus.aspx>
- Bush, L. (2021). *Infecções por Staphylococcus aureus*. Consultado em 2021 de Setembro de 2021. Disponível em: <https://www.msmanuals.com/pt-pt/casa/infec%C3%A7%C3%B5es/infec%C3%A7%C3%B5es-bacterianas-bact%C3%A9rias-gram-positivas/infec%C3%A7%C3%B5es-por-staphylococcus-aureus>
- Cadium. (2019). *Óleo de encimagem: o que é e qual sua importância na indústria?* Obtido em 21 de Outubro de 2021, de <https://cadium.com.br/oleo-de-encimagem-o-que-e-e-qual-sua-importancia-na-industria/>
- Catarino, A. (1998). *Dinâmica da tricotagem: Estudo da dinâmica da tensão de entrada do fio e sua aplicação em controlo de qualidade*. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Têxtil, Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Portugal.
- Chio, W., & Powell, N. (2005). Three dimensional seamless garment knitting on V-bed flat knitting machines. *Journal of Textile and Apparel, Technology and management*, 4(3).
- Deopura, B., & Padaki, N. (2015). Synthetic Textile Fibres: Polyamide, Polyester and Aramid Fibres. Em R. Sinclair (Ed.), *Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology* (pp. 97-114). Reino Unido: Woodhead Publishing Series in Textiles. doi:10.1016/b978-1-84569-931-4.00005-2
- Düzyer, Ş., Koral Koç, S., Hockenberger, A., Evke, E., Kahveci, Z., & Uğuz, A. (2013). Effects of different sterilization methods on polyester surfaces. *TEKSTİL ve KONFEKSİYON*, 23(4), 319-324.

- Ferrero, F., & Periolatto, M. (2012). Antimicrobial Finish of Textiles by. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 12(6), 4803–4810. doi:10.1166/jnn.2012.4902
- Gao, Y., & Cranston, R. (2008). Recent Advances in Antimicrobial Treatments of Textiles. *Textile Research Journal*, 78(1), 60–72.
- Gomes, M. (2010). Conservação de têxteis. pp. 217-230.
- Hale, S. (s.d.). *The importance of humidity control in textile processing*. Consultado em 11 de novembro de 2021. Disponível em: <https://www.condair.co.uk/knowledge-hub/the-importance-of-humidity-control-in-textile-processing>
- Hilgenberg, B., Prange, A., & Vossebein, L. (2016). Testing and regulation of antimicrobial textiles. Em G. Sun (Ed.), *Antimicrobial Textiles* (pp. 7-18). Alemanha: Woodhead Publishing Series in Textiles.
- ISO 105-C06:2010: Textiles — Tests for colour fastness — Part C06: Colour fastness to domestic and commercial laundering. ISO standard. International Organization for Standardization, Geneva (2010)
- ISO 20645:2004: Textile fabrics—Determination of antibacterial activity—Agar diffusion plate test. ISO standard. International Organization for Standardization, Geneva (2004)
- ISO 6330:2012: Textiles — Domestic washing and drying procedures for textile testing. ISO standard. International Organization for Standardization, Geneva (2012)
- Jabar, J. (2021). Antimicrobial Functional Textiles. doi:10.5772/intechopen.97806
- JIS L 1902:2008: Testing for antibacterial activity and efficacy on textile products. Japanese Industrial Standard. Tokyo: Japanese Standard Association; 2008.
- Khude, P., Majumdar, A., & Butola, B. (2020). Development of antibacterial knitted fabrics from polyester-silver. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 45, 419-425.
- Landage, S., & Wasif, A. (2012). Nanosilver - an effective antimicrobial agent for finishing of textiles. *International Journal of Engineering Sciences & Emerging Technologies*, 4, 66-78.
- Lansdown, A. (2006). Silver in Health Care: Antimicrobial Effects and Safety in Use. Em U.-C. Hipler, & P. Elsner (Edits.), *Biofunctional Textiles and the Skin* (pp. 17-34). doi:10.1159/000093928

- Lerner, C. (2021). *Is It Better to Air-Dry or Machine-Dry Your Clothes?* Consultado em 10 de Novembro de 2021. Disponível em: <https://www.rd.com/article/better-to-air-dry-or-machine-dry-clothes/>
- Lima, C. (2020). *Otimização do processo de tingimento de poliéster utilizando cumarina como carrier*. Dissertação de Pós-Graduação. Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- Magalhães, A. (2015). *Atividade antimicrobiana em têxteis*. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Farmácia, Universidade do Porto, Portugal.
- Majumdar, A., Butola, B., & Thakur, S. (2015). Development and performance optimization of knitted antibacterial materials using polyester–silver nanocomposite fibres. *Materials Science and Engineering*, 54, 26-31. doi:10.1016/j.msec.2015.04.026
- Market, N. (2013). *The Benefits of Seamless Garment Technology*. Consultado em 10 de novembro de 2021. Disponível em: <https://www.fibre2fashion.com/industry-article/7012/the-benefits-of-seamless-garment-technology>
- Matyjas-Zgondek, E., Bacciarelli, A., Rybicki, E., Szykowska, M., & Kołodziejczyk, M. (2008). Antibacterial Properties of Silver-Finished Textiles. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 16, 101-107.
- Morais, D., Guedes, R., & Lopes, M. (2016). Antimicrobial Approaches for Textiles: From Research to Market. *Materials*, 9(6), 498. doi:10.3390/ma9060498
- Morisso, F., & Silva, E. (2017). Incorporação de ativos funcionais em tecido pelo método de impregnação: abordagem laboratorial.
- Naebe, M., Haque, A., & Haji, A. (2021). Plasma-assisted antimicrobial finishing of textiles: A review. *Engeneering*. doi:10.1016/j.eng.2021.01.011
- Nayak, R., & Padhye, R. (2015). Antimicrobial finishes for textiles. Em R. Paul (Ed.), *Functional Finishes for Textiles: Improving Comfort, Performance and Protection* (pp. 361-385). Woodhead Publishing. doi:10.1533/9780857098450.2.361
- Noble. (2021). *Noble Biomaterials - The Intelligent Materials Company*. Consultado em 7 de outubro de 2021. Disponível em: <https://noblebiomaterials.com/>
- Oliveira, F. (2009). *Tingimento da poliamida 6.6 com corantes ácidos, reativos e diretos após modificação superficial com descarga plasmática de Dupla Barreira Dielétrica (DBD)*. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Portugal.

- Periolatto, M., Ferrero, F., Vineis, c., Varesano, A., & Gozzelino, G. (2017). Novel Antimicrobial Agents and Processes for Textile Applications. *Antibacterial Agents*, pp. 17-37. doi:10.5772/intechopen.68423
- Pinho, E., Magalhães, L., Mariana, H., & Oliveira, R. (2011). Antimicrobial activity assessment of textiles: standard methods comparison. *Annals of Microbiology*, 61(3), 493–498. doi:10.1007/s13213-010-0163-8
- Polygiene, A. (2021). *Polygiene stays fresh techonogies - Wear More. Wash Less*. Consultado em 7 de Outubro de 2021. Disponível em: <https://polygiene.com/>
- Porto Editora. (s.d.). *poliamidas*. Consultado em 20 de julho de 2021. Disponível em: [https://www.infopedia.pt/\\$poliamidas](https://www.infopedia.pt/$poliamidas)
- Prozis. (2021). *Prozis*. consultado em 17 de dezembro de 2021. Disponível em: <https://www.prozis.com/pt/pt/vestuario-feminino>
- Power, E. (2015). Yarn to Fabric: Knitting. Em R. Sinclair (Ed.), *Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology* (pp. 289-305). Reino Unido: Woodhead Publishing Series in Textiles. doi:10.1016/b978-1-84569-931-4.00012-x
- Ristić, T., Zemljič, L., Novak, M., Kunčič, M., Sonjak, S., Cimerman, N., & Strnad, S. (2011). Antimicrobial efficiency of functionalized cellulose fibres as potential medical textiles. Em A. Méndez-Vilas (Ed.), *Science against microbial pathogens: communicating current research and technological advances* (pp. 36-51).
- Roda, J. (2008). *Garantia de Qualidade em Materiais Têxteis*. Dissertação de Mestrado. Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa, Portugal.
- Roy Choudhury, A. R. (2017). Finishes for protection against microbial, insect and UV radiation. Em *Principles of Textile Finishing* (pp. 319-382). Woodhead Publishing Series in Textiles. doi:10.1016/b978-0-08-100646-7.00011-4
- Santoni. (s.d.). *Seamless Techonology*. Consultado em 10 de Novembro de 2021. Disponível em: <https://www.santoni.com/seamless-technology.asp>.
- Scacchetti, F. (2017). *Desenvolvimento de um tecido multifuncional por acabamento para utilização em vestuário desportivo*. Tese de Doutoramento. Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Portugal.
- Schindler, W., & Hauser, P. (2004). *Chemical finishing os textiles* (1º ed.). Reino Unido: Elsevier Science & Technology.

- Seamless Manufacturing Company. (s.d.). *Seamless Complete Guide*. Consultado em 10 de Novembro de 2021. Disponível em: <https://www.seamlessnf.com/seamless-complete-guide/>
- Sedlarik, V. (2013). Antimicrobial Modifications of Polymers. Em R. Chamy (Ed.), *Biodegradation - Life of Science* (pp. 187-204). doi:10.5772/56222
- Shahidi, S., & Wiener, J. (2012). Antibacterial Agents in Textile Industry. *Antimicrobial Agents*, 387-406. doi:10.5772/46246
- Shahid-ul-Islam, Shahid, M., & Mohammad, F. (2013). Green Chemistry Approaches to Develop Antimicrobial Textiles Based on Sustainable Biopolymers: A Review. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(15), 5245–5260. doi:10.1021/ie303627x
- Silva, D., Rocha, R., Silva, C., Barroso, J., Vanessa, M., Mendes, J., . . . Serro, A. (2021). Gamma radiation for sterilization of textile based materials for personal protective equipment. *Degradação e estabilidade de polímero*, 194. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109750>
- Simončič, B., & Klemenčič, D. (2015). Preparation and performance of silver as an antimicrobial agent for textiles: A review. *Textile Research Journal*, 86(2), 210–223. doi:10.1177/0040517515586157
- Sinclair, R. (2015). Understanding Textile Fibres and Their Properties: What is a Textile Fibre? Em R. Sinclair (Ed.), *Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology* (pp. 3-27). Reino Unido: Woodhead Publishing Series in Textiles. doi:<https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-931-4.00001-5>
- Society, M. (2021). *Bacteria / What is microbiology?* . Consultado em 2 de Setembro de 2021. Disponível em: <https://microbiologysociety.org/why-microbiology-matters/what-is-microbiology/bacteria.html>
- Sousa, L., Lima, O., & Pereira, N. (2006). Analysis of Drying Kinetics and Moisture Distribution in Convective Textile Fabric Drying. *Drying Technology*, 24, 485–497.
- Sun, G. (2016). Antimicrobial finishes for improving the durability and longevity of fabric structures. Em G. Sun (Ed.), *Antimicrobial Textiles* (pp. 319-336). Woodhead Publishing Series in Textiles.
- Teufel, L., & Redl, B. (2006). Improved Methods for the Investigation of the Interaction between Textiles and Microorganisms. Em *Lenzinger Berichte* (pp. 54-60).

- Thanh, N., & Phong, N. (2009). Investigation of antibacterial activity of cotton fabric incorporating nano silver colloid. *Journal of Physics: Conference Series*, 187, 012072. doi:10.1088/1742-6596/187/1/012072
- Thermo Scientifi. (2016). *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. Consultado em 8 de Julho de 2021. Disponível em: https://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/BR50555_E_0513M_H_1.pdf
- Thilagavathi, G., & Viju, S. (2016). Antimicrobials for protective clothing. *Antimicrobial Textiles*, pp. 305-317. doi:10.1016/b978-0-08-100576-7.00016-x
- Tomšič, B., Simončič, B., Orel, B., Zerjav, M., & Schroers, H. (2009). Antimicrobial activity of AgCl embedded in a silica matrix on cotton fabric. *Carbohydrate Polymers*, 75(4), 618–626. doi:10.1016/j.carbpol.2008.09.013
- Ultra-Fresh. (2021). *Antimicrobial Additives & Treatments | Ultra-Fresh Technology*. Consultado em 7 de Outubro de 2021. Disponível em: <https://www.ultra-fresh.com/ultra-fresh-antimicrobial-additives/>
- Vanconcelos, F. (2016). *Avaliação dos resultados obtidos no equipamento Moisture Management Tester (MMT) comparativamente a outros métodos de medida de gerenciamento de umidade*. Programa de pós-graduação em têxtil e moda, Escola de Srtes, Ciências e Humanidades, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Vidyasagar, A. (2019). *What Are Bacteria?* Consultado em 2 de Setembro de 2021. Disponível em: <https://www.livescience.com/51641-bacteria.html>
- Vieira, R. (2006). *Estudo da Eficiência e Durabilidade de Diversos Métodos de Fixação de Produtos Antimicrobianos em Fibras Celulósicas*. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Portugal.
- Walter, N., H. McQueen, R., & Keelan, M. (2014). In vivo assessment of antimicrobial-treated textiles on skin microflora. *International Journal of Clothing Science and Technology*, 26(4), 330-342. doi:10.1108/ijcst-12-2012-0078
- Yip, L., & Luk, M. (2016). Microencapsulation technologies for antimicrobial textiles. *Antimicrobial Textiles*, pp. 19-46.
- Yu, C. (2015). Natural Textile Fibres: Vegetable Fibres. Em R. Sinclair (Ed.), *Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology* (pp. 29-56). Reino Unido: Woodhead Publishing Series in Textiles. doi:10.1016/b978-1-84569-931-4.00002-7

ANEXO I – PRODUTOS QUÍMICOS

Neste anexo são apresentados os produtos químicos utilizados no processo de enobrecimento dos têxteis realizado, assim como, a composição química do detergente usado nos ciclos de lavagens das amostras.

A. Produtos introduzidos durante o processo de enobrecimento dos têxteis

Tabela 4. Produtos introduzidos durante o processo de enobrecimento dos têxteis

Etapa	Produtos introduzidos
Tingimento	<p>Produtos auxiliares:</p> <ul style="list-style-type: none">• Agente antiespumante: componentes perigosos (ácido fosfórico, éster isononílico; 2-etilhexan-1-ol)• Detergente: álcoois, ramificada e linear etoxilado, isotridecanol etoxilado, propano-2-ol, dietileno glicol monobutil éter, 1,2-benzisotiazol-3(2H)-ona• Agente nivelador: composto à base de éter poliglicol• Agente anti-vinco: 5-cloro-2-metil-2h-isotiazol-3-ona e 2-metil-2h-isotiazol-3-ona• Agente gerador de ácido: éster de ácido carboxílico <p>Corantes em pó:</p> <ul style="list-style-type: none">• Amarelo - mistura à base de corantes de complexo metálico de cobalto• Vermelho – Mistura de corante ácido azóico e corante de complexo metálico• Azul
Neutralização	Ácido acético
Fixação	Fixador: Ácido benzenossulfônico, 2,4-dimetil-, polímero com formaldeído e 4,4'-sulfonilbis (fenol), sal sódio de amônio; 2-aminoetanol
Acabamento	Amaciador: componentes perigosos (isotridecanol etoxilado; 2-(2-Butoxyethoxy)etanol)

B. Composição química do detergente

Na tabela seguinte apresenta-se a composição química do detergente utilizado nas lavagens das malhas.

Tabela 5. Composição química do detergente de referência de fosfato ECE (B). Fonte: ISO 105-C06:2010(E)

Composição	% de fração mássica
Alquilbenzenossulfonato de sódio linear (comprimento médio da cadeia de alcano C _{11,5})	8,0±0,02
Álcool de sebo etoxilado (14 EO)	2,9±0,02
Sabonete de sódio, comprimento da corrente C ₁₂ – C ₁₆ : 13 % a 26 % C ₁₈ – C ₂₂ : 74 % a 87 %	3,5±0,02
Tripolifosfato de sódio	43,7±0,02
Silicato de sódio (SiO ₂ : Na ₂ O = 3,3: 1)	7,5±0,02
Silicato de magnésio	1,9±0,02
Carboximetilcelulose (CMC)	1,2±0,02
Ácido etilenodiaminotetracético (EDTA), sal de sódio	0,2±0,02
Sulfato de sódio	21,2±0,02
Água	9,9±0,02
Total	100

ANEXO II – CURVA DE CALIBRAÇÃO

Neste anexo apresenta-se a curva de calibração utilizada para determinar a concentração celular, através da densidade ótica, para *Staphylococcus aureus*.

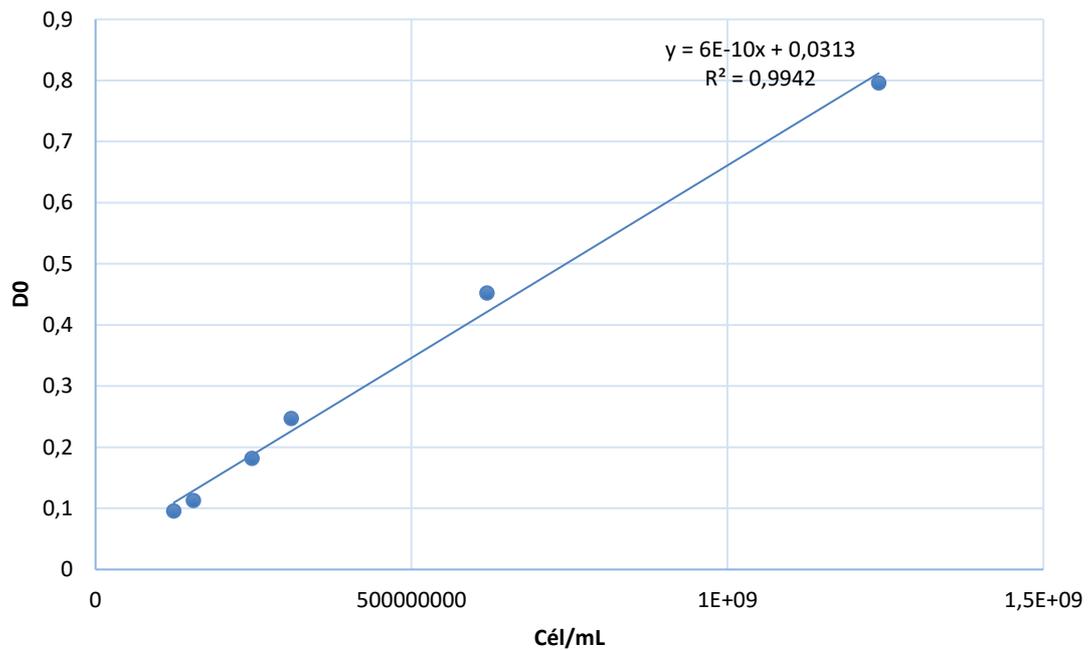


Figura 21. Curva de calibração - densidade ótica (DO) vs concentração celular (cél/mL) para *S. aureus* ATCC 6538.

ANEXO III – TABELAS DOS RESULTADOS OBTIDOS

Neste anexo são apresentadas as tabelas com os valores obtidos em todos os ensaios. As tabelas terão o valor médio logaritmo do número de UFCs por mL da amostra teste após 24h de incubação (Mc), percentagem (%) de inibição, valor bacteriostático (S) e valor bactericida (L) das amostras testadas.

A. Valores obtidos no estudo da influência do método de esterilização

Esterilização por autoclavagem

Tabela 6. Resultados obtidos para a esterilização por autoclavagem das estruturas de malha E1A, E2A e E5A

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1A	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 lavagem	4,9±0,5	37,5±6,0	3,0	-0,4
E2A	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 lavagem	4,3±0,4	45,3±4,9	3,6	0,2
E5A	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 lavagem	4,4±0,5	43,8±5,7	3,5	0,1

Esterilização por radiação ultravioleta

Tabela 7. Resultados obtidos para esterilização por radiação ultravioleta das estruturas de malha E1A, E2A e E5A

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1A	Acabado	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 lavagem	8,0±0,0	-1±0,0	-0,1	-3,5
E2A	Acabado	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 lavagem	7,7±0,0	2,3±0,0	0,2	-3,2
E5A	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20 ^o lavagem	3,8±0,6	51,2±7,3	4,0	0,6

B. Processo A – Fibra de poliamida funcionalizada com prata pelo método de extrusão

Tabela 8. Resultados obtidos das amostras durante as etapas de enobrecimento e no 1º, 5º e 20º ciclo de lavagem para as estruturas de malha E1A, E2A, E3A, E4A e E5A

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1A	Tingimento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Neutralização	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Fixação	4,4±0,7	44,0±8,5	3,5	0,1
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	5,7±0,5	27,4±6,7	2,2	-1,2
	5º lavagem	4,9±0,5	37,4±6,9	2,9	-0,4
	20º lavagem	4,9±0,5	37,5±6,0	3,0	-0,4
E2A	Tingimento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Neutralização	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Fixação	4,0±0,6	57,6±20,2	3,9	0,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	4,5±0,5	42,9±6,9	3,4	0,0
	5º lavagem	4,2±0,7	46,9±9,0	3,7	0,3
	20º lavagem	4,3±0,4	45,3±4,9	3,6	0,2
E3A	Tingimento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Neutralização	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Fixação	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	4,3±0,6	45,8±7,3	3,6	0,2
	5º lavagem	4,0±0,7	49,6±8,3	3,9	0,5
	20º lavagem	4,3±0,7	45,5±8,3	3,6	0,2
E4A	Tingimento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Neutralização	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Fixação	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	4,0±0,3	49,2±4,2	3,9	0,5
	5º lavagem	3,9±0,8	50,2±10,5	4,0	0,6
	20º lavagem	4,2±0,7	46,9±8,3	3,7	0,3
E5A	Tingimento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Neutralização	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Fixação	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	5º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	20º lavagem	4,4±0,5	43,8±5,7	3,5	0,1

C. Processo B – Tratamento antimicrobiano de superfície com cloreto de prata pelo método de esgotamento

Tabela 9. Resultados obtidos das amostras no final da fixação e acabamento e após 1º, 2º, 4º, 8º, 16º e 20º ciclo de lavagem para as estruturas de malha E1B, E2B, E3B, E4B, E5B

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1B	Fixação	6,1±0,3	22,4±3,3	1,8	-1,6
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	4,1±0,4	47,7±5,6	3,8	0,4
	2º lavagem	6,4±0,4	19,2±5,6	1,5	-1,9
	4º lavagem	7,5±0,1	4,8±1,8	0,4	-3,0
	8º lavagem	7,8±0,1	0,7±0,7	0,1	-3,3
	16º lavagem	8,0±0,1	-1,3±0,9	-0,1	-3,5
	20º lavagem	7,9±0,0	-0,7±0,4	-0,1	-3,4
E2B	Fixação	4,3±0,2	45,3±2,2	3,6	0,2
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	2º lavagem	5,0±0,6	36,5±7,8	2,9	-0,5
	4º lavagem	6,8±0,4	14,4±5,7	1,1	-2,3
	8º lavagem	7,6±0,1	3,2±1,1	0,3	-3,1
	16º lavagem	7,8±0,1	1,7±0,9	0,1	-3,3
	20º lavagem	7,8±0,2	0,6±2,2	0,0	-3,3
E3B	Fixação	4,0±0,7	48,9±8,8	3,9	0,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	2º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	4º lavagem	7,1±0,3	10,2±3,6	0,8	-2,6
	8º lavagem	7,4±0,1	6,1±1,4	0,5	-2,9
	16º lavagem	7,9±0,1	0,4±0,9	0,0	-3,4
	20º lavagem	8,0±0,1	-0,8±1,0	-0,1	-3,5
E4B	Fixação	4,0±0,9	49,6±11,3	3,9	0,5
	Acabamento	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	2º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	4º lavagem	6,1±0,5	22,4±6,4	1,8	-1,6
	8º lavagem	7,3±0,1	7,9±1,0	0,6	-2,8
	16º lavagem	7,9±0,1	-0,3±1,4	0,0	-3,4
	20º lavagem	7,9±0,1	0,3±1,7	0,0	-3,4
E5B	Fixação	4,5±0,9	43,5±10,9	3,4	0,0
	Acabado	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	1º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	2º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	4º lavagem	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	8º lavagem	5,6±0,8	28,4±9,5	2,2	-1,1
	16º lavagem	7,1±0,2	9,8±2,6	0,8	-2,6
	20º lavagem	7,1±0,1	10,1±0,8	0,8	-2,6

D. Valores obtidos no estudo da influência das condições de secagem na atividade antibacteriana

Processo A

Tabela 10. Resultados obtidos das amostras com 5 lavagens com secagem na máquina e 5 lavagens com secagem ao natural para a estruturas de malhas E1A, E2A, E3A, E4A e E5A

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1A	5º lavagem com secagem na máquina	4,9 ± 0,5	37,4 ± 6,9	2,9	-0,4
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5
E2A	5º lavagem com secagem na máquina	4,2 ± 0,7	46,9 ± 9,0	3,7	0,3
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5
E3A	5º lavagem com secagem na máquina	4,0 ± 0,7	49,6 ± 8,3	3,9	0,5
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5
E4A	5º lavagem com secagem na máquina	3,9 ± 0,8	50,2 ± 10,5	4,0	0,6
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5
E5A	5º lavagem com secagem na máquina	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0 ± 0,0	100,0 ± 0,0	7,9	4,5

Processo B

Tabela 11. Resultados obtidos das amostras com 4 e 8 lavagens com secagem na máquina e 5 lavagens com secagem ao natural para as estruturas de malha E1B, E2B, E3B, E4B e E5B

		Média Mc (t24 h)	% de inibição	S	L
E1B	4º lavagem com secagem na máquina	7,5±0,1	4,8±1,8	0,4	-3,0
	5º lavagem com secagem ao natural	5,4±0,9	31,8±12,0	2,5	-0,9
	8º lavagem com secagem na máquina	7,8±0,1	0,7±0,7	0,1	-3,3
E2B	4º lavagem com secagem na máquina	6,8±0,4	14,4±5,7	1,1	-2,3
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	8º lavagem com secagem na máquina	7,6±0,1	3,2±1,1	0,3	-3,1
E3B	4º lavagem com secagem na máquina	7,1±0,3	10,2±3,6	0,8	-2,6
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	8º lavagem com secagem na máquina	7,4±0,01	6,1±1,4	0,5	-2,9
E4B	4º lavagem com secagem na máquina	6,1±0,5	22,4±6,7	1,8	-1,6
	5º lavagem com secagem ao natural	2,9±2,1	62,7±26,5	4,9	1,6
	8º lavagem com secagem na máquina	7,3±0,1	7,9±1,0	0,6	-2,8
E5B	4º lavagem com secagem na máquina	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	5º lavagem com secagem ao natural	0,0±0,0	100,0±0,0	7,9	4,5
	8º lavagem com secagem na máquina	5,6±0,8	28,4±9,5	2,2	-1,1