Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Maria Beatriz Silva Faria

Funcionalização sustentável de substratos lignocelulósicos

março de 2025

Funcionalização sustentável de substratos lignocelulósicos
Maria Beatriz Silva Faria
UMinho | 2025

Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Maria Beatriz Silva Faria

Funcionalização sustentável de substratos lignocelulósicos

Dissertação de Mestrado
Mestrado em Engenharia Têxtil
Área de Especialização em Materiais e Acabamentos Funcionais

Trabalho efetuado sob orientação de
Professor Doutor Andrea Zille

março de 2025

Despacho RT - 31 /2019 - Anexo 3

Declaração a incluir na Tese de Doutoramento (ou equivalente) ou no trabalho de Mestrado

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.

Licença concedida aos utilizadores deste trabalho



Atribuição-NãoComercial-SemDerivações

CC BY-NC-ND

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

[Esta é a mais restritiva das nossas seis licenças principais, só permitindo que outros façam download dos seus trabalhos e os compartilhem desde que lhe sejam atribuídos a si os devidos créditos, mas sem que possam alterá-los de nenhuma forma ou utilizá-los para fins comerciais.]

Agradecimentos

Ao meu orientador, Professor Doutor Andrea Zille, pelo conhecimento transmitido, pela motivação constante e por me permitir trilhar o meu próprio caminho. A sua orientação foi essencial para o meu crescimento, autonomia e coragem para enfrentar desafios e seguir em frente, sempre com confiança. Levo comigo não só o conhecimento adquirido, mas também valiosas lições de perseverança e autonomia, que me acompanharão em todo o meu caminho.

À minha orientadora, Doutora Carla Joana Silva, agradeço imensamente pela orientação atenciosa e pelo voto de confiança, permitindo-me explorar as minhas ideias com liberdade e autonomia. A sua paciência, incentivo e apoio constante foram essenciais para o meu crescimento, ajudando-me a superar desafios sem nunca desanimar. Levo comigo não apenas a aprendizagem técnica, mas também a motivação e a inspiração que me transmitiu ao longo desta jornada.

À Doutora Joana Gomes e ao Mestre João Mariz, gostaria de expressar a minha imensa gratidão a ambos, que estiveram presentes em todos os momentos, sempre dispostos a apoiar-me. O conhecimento, a paciência e a orientação técnica que me ofereceram foram fundamentais para o meu crescimento profissional, tal como a atenção e cuidado em momentos pessoais que fizeram toda a diferença. Agradeço sinceramente por estarem sempre ao meu lado, com apoio constante e incentivo, tornando esta jornada muito mais enriquecedora.

A todos os colaboradores do Departamento de Química e Biotecnologia do CITEVE, em especial à Rosa Maria, à Catarina Rodrigues, à Tatiana Felizardo e ao Sr. Manuel, pela ajuda e conhecimentos partilhados e por tornarem cada dia de trabalho mais agradável e produtivo.

À Professora Doutora Ana Maria Rocha pela sabedoria compartilhada, pelo incansável apoio, pela ajuda e acompanhamento em todo e qualquer momento. Levo comigo uma bagagem profissional e emocional enorme graças a si. Obrigada por acreditar em mim e sempre me fazer querer ir mais longe.

Ao Doutor Jorge Padrão agradeço por sempre se ter mostrado disposto a compartilhar o seu tempo e experiência, tornando cada momento de aprendizagem ainda mais valioso.

À Mestre Bárbara Vieira e ao Mestre Rui do 2C2T por todo o apoio e conhecimento partilhado ao longo de toda a dissertação.

Gostaria de expressar a minha eterna gratidão aos meus pais e ao meu irmão, que sempre estiveram ao meu lado, oferecendo apoio incondicional e amor em todos os momentos. Sem o vosso esforço, incentivo e confiança, não teria sido possível dedicar-me a este caminho com a tranquilidade necessária. Agradeço por me motivarem a seguir os meus sonhos, por acreditarem em mim e por estarem sempre presentes,

seja nas dificuldades ou nas conquistas. O vosso apoio é a base de todo o meu sucesso, e sou imensamente grata por isso.

Agradecer de coração à minha amiga, Ana Isabel Pinheiro, que esteve ao meu lado durante toda esta fase. A tua amizade, apoio e incentivo foram essenciais em cada passo desta jornada. Sou extremamente grata por ter tido alguém tão especial para compartilhar esta experiência, e por me proporcionar não só companhia, mas também força e inspiração ao longo de todo esse processo.

Por fim, a todos os meus colegas de estágio e de curso, que de alguma forma contribuíram para o sucesso do meu trabalho, aos meus familiares e amigos, muito obrigada.

Esta Dissertação de Mestrado foi realizada no âmbito do Projeto Integrado be@t – Bioeconomia Têxtil, para Reforço da Bioeconomia Nacional, financiado pelo Fundo Ambiental através da Componente 12 – Promoção da Bioeconomia Sustentável (Investimento TC-C12-i01 – Bioeconomia Sustentável N.º02/C12- i01.01/2022), dos fundos europeus atribuídos a Portugal pelo Plano de Recuperação e Resiliência (PRR), no âmbito do Mecanismo de Recuperação e Resiliência da União Europeia (UE), enquadrado no Next Generation UE, para o período de 2021 - 2026.

Despacho RT - 31 /2019 - Anexo 4

Declaração a incluir na Tese de Doutoramento (ou equivalente) ou no trabalho de Mestrado

DECLARAÇÃO DE INTEGRIDADE

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

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

Assinado por: **Maria Beatriz Silva Faria**
Num. de Identificação: 15073513
Data: 2025.03.18 22:21:37 +0000

Resumo

A indústria têxtil e do vestuário, reconhecida como considerável fonte de impacto ambiental enfrenta desafios ambientais como o alto consumo de água e a poluição química. Torna-se assim fundamental a transição da indústria têxtil para práticas mais éticas e sustentáveis, destacando-se o aproveitamento de subprodutos agroindustriais para o desenvolvimento de substratos têxteis multifuncionais e ecológicos. A presente investigação foca-se na exploração de compostos bioativos provenientes de subprodutos como folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona para conferir propriedades antibacterianas em substratos lignocelulósicos, cânhamo, linho e algodão. Paralelamente, a aplicação de fosfato tricálcico e minerais como mordenite e *halloysite* foi também estudada em substratos lignocelulósicos, cânhamo, linho e algodão, para promover a retardância à chama.

O estudo envolveu a recolha e processamento de subprodutos naturais, seguidos de extração de compostos bioativos utilizando solventes ecológicos, como misturas hidroetanólicas. Posteriormente, os extratos foram aplicados em substratos lignocelulósicos através da técnica de impregnação, otimizando as condições experimentais para maximizar a funcionalização. Os substratos foram caracterizados quanto a propriedades antioxidantes e antibacterianas, utilizando métodos como espectrofotometria para os métodos *Folin-Ciocalteu* e DPPH, análise colorimétrica e ensaios antibacterianos. De forma análoga aos extratos, os minerais foram aplicados em substratos lignocelulósicos através da técnica de impregnação e seguidamente submetidos a testes de flamabilidade.

Os resultados demonstraram que os substratos funcionalizados apresentaram melhorias significativas nas propriedades pretendidas, como atividade antibacteriana eficaz contra *Staphylococcus aureus* bem como atividade antioxidante e retardância à chama. Os extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona e folhas de bananeira obtiveram a maior concentração de compostos fenólicos e atividade antioxidante. No que diz respeito ao substrato têxtil e optando pelas alternativas à utilização do algodão, o linho destacou-se com melhores resultados após funcionalização e após lavagem. A utilização da mordenite permitiu conferir retardância à chama nomeadamente nos tecidos de algodão e linho sem pré-tratamento.

Este trabalho demonstra e reforça o potencial dos métodos sustentáveis na funcionalização têxtil, alinhando-se com objetivos globais de sustentabilidade e economia circular, promovendo práticas inovadoras na indústria têxtil.

Palavras-chave: sustentabilidade, têxteis lignocelulósicos, subprodutos, compostos bioativos, funcionalização

Abstract

The textile and clothing industry, recognized as a considerable source of environmental impact, faces environmental challenges such as high water consumption and chemical pollution. The transition of the textile industry towards more ethical and sustainable practices is therefore essential, with the utilization of agro-industrial by-products being of particular importance for the development of multifunctional and environmentally friendly textile substrates. This research focuses on the exploitation of bioactive compounds from by-products such as nettle leaves, hemp stalks, banana leaves and olive pomace to confer antibacterial properties on lignocellulosic substrates, hemp, linen and cotton. In parallel, the application of tricalcium phosphate and minerals such as mordenite and halloysite was also studied on lignocellulosic substrates, hemp, flax and cotton, to promote flame retardancy.

The study involved the collection and processing of natural by-products, followed by the extraction of bioactive compounds using environmentally friendly solvents such as hydroethanolic mixtures. Subsequently, the extracts were applied to lignocellulosic substrates using the impregnation technique, optimizing the experimental conditions to maximize functionalization. The substrates were characterized for their antioxidant and antibacterial properties using spectrophotometry for the Folin-Ciocalteu and DPPH methods, colorimetric analysis and antibacterial tests. Similarly to the extracts, the minerals were applied to lignocellulosic substrates using the impregnation technique and then subjected to flammability tests.

The results showed that the functionalized substrates presented significant improvements in the desired properties, such as antioxidant and antibacterial activity effective against *Staphylococcus aureus*, as well as flame retardancy. Hydroethanolic extracts of olive pomace and banana leaves obtained the highest phenolic compound concentration and antioxidant activity. Regarding the textile substrate and opting for cotton alternatives, flax stood out with better results after functionalization and washing. The use of mordenite allowed to confer flame retardancy, namely in cotton and flax fabrics without pre-treatment.

This work demonstrates and reinforces the potential of sustainable methods in textile functionalization, aligning with global goals of sustainability and circular economy, promoting innovative practices in the textile industry.

Keywords: sustainability, lignocellulosic textiles, by-products, bioactive compounds, functionalization

Índice

Resumo ..... *vi*

Abstract ..... *vii*

Índice de figuras ..... *x*

Índice de tabelas ..... *xii*

Lista de abreviaturas ..... *xiii*

1. Introdução *1*

1.1. Enquadramento e motivação **1**

1.2. Objetivos **3**

1.3. Entidade de acolhimento **3**

2. Estado da Arte *4*

2.1. Impacto ambiental da Indústria têxtil e do Vestuário (ITV) **4**

2.2. Substratos lignocelulósicos **6**

2.3. Funcionalização sustentável **7**

2.3.1. Resistência antibacteriana 8

2.3.2. Retardância à chama 16

3. Materiais e Métodos *21*

3.1. Materiais **21**

3.1.1. Subprodutos industriais para acabamento antibacteriano 21

3.1.2. Produtos para acabamento de retardância à chama 22

3.1.3. Produtos Químicos 22

3.1.4. Substratos Têxteis 23

3.2. Métodos **24**

3.2.1. Adequação dos subprodutos 24

3.2.2. Extração dos compostos bioativos 25

3.2.3. Funcionalização de substratos têxteis 27

3.2.4. Técnicas de caracterização dos subprodutos, extrações e substratos 31

3.2.5. Análise estatística dos dados 37

4. Análise e Discussão dos Resultados *37*

4.1. Cartas de controlo **37**

4.2. Adequação e caracterização dos subprodutos **39**

4.2.1. Determinação do conteúdo fenólico total e atividade antioxidante 41

4.3. Extrações hidroetanólicas dos subprodutos **42**

4.3.1. Extrações de folha de urtiga: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante 43

4.3.2. Extrações de caule de cânhamo: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante 44

4.3.3. Extrações de folha de bananeira: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante 46

4.3.4. Extrações de bagaço de azeitona: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante 47

4.3.5. Síntese dos resultados: extrações hidroetanólicas dos subprodutos em estudo 48

4.4. Otimização de processos com recurso ao planeamento de experiências por *Design of Experiments (DoE)* **49**

4.5. Funcionalização dos substratos lignocelulósicos **50**

4.5.1. Funcionalização com extratos hidroetanólicos 50

4.5.2. Funcionalização com retardantes à chama 51

4.6. Caracterização dos substratos funcionalizados **52**

4.6.1. Atividade antioxidante 52

4.6.2. Análise colorimétrica 56

4.6.3. Atividade antibacteriana 61

4.6.4. Teste flamabilidade 65

5. Conclusões ***69***

6. Perspetivas futuras ***71***

Bibliografia ***72***

Anexos ***83***

Índice de figuras

Figura 1. Representação esquemática da economia circular (adaptado de (Gözet & Wilts, 2022)). 5
Figura 2. Planta da urtiga e respetivas folhas (Fonte: (De Vico *et al.*, 2018; Fruit Hill Farm, 2024)). ... 12
Figura 3. Planta de cânhamo e respetivos caules e resíduo (*shives*) (Fonte:(Andre *et al.*, 2016; Indiamart, 2024; Himalayan Hemp, 2024)). 13
Figura 4. Planta da banana (bananeira) e respetivas folhas (Fonte: (HappySprout, 2024; HerZindagi, 2024)) 14
Figura 5. Planta da azeitona (oliveira) e respetivo resíduo (bagaço) (Fonte: (Agriterra, 2022; Wood Pellet Mill, 2024)). 15
Figura 6. Osso animal e pó fosfato tricálcico (Adobe Stock, 2024; Made-in-China, 2024). 17
Figura 7. Mineral *halloysite* e respetivo pó (Indiamart, 2024; Nanorh, 2024). 18
Figura 8. (a) Estrutura química e (b) estrutura 3D do zeólito (adaptado de (Markovska Burgas *et al.*, 2009)) 19
Figura 9. Zeólito mordenite e respetivo pó (Britannica, 2024; Zr Catalyst, 2024). 20
Figura 10. Moinho de lâminas *SM 300 RETSCH.* 24
Figura 11. Esquema representativo da análise DoE. 26
Figura 12. Esquema da metodologia adotada para o acabamento antibacteriano. 28
Figura 13. Esquema da metodologia adotada para o acabamento de retardância à chama. 28
Figura 14. Equipamento *Datacolor Spectro750.* 34
Figura 15. Demonstração ensaio solidez à luz. 35
Figura 16. Carta de controlo dos brancos no ensaio de Folin, (como descrito no ponto *3.2.4.3. Quantificação do conteúdo fenólico total*). 38
Figura 17. Carta de controlo dos brancos no ensaio de DPPH, (como descrito no ponto *3.2.4.4. Determinação da atividade antioxidante*). 38
Figura 18. Representação macroscópica dos resíduos após adequação da granulometria: (a) folha de urtiga, (b) caule de cânhamo Futura 75, (c) folha de bananeira e (d) bagaço de azeitona. 40
Figura 19. Molhabilidade dos subprodutos em pó. 40
Figura 20. Conteúdo fenólico total (a) e atividade antioxidante dos subprodutos em pó (b). 41
Figura 21. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas das folhas de urtiga. 43
Figura 22. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas dos caules de cânhamo. 45
Figura 23. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas das folhas de bananeira. 46
Figura 24. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas do bagaço de azeitona. 47
Figura 25. Extrações hidroetanólicas (3% biomassa e 10% EtOH) de folhas de urtiga (a); caules de cânhamo (b); folhas de bananeira (c) e bagaço de azeitona (d)) 50
Figura 26. Atividade antioxidante dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com extratos de (a) folhas de urtiga; (b) caules de cânhamo; (c) folhas de bananeira e (d) bagaço de azeitona. 52
Figura 27. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de urtiga. 56
Figura 28. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de caules de cânhamo. 58

Figura 29. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de bananeira. 59
Figura 30. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona. 60
Figura 31. Atividade antibacteriana dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com (a) extratos hidroetanólicos de folha de bananeira e (b) extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona contra a espécie *S. aureus.* 62
Figura 32. Atividade antibacteriana dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com (a) extratos hidroetanólicos de folha de bananeira e (b) extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona contra a espécie *P. aeruginosa.* 64
Figura 33. Teste Flamabilidade dos substratos de algodão, linho e cânhamo cationizados funcionalizados com (a) mordenite; (b) *halloysite* e (c) TCP. 66
Figura 34. Teste flamabilidade dos substratos de algodão, linho e cânhamo cationizados funcionalizados com mordenite. 67

Índice de tabelas

Tabela 1. Subprodutos e respetiva origem 21
Tabela 2. Subprodutos e respetiva origem 22
Tabela 3. Substratos têxteis e respetiva origem 23
Tabela 4. Condições de extração para todos os subprodutos 25
Tabela 5. Fatores DoE estudados no planeamento 2^4 realizado 26
Tabela 6. Matriz experimental dos ensaios, segundo o fatorial completo 2^4 realizado 27
Tabela 7. *Pick up* cationização. 29
Tabela 8. *Pick up* cationização amostras funcionalizadas na condição ótima 29
Tabela 9. *Pick up* impregnação extratos hidroetanólicos 30
Tabela 10. *Pick up* impregnação mordenite 30
Tabela 11. Diluições intermédias de ácido gálico 32
Tabela 12. Parâmetros analisados no colorímetro (adaptado de (Cabral *et al.*, 2024)) 34
Tabela 13. Correlação entre a redução logarítmica e a respetiva classificação (adaptado de (Vieira *et al.*, 2023)) 36
Tabela 14. Substratos de algodão linho e cânhamo funcionalizados com mordenite 51

Lista de abreviaturas

Abs	Absorvância
Al	Alumínio
$Al_2Si_{10}O_{24}·7H_2O$	Mordenite
$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	*Halloysite*
ATH	Trihidróxido de alumínio
Ca	Cânhamo
CITEVE	Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal
CO	Algodão
CO2	Dióxido de carbono
DBD	*Softal Electronics GmbH*
DoE	*Design of Experiments*
DPPH	2,2-difenil-1-picrylhydrazil
EtOH	Etanol
ETSA	Empresa Transformadora de Subprodutos Animais em Portugal
FC	*Folin-Ciocalteu*
GA	Ácido gálico
GAE	Equivalentes de ácido gálico
ITV	Indústria têxtil e do Vestuário
Li	Linho
O	Oxigénio
o	optifix
P. aeruginosa	*Pseudomonas aeruginosa*
PBS	Tampão fosfato-salino
q	quitosano
S. aureus	*Staphylococcus aureus*
Si	Silício
TCI	TOKYO CHEMICAL INDUSTRY
TCP	Fosfato tricálcico
Trolox	6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic Acid
TSB	*Trypticase soy broth*
UE	União Europeia
UFC	Unidades formadoras de colónias

1. Introdução

1.1. Enquadramento e motivação

A indústria têxtil e do vestuário, reconhecida como considerável fonte de impacto ambiental devido ao elevado consumo de água, emissão de gases de efeito de estufa e bem como o fenómeno amplamente conhecido, *fast fashion*, que consiste na rápida rotação de designs de produtos e materiais destinados a influenciar as preferências dos consumidores e a aumentar as vendas a curto prazo, contribuindo para o aumento de desperdícios gerados (European Parliament, 2024; Ramírez-Escamilla *et al.*, 2024). Mais concretamente, o consumo de têxteis na União Europeia gerou a terceira maior procura de água e terra e a quinta maior utilização de matérias-primas e emissões de gases com efeito de estufa (European Environment Agency, 2024).

O setor têxtil enfrenta assim, pressões crescentes para o desenvolvimento de práticas sustentáveis devido ao aumento da consciencialização ambiental e legislação (European Parliament, 2024). A transição para uma indústria menos poluente é crucial para satisfazer as expectativas éticas dos consumidores, reduzir a poluição da água e minimizar impactos nos ecossistemas (Saha *et al.*, 2024). Deste modo, a economia circular ganha especial interesse principalmente na valorização de subprodutos agroindustriais, visando reduzir a geração de resíduos, minimizar o consumo de recursos e criar soluções sustentáveis, com o objetivo de diminuir a dependência humana de materiais fósseis e seus impactos ambientais adversos (Jia *et al.*, 2020).

Neste contexto, têm sido feitos esforços no sentido de explorar novas fibras e novos processos de funcionalização têxtil. As fibras naturais, compostas essencialmente por celulose, oferecem uma alternativa promissora às fibras sintéticas convencionais. Para além das mais conhecidas, como o algodão, as fibras naturais podem também ser extraídas de vários resíduos como por exemplo caules de cânhamo (Jankauskiene *et al.*, 2015; Lyu *et al.*, 2022) e da bananeira (Brindha *et al.*, 2019; Manimaran *et al.*, 2020). Adicionalmente, da extração de fibras provenientes do caule e/ou folhas de plantas resultam resíduos e subprodutos que possuem um elevado potencial de valorização, por constituírem fonte de compostos bioativos capazes de providenciar propriedades de elevado interesse para aplicações na indústria têxtil (Y. Zhao *et al.*, 2015a). A utilização e aproveitamento das diversas partes da planta para melhorar e conferir valor acrescentado às soluções têxteis está diretamente ligada ao conceito de economia circular (Rodrigues & Delerue-Matos, 2022; Kramar *et al.*, 2021).

Surge assim, uma crescente evolução e interesse no desenvolvimento de têxteis multifuncionais com o objetivo de aumentar o valor agregado e ampliar potenciais aplicações das estruturas têxteis convencionais. Necessidades diferentes requerem funcionalidades diferentes, ou seja, a atribuição de propriedades aos substratos como repelência à água, resistência antimicrobiana, regulação de temperatura, retardância à chama, entre outros, depende do ambiente/setor específico envolvente (Santiago *et al.*, 2024). Mais concretamente, é de realçar a importância dos acabamentos antimicrobianos em vestuário de desporto e aplicações médicas ou qualquer outro produto que esteja exposto a agentes patogénicos e acabamentos retardantes de chama em vestuário de segurança ou em qualquer aplicação que possa estar exposta a calor e chama extremos (Loomia, 2024). Além do mais, é crucial desenvolver alternativas sustentáveis para esses acabamentos, mantendo o compromisso ambiental e de segurança para o utilizador.

Neste enquadramento, surge o presente trabalho que visa desenvolver têxteis funcionais, priorizando fibras lignocelulósicas e métodos sustentáveis de funcionalização. Na busca por métodos sustentáveis de acabamento, o foco recaiu na utilização de extratos naturais de plantas e o bagaço de azeitona para conferir propriedades antimicrobianas. Para o acabamento retardante à chama a estratégia envolveu a funcionalização com recurso a um zeólito natural, como a mordenite, uma nanoargila *halloysite* e um subproduto da indústria alimentar fosfato tricálcico (TCP). A técnica selecionada para aplicar os subprodutos nas respetivas estruturas têxteis foi a impregnação por *Foulard*.

Este trabalho contribuiu assim para a transição da indústria têxtil, promovendo práticas mais éticas e sustentáveis.

O presente trabalho está inserido no Projeto integrado be@t – Bioeconomia Têxtil, fazendo parte do plano nacional de recuperação e resiliência. O projeto be@t foca-se em 4 pilares fundamentais: biomateriais, circularidade, sustentabilidade e sociedade, tendo como um dos objetivos promover a produção de produtos têxteis a partir de fontes biológicas, como alternativa aos materiais de fontes fósseis. A exploração das fibras de linho e cânhamo está inserida no pilar dos biomateriais, na Iniciativa 2, que envolve a exploração de fibras naturais alternativas. Nesta Iniciativa, a Medida 5 pretende a I&D de materiais e processos sustentáveis para funcionalização de têxteis com base em fibras naturais, como cânhamo, linho, bananeira, ananás, etc. Pretende-se a obtenção de novas estruturas têxteis com funcionalidades acrescidas, mantendo as credenciais de sustentabilidade que norteiam este projeto. As estratégias exploradas devem envolver um menor consumo de aditivos químicos, assim como menor consumo de água e energia.

1.2. Objetivos

O presente trabalho tem como principal objetivo desenvolver produtos demonstradores de têxteis funcionais. Estes serão desenvolvidos com recurso a fibras lignocelulósicas, incluindo algodão, linho e cânhamo, devido ao seu carácter mais sustentável. Para o processo de funcionalização, o objetivo é encontrar alternativas sustentáveis, que permitam conferir propriedades adicionais, como atividade antibacteriana, antioxidante, e retardância à chama. Para tal, para a promoção das propriedades antioxidante e antibacteriana será explorada a extração de composto bioativos provenientes de subprodutos industriais têxteis (folha de urtiga e caule de cânhamo) e de outras indústrias nacionais (folha de bananeira e bagaço de azeitona), com o objetivo de manter o compromisso com a circularidade. No caso da retardância à chama serão utilizados minerais (mordenite e *halloysite*) e um subproduto da indústria alimentar (fosfato tricálcico (TCP)). No sentido de obter os compostos bioativos, e as respetivas propriedades e funcionalização, pretende-se a utilização de métodos sustentáveis, que permitam obter produtos têxteis funcionais com uma pegada ambiental inferior aos produtos convencionais.

1.3. Entidade de acolhimento

O CITEVE (Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal) é uma organização privada sem fins lucrativos, sediada em Vila Nova de Famalicão e com delegações comerciais no Brasil, Tunísia, Argentina, Paquistão, Chile e México. Disponibiliza às empresas do setor têxtil e do vestuário, especialmente às pequenas e médias empresas, um conjunto de serviços como ensaios laboratoriais, certificação de produtos, consultoria técnica e tecnológica, I&D, formação e moda e design (*CITEVE*, 2024). Como organização de referência a nível nacional e europeu na promoção da inovação e no desenvolvimento da Indústria Têxtil e do Vestuário, a missão do CITEVE passa por apoiar o desenvolvimento das capacidades técnicas e tecnológicas da indústria têxtil e de vestuário, promovendo a inovação, a melhoria da qualidade e fornecendo suporte instrumental para a definição de políticas industriais para o setor (*CITEVE*, 2024).

O CITEVE encontra-se em atividade desde 1989, contando com a participação de 630 empresas, maioritariamente da região Norte de Portugal. Isto é evidente através de uma ligação muito próxima às empresas e um conhecimento aprofundado da realidade e desempenho do setor, o CITEVE desempenha também um papel relevante na definição e implementação de políticas públicas. Adicionalmente, o CITEVE posiciona-se estrategicamente entre as universidades e as empresas (*CITEVE*, 2024).

2. Estado da Arte

2.1. Impacto ambiental da Indústria têxtil e do Vestuário (ITV)

A ITV é uma das maiores indústrias do mundo, tendo uma contribuição significativa para a poluição ambiental. O impacto da ITV deve-se a uma cadeia de valor extensa com práticas relevantes que se estendem desde o cultivo ou produção de fibras, até ao fim de vida do produto (Leal Filho *et al.*, 2022). Tal é evidenciado pelo elevado consumo de água, energia e produtos químicos bem como a elevada geração de resíduos, que provocam uma repercussão negativa na pegada ecológica (Niinimäki *et al.*, 2020).

Segundo dados recentes, a produção global de fibras aumentou 7%, passando de 116 milhões de toneladas em 2022 para 124 milhões de toneladas em 2023. Este número deverá subir para 160 milhões de toneladas em 2030, caso as tendências atuais se mantenham. A quota de mercado das fibras sintéticas continuou a aumentar em 2023, enquanto a de algodão e das fibras recicladas diminuiu ligeiramente. Estes dados destacam uma dependência contínua de materiais sintéticos, o que compromete os objetivos climáticos do setor têxtil (Textile Exchange, 2024). Para além disso, a indústria têxtil é responsável por cerca de 20% da poluição global da água potável, decorrente da utilização de produtos para tingimento e acabamento. Em 2020 o setor têxtil foi a terceira maior fonte de degradação de água e de utilização dos solos, sendo que o consumo médio de têxteis por pessoa na União Europeia exigia 9 m^3 de água, 400 m^2 de terra e 391 kg de matérias-primas e provocou uma pegada carbónica de cerca de 270 kg (European Parliament, 2024).

De forma a reduzir este impacto, o atual modelo de economia linear tem vindo a dar lugar a um modelo de economia circular, esquematizado na Figura 1, no qual a sustentabilidade passa a ter um papel fundamental no dia a dia de muitas empresas do sector. Este conceito abrange toda a atividade económica, envolvendo três diferentes dimensões: produção, consumo e pós-consumo (Vidal-Ayuso *et al.*, 2023). Assim, no setor têxtil todos os passos envolvidos na produção (produção de matérias-primas e estruturas têxteis, acabamentos, *design)* podem contribuir para o estabelecimento de uma economia circular. No que diz respeito ao consumo, a principal contribuição vem, do próprio consumidor e das suas ações. Este é responsável, em primeiro lugar, por adotar práticas de redução e reutilização, e, em seguida, por desenvolver uma consciência mais crítica ao realizar compras, prestando atenção na seleção e aquisição de produtos que se insiram no conceito de economia circular. No pós-consumo, a maior responsabilidade recai sobre a indústria e os governos. As indústrias devem impulsionar

internamente o desenvolvimento de metodologias e práticas eficazes para a reutilização de produtos pós-consumo, com vista à criação de novas matérias-primas, materiais têxteis, artigos, novas utilizações ou até à produção de energia, através de técnicas de reciclagem. Além disso, é essencial o incentivo por parte dos governos, promovendo políticas públicas e apoio financeiro que estimulem a inovação e a implementação dessas soluções sustentáveis, garantindo assim uma transição mais eficaz para uma economia circular (European Parliament, 2024; Vidal-Ayuso *et al.*, 2023). A deposição final em aterro e incineração não devem ser consideradas como alternativas e serão proibidas a partir de janeiro de 2025 (European Comission, 2024).

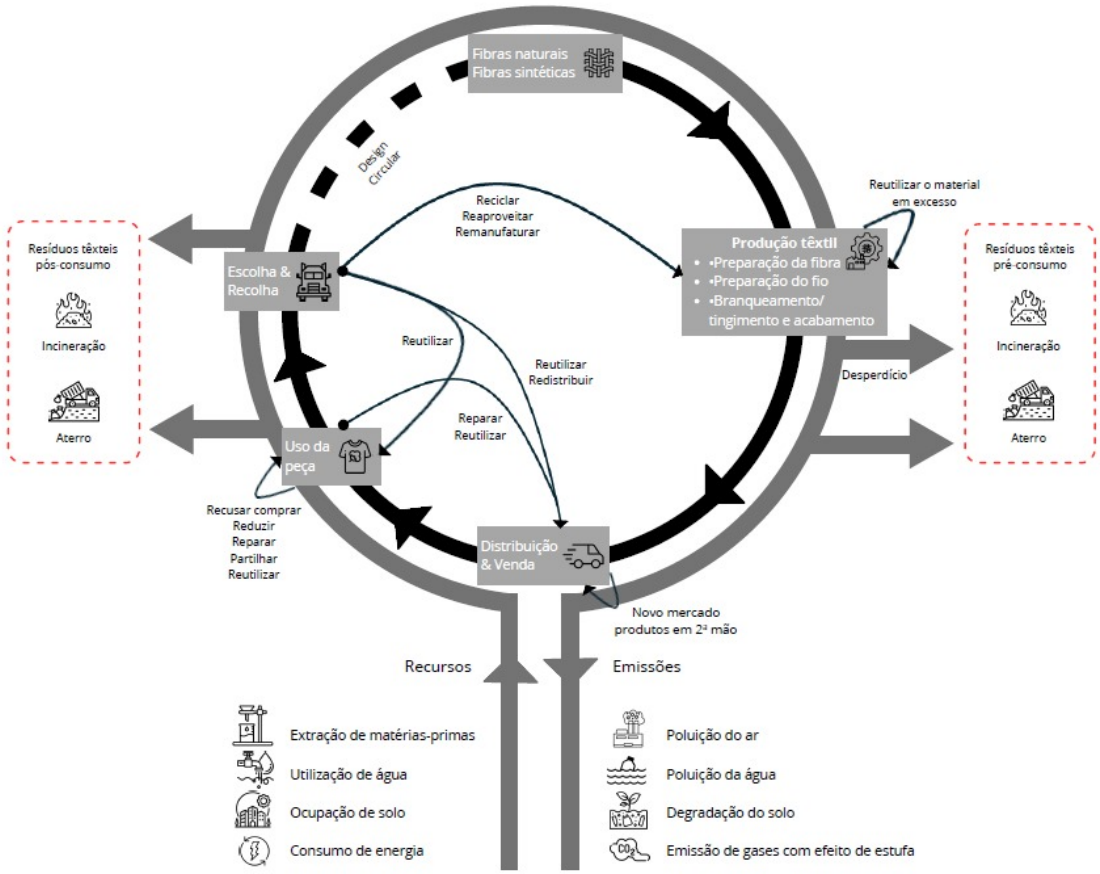


Figura 1. Representação esquemática da economia circular (adaptado de (Gözet & Wilts, 2022)).

Segundo European Parliament (2024) espera-se que até 2030, os produtos têxteis colocados no mercado da UE sejam de longa duração e recicláveis, e que sejam feitos tanto quanto possível de fibras recicladas e livres de substâncias perigosas.

2.2. Substratos lignocelulósicos

Espera-se que a crescente pressão associada ao consumo de fibras sintéticas leve a um maior consumo de fibras naturais (European Parliament, 2024). As fibras naturais podem ser classificadas de acordo com a sua origem: animal, vegetal e mineral. Em particular as fibras vegetais são constituídas maioritariamente por celulose, hemicelulose e lignina podendo por isso ser também denominadas de fibras lignocelulósicas (Thomas *et al.*, 2016). Contudo, ainda que sejam derivadas de recursos renováveis, a sua sustentabilidade depende do método de produção (K. Wise *et al.*, 2023).

Entre as fibras naturais, como algodão, seda, lã, linho, cânhamo, etc., o algodão é o que ocupa a maior percentagem no mercado têxtil, responsável por aproximadamente um terço da produção têxtil mundial, enquanto as fibras sintéticas incluindo o poliéster, acrílico, poliamida e polipropileno correspondem a 60% (Payne, 2015). O algodão é cultivado em mais de 100 países e ocupa uma área de aproximadamente 33 milhões de hectares de terra em todo o mundo (Sheri *et al.*, 2023), sendo considerado uma das fibras têxteis mais importantes devido às suas propriedades: tem uma boa permeabilidade ao ar (respirabilidade) e capacidade de absorver a humidade, é biodegradável e hipoalergénico contribuindo para o seu maior conforto e suavidade (Mohamed *et al.*, 2023; Stefanovic *et al.*, 2014).

No entanto, existem obstáculos associados ao seu cultivo: é restrito a climas subtropicais e depende de grandes quantidades de água, bem como do uso de agroquímicos para garantir bons rendimentos. Além disso, o uso de pesticidas e outros tipos de produtos químicos causa um impacto negativo no meio ambiente (La Rosa & Grammatikos, 2019). Estima-se que o algodão mesmo ocupando apenas 2,4% das terras aráveis totais é responsável pelo consumo de 10% dos pesticidas, 25% dos inseticidas e até 2,5% da totalidade de água do mundo (Kozlowski & Mackiewicz-Talarczyk, 2020; Payne, 2015). Nos países em desenvolvimento, estima-se que aproximadamente 50% de todos os pesticidas sejam aplicados no cultivo de algodão. Além disso, o uso e o armazenamento de pesticidas são muitas vezes mal geridos e o cultivo tradicional de algodão requer grandes quantidades de água. A irrigação intensiva é usada em áreas onde as quantidades normais de precipitação não correspondem aos requisitos para o cultivo. A partir de dados da literatura, verificou-se que 53% dos campos de algodão em todo o mundo são irrigados, porque a irrigação geralmente permite maiores rendimentos por unidade de área (Bevilacqua *et al.*, 2014).

Considerando tudo isto e no seguimento das medidas impostas por organizações mundiais para a redução das emissões de carbono e promoção da sustentabilidade ambiental, observa-se um crescente interesse na procura por fibras naturais alternativas (European Parliament, 2024). Exemplo disso são a

juta, o linho, o cânhamo e a urtiga, fibras naturais vegetais provenientes do caule. O conteúdo de hemicelulose dessas fibras contribui para a respirabilidade e o isolamento térmico, ambos com excelentes características têxteis (Bevilacqua *et al.*, 2014).

O linho é uma das fibras vegetais mais resistentes da natureza. É um polímero lignocelulósico com uma estrutura cristalina e mais rígida. Tal como o algodão, esta fibra absorve e liberta água promovendo o conforto. Devido à sua humidade, a carga eletrostática do linho é muito baixa (Kozlowski e Mackiewicz-Talarczyk, 2020). A nível mundial, a Europa é responsável por 70% da produção mundial de linho, sendo que a Normandia Francesa produz 85% do linho europeu. O cultivo de cada hectare de linho implica a assimilação de 3,7 toneladas de CO_2. Para além disso, a maioria dos subprodutos gerados na transformação da fibra do linho são reintroduzidos na cadeia de produção e valorizados como novos produtos (Gomez-Campos *et al.*, 2021).

No que diz respeito ao cânhamo, a Europa destaca-se como o maior produtor mundial desta fibra natural (Kozlowski & Mackiewicz-Talarczyk, 2020). O cânhamo é uma planta já usada na indústria têxtil para produção de estruturas têxteis, como tecidos e malhas. A exploração desta planta é fortemente impulsionada pela sustentabilidade associada ao seu cultivo nomeadamente o reduzido uso de pesticidas e consumo de água, e uma maior produção por hectare de área cultivada. Estes fatores diminuem consideravelmente os custos e poluição associados à sua produção em comparação com outras plantas como o linho e o algodão (Duque Schumacher *et al.*,2020; Wise *et al.*, 2023). Adicionalmente, o cânhamo apresenta uma eficácia superior às restantes plantas na remoção de CO_2 da atmosfera, sendo que cada tonelada da planta remove cerca de 1,6 toneladas de carbono (Sarikaya *et al.*, 2019; Vandepitte *et al.*, 2020). Em termos estruturais, o cânhamo é muito semelhante ao linho, apresentando rigidez e baixo alongamento das fibras, o que se impõe como um desafio nos processos de fiação e tecelagem (Kozlowski & Mackiewicz-Talarczyk, 2020).

Os substratos lignocelulósicos destacam-se entre os substratos naturais devido ao seu caracter renovável, biodegrabilidade, capacidade de absorção de dióxido de carbono e ampla diversidade de fontes e aplicações (Kumar *et al.*, 2022).

2.3. Funcionalização sustentável

A funcionalização têxtil é um processo que permite adicionar propriedades aos têxteis, com o objetivo de melhorar a sua performance e desempenho, e desenvolver novas aplicações. Resistência aos vincos, ao *pilling*, à abrasão e ao desgaste, retardância à chama, repelência ao óleo e ou à água, resistência a

microrganismos, proteção UV e condutividade térmica são exemplos de acabamentos funcionais mais utilizados em substratos naturais (Roy Choudhury, 2017).

Existem vários métodos de funcionalização no sector têxtil incluindo: impregnação por *Foulard*, esgotamento, *spray* e *coating*. No processo de impregnação no *Foulard*, o substrato é imerso na solução desejada e, em seguida, passa entre rolos de pressão para forçar a penetração da substância e remover o excesso, assegurando que o tecido absorva apenas a quantidade necessária de produto (Shahid & Adivarekar, 2020). Este método é mais sustentável porque permite utilizar o mesmo volume de solução para realizar múltiplas funcionalizações, o que resulta em uma utilização mais eficiente dos recursos. Com isso, é possível reduzir significativamente o consumo de água e produtos químicos, contribuindo para uma abordagem mais ecológica e económica no tratamento têxtil.

A utilização de compostos naturais e minerais representa uma alternativa vantajosa à utilização de produtos sintéticos nos acabamentos químicos. Os compostos bioativos tipicamente utilizados na funcionalização incluem óleos essenciais e extratos naturais. Diversos estudos descritos na literatura abordam a funcionalização de fibras lignocelulósicas com compostos extraídos de plantas, flores e frutas. Glodowska (2016) destaca as propriedades antibacterianas e antifúngicas dos extratos de cânhamo; Inprasit *et al.* (2018) utilizam extratos de urtiga para conferir propriedades antimicrobianas e cor a substratos de cânhamo; Mothilal *et al.* (2022) referem propriedades antimicrobianas e de proteção UV de substratos funcionalizados com extratos de folha de bananeira; Saleh & Mahmod (2020) demonstram propriedades de resistência à chama utilizando pseudocaules de bananeira em substratos de algodão; Shahid-ul-Islam & Butola (2019) avaliam propriedades colorimétricas e antioxidantes do tingimento com casca de abacaxi em substratos de linho pré-tratados com quitosano; Singh & Sheikh (2022) aplicam microcápsulas de gelatina e quitosano com óleo de casca de canela em substratos de linho que apresentaram propriedades antioxidantes e antibacterianas e Zimniewska *et al.* (2021) descrevem a utilização de extratos de cânhamo para conferir propriedades antibacterianas a substratos de cânhamo.

2.3.1. Resistência antibacteriana

Os substratos têxteis celulósicos apresentam propriedades adversas como a suscetibilidade ao crescimento de microrganismos e consequente degradação dos mesmos, o que se impõe como um risco para a saúde associado a infeções (Joshi *et al.*, 2009). Para mitigar esses riscos e melhorar a durabilidade dos tecidos, a incorporação de acabamentos antimicrobianos tornou-se prática comum na indústria têxtil. Os acabamentos antimicrobianos não só inibem o crescimento de bactérias, fungos e outros microrganismos, mas também prolongam a vida útil dos produtos têxteis. A utilização de

tratamentos antimicrobianos em têxteis funcionais é especialmente importante em ambientes de alto risco (ex. hospitais e clínicas, laboratórios, indústria alimentar, primeiros socorros), oferecendo proteção contra agentes patogénicos. Os têxteis com propriedade antimicrobianas são cada vez mais considerados em várias áreas de estudo devido aos seus benefícios na saúde, higiene, durabilidade dos materiais e sustentabilidade (Gulati *et al.*, 2022).

A relevância dos substratos têxteis com acabamento antimicrobiano assenta em alguns aspetos importantes: controlo de microrganismos patogénicos, uma vez que estes substratos têxteis podem matar ou inibir o crescimento de bactérias, fungos e vírus, reduzindo a proliferação de infeções e consequente decomposição da matéria orgânica impedindo a libertação de odores; aumento da durabilidade dos têxteis, isto porque a diminuição do número de microrganismos impede a degradação das fibras, aumentando a vida útil dos têxteis; sustentabilidade, visto que a existência de têxteis antimicrobianos reduz a necessidade de lavagens frequentes, contribuindo para um menor dispêndio de recursos e por último, o conforto, uma vez que que estes substratos têxteis podem reduzir as irritações da pele causadas pela presença de microrganismos (Nguyen *et al.*, 2023). A pele é um componente fundamental da imunidade inata e atua como uma primeira linha de defesa contra infeções, através da ativação de respostas imunitárias humorais e mediadas por células. Apesar destas múltiplas respostas de defesa, a pele é altamente suscetível a várias infeções causadas por algumas bactérias, especialmente na presença de feridas que expõem o tecido subjacente. As bactérias comumente envolvidas em infeções de pele são a *Pseudomonas aeruginosa*, a *Escherichia coli*, o *Acinetobacter* spp. e o *Staphylococcus* spp. (Chiller *et al.*, 2001; Serra *et al.*, 2015). Entre todas as espécies de bactérias, a *Staphylococcus aureus* e a *Pseudomonas aeruginosa* representam um problema clínico relevante, pois frequentemente adquirem resistência aos antibióticos (Serra *et al.*, 2015).

As propriedades antimicrobianas podem ser introduzidas por diversos produtos químicos como metais e sais de metais (ex. triclosan), compostos quaternários de amónio (ex. poli-hexanida/polihexametileno de biguanida, n-halaminas), compostos derivados de plantas e animais, corantes e mordentes (Ristic Tosama doo *et al.*, 2011; Simoncic & Tomsic, 2010). Contudo, alguns destes produtos químicos geram efeitos adversos ao meio ambiente e à saúde. Deste modo, a utilização de produtos naturais torna-se uma escolha crucial (Sharma *et al.*, 2022). Vários estudos têm sido feitos nesse âmbito (El-Naggar *et al.*, 2018; Iyigundogdu *et al.*, 2017; Pandimurugan & Thambidurai, 2017; Román *et al.*, 2020; Sadalage *et al.*, 2020).

Os produtos à base de plantas representam o principal grupo de agentes antimicrobianos de origem natural e são constituídos por substâncias como fenóis (fenóis simples, ácidos fenólicos, quininos,

flavonóides, flavonas, taninos e cumarinas), terpenoides, alcalóides, óleos essenciais, lecitinas, polipéptidos e poliacetilenos (Zhao *et al.*, 2015). A quantidade de compostos bioativos presentes depende de fatores como: época da colheita, parte da planta e do método de extração (Tarasevičienė *et al.*, 2023). Subprodutos da indústria agroalimentar como por exemplo sementes, cascas e bagaço das uvas; folhas e bagaço da romã; folhas, ramos e sementes da azeitona e cascas, sementes, folhas e bagaço do tomate são também fonte de compostos bioativos (Sorrenti *et al.*, 2023). Estes compostos podem ser extraídos por processos químicos e biotecnológicos, e posteriormente aplicados em processos de funcionalização, contribuindo assim para a sua valorização e consequentemente para o desenvolvimento sustentável e economia circular (Fernández *et al.*, 2018).

A extração dos compostos bioativos é frequentemente realizada recorrendo à extração com solventes orgânicos, sendo este o método mais utilizado para o isolamento dos compostos fenólicos e antioxidantes (Tarasevičienė *et al.*, 2023). Utilizar solventes apropriados, com baixa toxicidade, efeitos ambientais reduzidos e capacidade de extração elevada é fundamental. No caso da extração de compostos bioativos de plantas ou outros subprodutos de caracter vegetal, o solvente interfere nos elementos constituintes das células vegetais através de uma alteração química ou biofísica o que permite a libertação dos compostos de interesse (Nguyen *et al.*, 2023). Diferentes solventes são utilizados para extrair compostos bioativos específicos, dependendo da sua afinidade química com os compostos desejados. Compostos como antocianinas, taninos, saponinas e terpenos podem ser extraídos de forma eficiente utilizando água como solvente. Já para compostos como taninos, polifenóis, flavonoides, terpenos e alcaloides, o etanol é o solvente mais adequado. No caso de antocianinas, taninos, saponinas, terpenos, flavonoides e polifenóis, o metanol é frequentemente utilizado como solvente de extração, enquanto a acetona é usada para extrair flavonoides, taninos, diterpenos fenólicos e carotenoides (Azmir *et al.*, 2013). A escolha do solvente, depende dos compostos que se deseja extrair. A água e o etanol são alguns dos solventes utilizados mais ecológicos comparativamente com o metanol, éter e acetona.

Para além da escolha do solvente, a temperatura, o tempo de extração, o pH do meio e a granulometria do resíduo/subproduto utilizado também interferem fortemente na eficácia e rendimento de extração (Q. W. Zhang *et al.*, 2018).

2.3.1.1. Compostos fenólicos e atividade antioxidante

Os compostos fenólicos são metabólitos secundários das plantas encontrados em frutas, vegetais, cereais e bebidas como vinho, café, cacau e chá (Hu *et al.*, 2022). Relativamente às suas características químicas, os compostos fenólicos são formados por um ou mais anéis aromáticos ligados a um ou mais

grupos OH. Esses compostos são divididos em diferentes grupos: ácidos fenólicos, flavonóides, taninos, estilbenos e lignanas (Albuquerque *et al.*, 2021).

A principal característica dos compostos fenólicos é a sua capacidade antioxidante, que permite retardar, inibir ou até mesmo prevenir a oxidação. Este efeito ocorre através da eliminação de radicais livres e da redução do stress oxidativo. A intensidade desta propriedade está diretamente relacionada com o estado de hidroxilação dos anéis aromáticos presentes nas moléculas, o que influencia a sua eficácia na neutralização dos radicais livres (Rupasinghe *et al.*, 2014). A redução das espécies radicais pode restringir o crescimento de microrganismos indesejáveis, contribuindo assim para a proteção antimicrobiana (Gyawali & Ibrahim, 2014).

Uma abordagem de elevada relevância consiste na obtenção de compostos fenólicos a partir de resíduos e subprodutos da cadeia agroalimentar. Esta estratégia é particularmente vantajosa, uma vez que é uma fonte natural económica desses compostos, contribuindo para a redução de resíduos e consequentemente para a economia circular (Albuquerque *et al.*, 2021). Ao valorizar estes subprodutos, não só se diminui o impacto ambiental, como também se cria uma oportunidade de gerar valor económico a partir de resíduos, estimulando a inovação no setor agroalimentar.

2.3.1.2. Subprodutos de interesse

Diversos subprodutos têm vindo a ser identificados como fontes promissoras de compostos fenólicos de interesse, como é o caso das folhas de urtiga, da bananeira e dos caules de cânhamo, que se destacam pela sua abundância e potencial fonte de compostos funcionais.

Folha de urtiga

A urtiga (Figura 2), ou *urtica dioica*, tem sido alvo de intensos estudos devido às suas propriedades terapêuticas e nutricionais, que a tornam uma planta de interesse crescente para aplicações nas indústrias alimentar e farmacêutica (Kregiel *et al.*, 2018). As folhas de urtiga são ricas em terpenóides, carotenóides e ácidos gordos, bem como em alguns aminoácidos essenciais, clorofila, vitaminas, taninos, polissacarídeos, minerais, entre outros (Garofulić *et al.*, 2021; Ketema & Worku, 2020; Kregiel *et al.*, 2018). Ghaima *et al.* (2013) avaliaram e validaram a presença de atividades antioxidante e antibacteriana do extrato de acetato de etilo de urtiga, e também estudaram o conteúdo fenólico total respetivo. Também Tarasevičienė *et al.* (2023) analisaram o conteúdo fenólico total de extratos de folhas de urtiga com diferentes solventes e métodos de extração e concluíram que o método de maceração a frio seguido de

extração com solventes binários é mais eficaz na obtenção de maior quantidade de compostos fenólicos. Noutro estudo, Salih *et al.* (2014) testaram a atividade antibacteriana de extratos aquosos e etanólicos da folha de urtiga, comprovando a sua eficácia na redução/contra *Staphylococcus aureus, Escherichia coli, Klebsiella* spp*., Bacillus Subtillus, Proteus* spp*. Salmonella* spp. e *Pseudomonas* spp. Num estudo de 2020, Ketema & Worku avaliaram o potencial antibacteriano contra as bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* em tecidos de algodão funcionalizados com extratos de folhas de urtiga com recurso ao ácido cítrico como percursor, provando o seu potencial de inibição contra essas bactérias.



Figura 2. Planta da urtiga e respetivas folhas (Fonte: (De Vico *et al.*, 2018; Fruit Hill Farm, 2024)).

Caule de cânhamo

A planta de cânhamo (Figura 3), amplamente conhecida pela sua sustentabilidade e interesse na produção de fibras têxteis, possui um caule resistente e fibroso, composto pelas camadas externa (epiderme) e interna (constituída por fibras e núcleo lenhoso). As *shives* de cânhamo (também denominado de *hurds)* são resíduos de madeira removidos durante a produção de fibras de cânhamo, mais concretamente, na porção interna lenhosa do caule do cânhamo, quebrado em pedaços e separado da fibra nos processos de quebra e corte. As *shives* contêm 48% de celulose m/m, 21–25% m/m hemicelulose e 17–19% m/m lignina, enquanto a fibra de cânhamo contém 73–77% m/m celulose, 7–9% m/m hemicelulose e 4–6% m/m lignina (Thomsen *et al.*, 2005). *Shives* são matérias-primas renováveis e totalmente biodegradáveis com inúmeras aplicações numa ampla gama de indústrias como construção, papel, apicultura, energia, entre outros (Kołodziej & Kicińska-Jakubowska, 2025). Também apresentam propriedades antioxidantes e antibacterianas devido à presença de compostos fenólicos como ácido ferúlico, p-hidroxibenzaldeído, vanilina, ácido siríngico, ácido vanílico, entre outros (Czemplik *et al.*, 2017; Kim & Mazza, 2006)

A espécie *Cannabis sativa* L. tem revelado uma ampla gama de propriedades benéficas, incluindo propriedades antimicrobianas, anti-inflamatórias e antioxidantes, atribuídas aos diversos compostos presentes na sua composição, como canabinoides, alcalóides, saponinas, estilbenos, lignanas e flavonoides (An *et al.*, 2013; Isidore *et al.*, 2021). Os canabinoides são considerados os principais responsáveis por essas propriedades (Mkpenie *et al.*, 2012; Tyagi *et al.*, 2022). O canabidiol (CBD) é um dos canabinoides mais estudados no cânhamo e tem mostrado atividade antimicrobiana na literatura (Isidore *et al.*, 2021) bem como atividade antifúngica contra alguns tipos de fungos (Fathordoobady *et al.*, 2019; Fiorini *et al.*, 2020). Aloo *et al.* (2023) analisaram as propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias de extratos etanólicos de caules de cânhamo. Para além disso, An *et al.* (2013) avaliaram e comprovaram propriedades antimicrobianas de extratos de caules de cânhamo com diferentes solventes contra *Staphylococcus aureus, Escherichia coli* e *Candida albicans*.



Figura 3. Planta de cânhamo e respetivos caules e resíduo (*shives*) (Fonte:(Andre *et al.*, 2016; Indiamart, 2024; Himalayan Hemp, 2024)).

Folha de bananeira

Musa acuminata, comumente conhecida como bananeira, é amplamente consumida pelo mundo inteiro. Porém, após a colheita da fruta o pseudocaule e as folhas são descartados (Figura 4). O pseudocaule é utilizado para a produção de fibras sendo as folhas um subproduto de potencial valorização (Balakrishnan *et al.*, 2019). As folhas de bananeira são ricas em compostos fenólicos como polifenóis, alcalóides e flavonoides (Thi *et al.*, 2024) que exibem propriedades antioxidantes, anticancerígenas e anti-inflamatórias (Meenashree *et al.*, 2014). Os diferentes compostos presentes nas folhas da planta têm sido alvo de estudo (Balakrishnan *et al.*, 2019; Gomes *et al.*, 2024; Sango *et al.*, 2018). Em Studi *et al.* (2019) efetuou-se a comparação de três diferentes extratos de folha de bananeira utilizando três

solventes de diferentes polaridades no que diz respeito à atividade antioxidante e o conteúdo fenólico total. Concluiu-se que os solventes polares obtêm rendimentos de extração superiores aos semipolares e não polares, uma vez que os compostos presentes nas folhas de bananeira são maioritariamente polares, como já mencionado em (Karuppiah & Mustaffa, 2013). Adicionalmente, Meenashree *et al.* (2014) avaliaram o conteúdo fenólico total bem como a atividade antioxidante e antimicrobiana de extratos de folha de bananeira com diferentes solventes (etanol, acetona e benzina). Concluiu-se que estes extratos apenas apresentaram atividade antifúngica contra as espécies *Aspergillus terreus* e *Penicillium solitum,* não se verificando atividade antibacteriana contra as espécies *E. coli* e *Bacillus subtilis*. Para além disso, Mothilal *et al.* (2022) aplicaram extratos metanólicos de diferentes concentrações de folha de bananeira em substratos de algodão e avaliaram as suas propriedades antimicrobianas contra as espécies *S. aureus* e *E. coli*, comprovando-se apenas para a primeira mencionada. E ainda, Karuppiah & Mustaffa (2013) avaliaram a atividade antioxidante e atividade antibacteriana contra bactérias patogénicas como *E. coli*, *P. aeruginosa* entre outras, comprovando-se a eficiência da mesma.



Figura 4. Planta da banana (bananeira) e respetivas folhas (Fonte: (HappySprout, 2024; HerZindagi, 2024)).

Bagaço de azeitona

O bagaço de azeitona (Figura 5) é o principal resíduo da produção de azeite. É rico em compostos fenólicos como hidroxitirosol, oleuropeína, oleosida, luteolina, tirosol, ácido cafeico, entre outros compostos, conhecidos pelas suas propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias (Munekata *et al.*, 2020; Speroni *et al.*, 2021). Existem evidências de que os compostos fenólicos extraídos da árvore *Olea europaea* L. e subprodutos obtidos do processamento de azeitonas podem ser usados como

antioxidantes naturais e aditivos antimicrobianos para melhorar a conservação e as propriedades nutricionais dos produtos alimentícios, bem como algumas possíveis aplicações biomédicas (Quero *et al.*, 2022). Assim sendo, o bagaço de azeitona é um potencial aditivo para a utilização em acabamentos antimicrobianos, reduzindo o desperdício e contribuindo para a economia circular. Existem já vários estudos que exploram os compostos bioativos do bagaço de azeitona. Quero *et al.* (2022) avaliaram o conteúdo fenólico e a atividade antioxidante de extratos de bagaço de azeitona obtidos por métodos de aquecimento óhmico e convencional, utilizando água e etanol como solventes. Goldsmith *et al.* (2018) otimizaram as condições de extração assistida por ultrassons de modo a obter a máxima recuperação de compostos fenólicos do bagaço de azeitona utilizando água como solvente de extração. De Bruno *et al.* (2018) avaliaram a recuperação fenólica de extratos de bagaço de azeitona de duas culturas variando diferentes parâmetros como tempo de extração, tipo de solvente e razão massa resíduo/volume solvente. Concluiu-se que a mistura binária de etanol e água foi mais eficiente na extração de compostos fenólicos em ambas culturas em todo o tempo de extração. Nunes *et al.* (2021) avaliaram a composição química, e as atividades antioxidante e antimicrobiana contra as espécies *S. aureus*, *E. coli* e *C. albicans* de compostos de bagaço de azeitona, não se verificando atividade antifúngica. Já em Drais *et al.* (2021) verificaram que compostos fenólicos derivados de extratos de bagaço de azeitona têm atividade antifúngica contra a espécie *V. dahliae.*



Figura 5. Planta da azeitona (oliveira) e respetivo resíduo (bagaço) (Fonte: (Agriterra, 2022; Wood Pellet Mill, 2024)).

2.3.2. Retardância à chama

A facilidade de degradação térmica, queima e ignição dos substratos celulósicos restringem muitas das suas aplicações específicas. Assim, a aplicação de acabamentos ignífugos torna-se crucial na melhoria da resistência desses materiais contribuindo para a proteção da vida humana (Yang *et al.*, 2012).

Os têxteis com retardância à chama desempenham um papel vital na proteção contra incêndios, tanto em ambientes industriais como domésticos. Concebidos para resistir à ignição e limitar a propagação de chamas, estes materiais são essenciais em indústrias onde os trabalhadores estão expostos a riscos de fogo, como na construção civil, petroquímica, entre outros. Além disso, são amplamente utilizados em uniformes, mobiliário e decoração de interiores, contribuindo para a segurança ao oferecer mais tempo para a evacuação e intervenção em caso de emergência. A importância e pertinência destes têxteis diz respeito também à minimização dos danos materiais e preservação de vidas, sendo por isso de extrema importância na promoção de ambientes mais seguros e prevenção de desastres (Qi *et al.*, 2023).

Produtos e formulações compostas por halogénio, polifosfato de amónio, hidróxido de magnésio, trihidróxido de alumínio, fosfonatos orgânicos e fósforo vermelho são alguns dos retardantes à chama tradicionalmente aplicados. No entanto, uma vez que a sua utilização está associada à emissão de vapores tóxicos e corrosivos, torna-se fundamental a adoção e desenvolvimento de retardantes à chama com impacto ambiental reduzido (Luo *et al.*, 2020).

Os retardantes de chama de base biológica, livres de fósforo ou halogéneo, representam uma alternativa ambientalmente mais favorável (Qi *et al.*, 2023) Estes compostos, juntamente com hidróxidos metálicos e retardantes de chama que contêm fósforo, azoto, silício e boro, têm vindo a ser investigados como soluções eficazes e menos prejudiciais para o meio ambiente. Além disso, os retardantes de chama intumescentes e os de nano escala também se destacam pela sua capacidade de melhorar a resistência ao fogo, oferecendo uma abordagem inovadora e sustentável para o desenvolvimento de materiais mais seguros e ecologicamente responsáveis (Wen *et al.*, 2023).

O fosfato tricálcico (TCP) pode ser obtido de um dos subprodutos do abate do gado – o osso (Figura 6). Estes são calcinados em fornos contínuos, a temperaturas acima de 1000 °C de modo a eliminar por completo toda a matéria orgânica (proteína e gordura) e agentes de contaminação, sendo posteriormente utilizado em forma de pó (European Comission, 2003; Guia Vegano, 2024). O fosfato tricálcico, $Ca_3(PO_4)_2$, é amplamente destacado entre os fosfatos de cálcio com diversas aplicações desde a indústria alimentícia e farmacêutica até à agricultura (Moreno *et al.*, 2020). O TCP é bastante utilizado como suplemento nutricional, agente anti aglomerante, regulador de pH e agente turvante e quelante na indústria de alimentos; como excipiente em comprimidos e em suplementos de cálcio na área

farmacêutica; também na formulação de rações animais pois estimula o crescimento, melhora a nutrição e promove a saúde óssea dos mesmos; utilizado como fertilizante na agricultura devido à libertação de iões de cálcio e fósforo e ainda como aditivo retardador de chama em aplicações industriais (Camachem, 2024). Apresenta baixa solubilidade e existe em três estados polimorfos diferentes, α, α' e β sendo estável a temperaturas mais elevadas nos dois primeiros mencionados, mais concretamente entre ≈1125 e ≈1400 °C, acima de ≈1430 °C e abaixo de ≈1125 °C, respetivamente (Bellucci *et al.*, 2016).



Figura 6. Osso animal e pó fosfato tricálcico (Adobe Stock, 2024; Made-in-China, 2024).

A utilização de minerais como agentes retardantes à chama tem gerado maior interesse dada a sua eficácia e benefícios ambientais. O trihidróxido de alumínio (ATH), o hidróxido de magnésio e os carbonatos são minerais cada vez mais explorados em diversos compósitos poliméricos para aumentar a resistência à chama (Hull *et al.*, 2011). Adicionalmente, os minerais compostos por elementos metálicos como alumínio, ferro, magnésio titânio e cálcio e átomos não metálicos incluindo silício, fósforo, oxigénio e carbono são uma alternativa promissora como retardantes de chama naturais (Lei *et al.*, 2024).

A *halloysite* (Figura 7), ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), pertence à classe dos aluminossilicatos e está presente em várias regiões tropicais e subtropicais, em solos e rochas em desgaste. A sua estrutura e composição química são semelhantes à caulinita, diferindo nas camadas unitárias, que no caso da *halloysite* são separadas por uma monocamada de moléculas de água. É mais comumente utilizada como um mineral totalmente hidratado (Hedicke-Höchstötter *et al.*, 2009).

É reconhecida pela sua resistência mecânica e estabilidade térmica que melhoram as propriedades dos compósitos quando usadas como agente de reforço (Kivilcim, 2023). A biocompatibilidade e natureza não tóxica permite expandir a sua aplicabilidade em campos biomédicos (Fizir *et al.*, 2018). Assim, as propriedades estruturais e químicas da *halloysite* tornam a um material versátil com potencial significativo em várias indústrias.

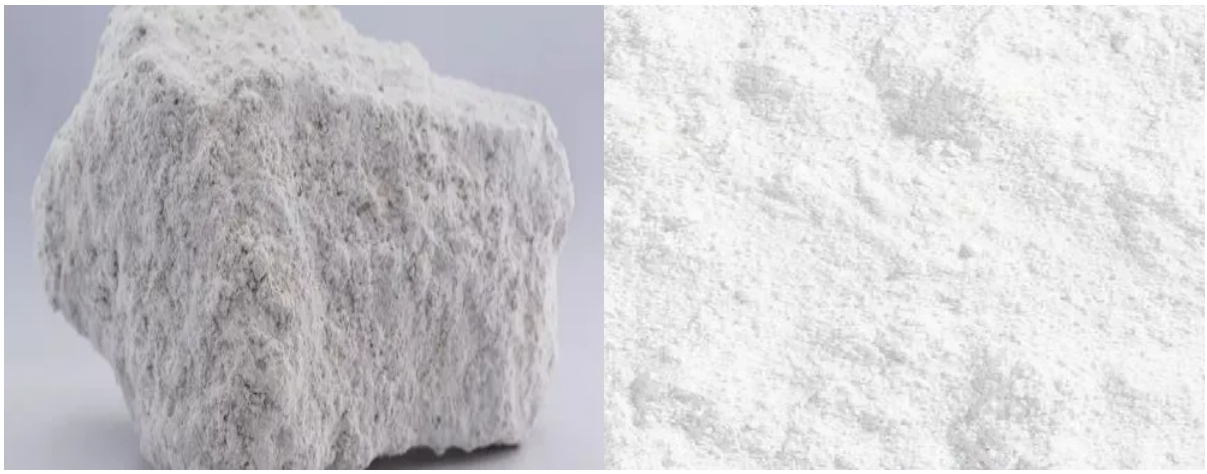


Figura 7. Mineral *halloysite* e respetivo pó (Indiamart, 2024; Nanorh, 2024).

2.3.2.1. Zeólitos naturais

Os zeólitos naturais são minerais aluminossilicatos que apresentam uma ampla gama de aplicações como agricultura, adsorção de gases, química verde, tratamento de águas, ração animal, entre outras (Grancaric *et al.*, 2012; Narayanan *et al.*, 2020). Possuem propriedades como elevada porosidade com uma elevada área de superfície especifica (Pan *et al.*, 2025). Para além disso, estes minerais integram na sua estrutura catiões permutáveis como Na^{+}, K^{+}, Ca^{2+}, Mg^{2+} bem como moléculas de água. Contém carga negativa como consequência do processo de substituição isomórfica, fornecendo assim uma alta capacidade de troca de catiões (Arancibia-Miranda *et al.*, 2016). Essa facilidade de movimento de iões e água no interior da estrutura permite a desidratação reversível e a troca de catiões, propriedades que variam consideravelmente com as diferenças químicas e estruturais da mesma. A forma como as moléculas de água são ligadas na estrutura cristalina do zeólito e a sua quantidade influencia o seu carácter de desidratação bem como a sua estabilidade química (Benning *et al.*, 2000). Essa estabilidade está diretamente relacionada com a proporção silício/alumínio que também afeta a sua volubilidade em relação à troca iónica (Mastinu *et al.*, 2019). Os zeólitos naturais encontram-se em rochas vulcânicas e nas suas cavidades como resultado da deposição de fluidos ou vapores. Nas rochas sedimentares, os zeólitos ocorrem devido à alteração de vidro vulcânico resultante do arrefecimento e solidificação do magma; também podem ser encontrados em rochas sedimentares de origem marinha (Machiels *et al.*, 2014; Wise, 2013).

Do ponto de vista químico, os zeólitos pertencem à classe dos aluminossilicatos inorgânicos possuindo uma estrutura tridimensional, em que os átomos se dispõem de forma tetraédrica. A sua forma geral corresponde a TO_4, em que T corresponde a uma molécula de um metal. A composição química

tradicional de um zeólito (representada na Figura 8) é semelhante a uma estrutura típica de um aluminossilicato em que o alumínio (Al), silício (Si) e oxigénio (O) são os componentes principais (Vasconcelos *et al.*, 2023).

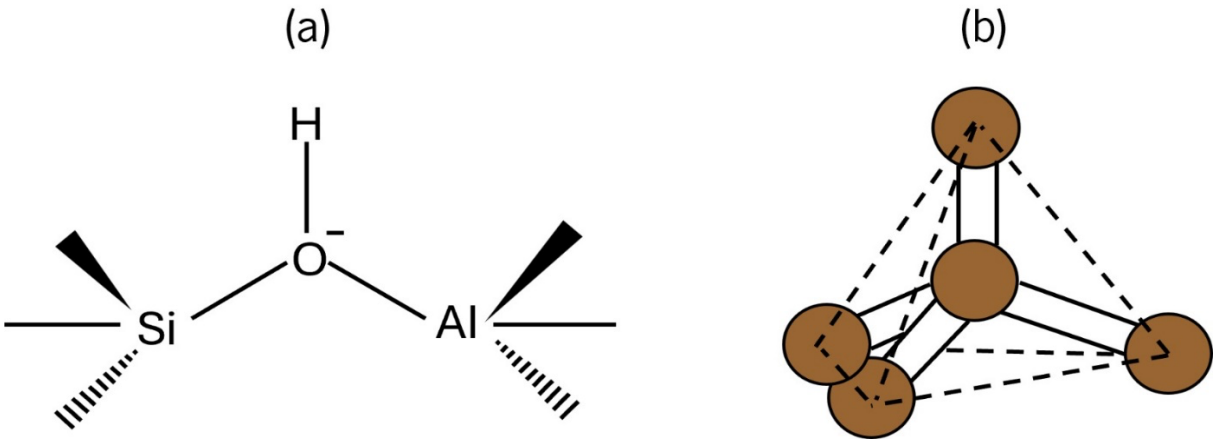


Figura 8. (a) Estrutura química e (b) estrutura 3D do zeólito (adaptado de (Markovska Burgas *et al.*, 2009)).

A mordenite (Figura 9) pertence a uma classe importante de zeólitos naturais. É um mineral aluminossilicato, constituído por alumínio, silício e oxigénio, cuja fórmula química é $\mathrm{Al_2Si_{10}O_{24}\cdot 7H_2O}$. A sua alta proporção de silício para átomos de alumínio torna a mais resistente a meios ácidos em comparação com a maioria dos outros zeólitos (Benning *et al.*, 2000; Mastinu *et al.*, 2019). A mordenite é um dos zeólitos que pode ser encontrado nos sedimentos vulcânicos, cuja composição varia consoante a localização da erupção vulcânica. Este zeólito é frequentemente identificado em áreas geotermais ativas como por exemplo, no Japão, Nova Zelândia, Islândia ou no Parque Yellowstone nos EUA, estando a sua existência relacionada com a atividade vulcânica e locais geotérmicos (Wise, 2013). Apresenta inúmeras propriedades como elevada porosidade, alta área superficial, estabilidade e resistência térmica (Benning *et al.*, 2000; Pan *et al.*, 2025). Assim, este zeólito natural tem ganho notoriedade em diversas indústrias, como o setor têxtil (Narayanan *et al.*, 2020; Přech *et al.*, 2018). A mordenite pode ser integrada em sistemas de filtração para reduzir a concentração de corantes (adsorção de corantes), tratamento de águas residuais e processamento têxtil contribuindo para a diminuição do impacto ambiental desta indústria (Avilés-Monreal *et al.*, 2023; Narayanan *et al.*, 2020).

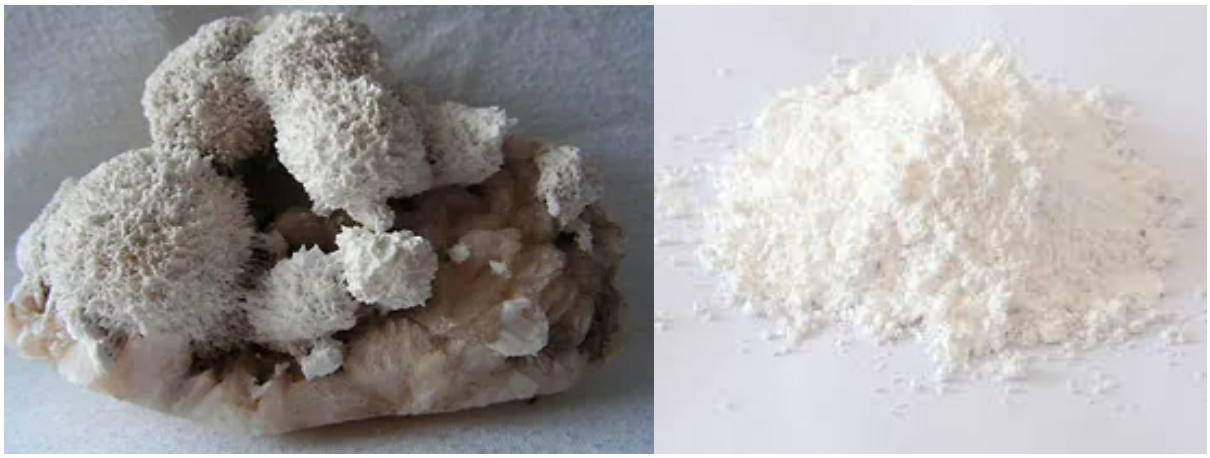


Figura 9. Zeólito mordenite e respetivo pó (Britannica, 2024; Zr Catalyst, 2024).

Vários estudos têm explorado o uso de materiais naturais na melhoria das propriedades de retardância à chama. Grancaric *et al.* (2012) comprovaram que a adição de um zeólito natural a compostos orgânicos de fósforo promove um efeito positivo na retardância à chama. De forma semelhante, Demir *et al.* (2005) comprovaram a ação dos zeólitos naturais nos aditivos retardadores de chama com o objetivo de aumentar a resistência à chama do polipropileno. Mais recentemente, Melro *et al.* (2022) incorporam a mordenite em nanocelulose bacteriana, alcançando melhorias nas propriedades de retardância à chama desse material.

3. Materiais e Métodos

3.1. Materiais

3.1.1. Subprodutos industriais para acabamento antibacteriano

Neste trabalho experimental foram utilizados diversos subprodutos industriais têxteis como folhas de urtiga e *shives* (resultantes da extração de fibras dos caules de cânhamo), assim como subprodutos de outras indústrias, como folhas de bananeira e o bagaço de azeitona, como fonte de exploração de compostos bioativos para acabamento antibacteriano. Na Tabela 1 encontram-se indicados os subprodutos explorados, a sua origem e representação macroscópica.

Tabela 1. Subprodutos e respetiva origem

Subprodutos	Origem	Representação macroscópica
Folhas de Urtiga	Plantação nacional, Distrito de Vila Real	
Caules de Cânhamo (*shives*)	Plantação nacional, Distrito de Santarém. Variedade: Futura 75	
Folhas de Bananeira	Plantação nacional, Ilha dos Açores	
Bagaço de Azeitona	Cooperativa de olivicultores de Valpaços	

3.1.2. Produtos para acabamento de retardância à chama

No caso do acabamento retardante à chama, foram utilizados três diferentes produtos: um zeólito natural, mordenite, uma nanoargila *halloysite* e um subproduto da indústria animal, fosfato tricálcico (TCP). Na Tabela 2 encontram-se indicados os subprodutos explorados, a sua origem e representação macroscópica.

Tabela 2. Subprodutos e respetiva origem

Subprodutos	Origem	Representação macroscópica
Mordenite	Sigma Aldrich, Alemanha	
Halloysite	Aldrich Chemistry	
TCP	Grupo ETSA – Empresa Transformadora de Subprodutos Animais em Portugal	

3.1.3. Produtos Químicos

Para a realização de toda a parte experimental foram também utilizados diversos produtos químicos/reagentes. O etanol absoluto (EtOH) 99,8%, o 2,2-difenil-1-picrylhydrazil (DPPH) 95%, o ácido acético glacial e o 3,4,5-trihydroxybenzoic acid monohydrate foram adquiridos através da Thermo Scientific, Kandel, Alemanha. O 6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic Acid (Trolox) foi comprado através da TOKYO CHEMICAL INDUSTRY (TCI), e o Folin-Ciocalteu (FC) na PanReac AppliChem. O Carbonato de sódio, foi comprado na Sigma Aldrich, Alemanha e o Optifix E50 liquid,

comprado na ClaryChem. O polímero natural quitosano 1600 foi adquirido através da Primex Iceland, e o detergente ECE não fosfatado, foi comprado na Enterprises limited. O agente de limpeza Diadavin UM foi adquirido através da ADI Center Portugal, Unipessoal, Lda.

Para os ensaios antibacterianos foram utilizadas duas bactérias: *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*) (American Type Culture Collection (ATCC 27853) e *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) (ATCC 6538), adquiridas da Liofilchem, Téramo, Itália. Também foram utilizados *Trypticase soy broth* (TSB) e Agar, adquiridos da Biokar Diagnostics, Allone, França.

3.1.4. Substratos Têxteis

Os diferentes acabamentos foram aplicados em tecidos 100% algodão, 100% linho e 100% cânhamo. Salienta-se que o tecido 100% algodão fornecido pela Tintex foi utilizado para o acabamento de retardância à chama e o tecido 100% algodão fornecido pela Lameirinho foi utilizado para o acabamento antibacteriano. Os substratos têxteis utilizados, o seu debuxo, contextura, massa por unidade de área e origem encontram-se representados na Tabela 3.

Tabela 3. Substratos têxteis e respetiva origem

Composição dos substratos	Debuxo	Contextura (fiosxpassagens/cm)	Massa por unidade de área (g/ m^2)	Fornecedor	Substratos
100% Algodão	Cetim de 5	28x26	224	Tintex	
100% Algodão	Tafetá	36x28	137	Lameirinho	
100% Linho	Tafetá	24x22	182	Têxteis Penedo	
100% Cânhamo	Tafetá	26x17	157	João & Feliciano	

3.2. Métodos

3.2.1. Adequação dos subprodutos

Após a recolha/receção dos subprodutos estes foram submetidos a secagem no secador *Roqtunnel T3080E*, no caso dos resíduos frescos como folha de bananeira, urtiga e bagaço. Os caules de cânhamo já apresentavam uma percentagem de humidade inferior a 10% que é necessária para poder enfardar e transportar. Estes foram secos a 60 °C, durante aproximadamente 48 h, até atingirem uma percentagem de humidade inferior a 10%/15%. Estudos anteriores como Kaur *et al*. (2024) e Ferreira-Santos *et al*. (2024) utilizaram valores de humidade de 10%–12% para extração de compostos fenólicos de casca de tangerina e inferiores a 10% na obtenção de compostos fenólicos de bagaço de uva, respetivamente. A determinação da percentagem de humidade dos resíduos foi realizada usando uma balança analisadora de humidade, *MBT 64M, VWR*. Após a secagem, os subprodutos foram adequados granulometricamente. A adequação granulométrica foi realizada no moinho de lâminas *SM 300 RETSCH* representado na Figura 10.



Figura 10. Moinho de lâminas *SM 300 RETSCH.*

3.2.2. Extração dos compostos bioativos

Para todos os subprodutos foram realizadas extrações hidroetanólicas com 10, 20 e 30% (v/v) EtOH em H_2O. Para as extrações foram utlizadas diferentes quantidades de biomassa nomeadamente 1, 3 e 5% (m/v). As condições utilizadas para as extrações, incluindo temperatura (°C), tempo (min), gradiente de temperatura (°C/min) e velocidade de rotação (rpm) encontram-se apresentadas na Tabela 4. Após o tempo de extração, os extratos obtidos foram filtrados em vácuo com recurso a papeis de filtro. Estes ensaios foram realizados no equipamento *Mathis Labomat*.

Tabela 4. Condições de extração para todos os subprodutos

Biomassa (%(m/v))	H_2O (%(v/v))	EtOH (%(v/v))	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Gradiente de temperatura (°C /min)	Velocidade de rotação (rpm)
1 3 5	90	10	50	30	2	25
1 3 5	80	20	50	30	2	25
1 3 5	50	50	50	30	2	25

3.3.2.1. Rendimento de extração

O rendimento de extração foi calculado através da equação 1 apenas para as extrações hidroetanólicas a realizar na condição ótima.

$$\text{Rendimento de extração } (\%) = \frac{\text{volume}_{\text{inicial}} - \text{volume}_{\text{final}}}{\text{volume}_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (1)$$

3.3.2.2. Otimização dos processos de extração: Design of Experiments (DoE)

A otimização do processo de extração foi posteriormente realizada utilizando ferramentas de DoE (*Software StatEase*, *Design-Expert* versão 12), com o objetivo de identificar as melhores condições do processo, tanto em termos de capacidade de extração, como também com foco na sustentabilidade. Para o planeamento dos ensaios foram escolhidos 4 fatores, nomeadamente 2 fatores numéricos: a percentagem de etanol usada na extração (que variou entre 0% e 20%) e a temperatura (variando entre

40 e 60 °C), e 2 fatores categóricos: o agente usado no processo de cationização (Optifix ou quitosano) e o pré-tratamento (com ou sem plasma). A concentração de biomassa foi definida como constante (3% (m/v)) e o ensaio foi realizado com repetições no ponto central (10%, 50 °C), para as diferentes variáveis categóricas. A matriz experimental foi desenhada e testada, segundo um modelo linear quadrático com 28 ensaios no total. O modelo combinado geral, com a inclusão das variáveis do processo, está representado sob a forma de matriz e apresentado na Tabela 6. A representação esquemática da análise DoE encontra-se apresentada na Figura 11, para melhor compreensão do processo.

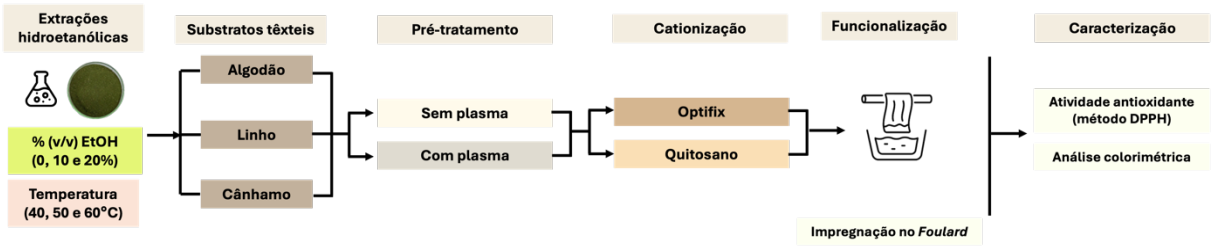


Figura 11. Esquema representativo da análise DoE.

Tabela 5. Fatores DoE estudados no planeamento 2^4 realizado

	Factor	Name	Units	Type	Minimum	Maximum	Coded Low	Coded High	Mean	Std. Dev.
	A	% etanol	%	Numeric	0,0000	20,00	-1 ↔ 0,00	+1 ↔ 20,00	10,00	7,70
	B	Temp	°C	Numeric	40,00	60,00	-1 ↔ 40,00	+1 ↔ 60,00	50,00	7,70
	C	cationizaçao		Categoric	optifix	quitosano			**Levels:**	2,00
	D	pre-tratamento		Categoric	sem plasma	com plasma			**Levels:**	2,00

Tabela 6. Matriz experimental dos ensaios, segundo o fatorial completo 2^4 realizado

Std	Extração %EtOH	Temperatura ºC	Cationização	Pré tratamento
1	0	40	optifix	s/ plasma
2	20	40	optifix	s/ plasma
3	0	60	optifix	s/ plasma
4	20	60	optifix	s/ plasma
5	0	40	quitosano	s/ plasma
6	20	40	quitosano	s/ plasma
7	0	60	quitosano	s/ plasma
8	20	60	quitosano	s/ plasma
9	0	40	optifix	c/ plasma
10	20	40	optifix	c/ plasma
11	0	60	optifix	c/ plasma
12	20	60	optifix	c/ plasma
13	0	40	quitosano	c/ plasma
14	20	40	quitosano	c/ plasma
15	0	60	quitosano	c/ plasma
16	20	60	quitosano	c/ plasma
17	10	50	optifix	s/ plasma
18	10	50	quitosano	s/ plasma
19	10	50	optifix	c/ plasma
20	10	50	quitosano	c/ plasma
21	10	50	optifix	s/ plasma
22	10	50	quitosano	s/ plasma
23	10	50	optifix	c/ plasma
24	10	50	quitosano	c/ plasma
25	10	50	optifix	s/ plasma
26	10	50	quitosano	s/ plasma
27	10	50	optifix	c/ plasma
28	10	50	quitosano	c/ plasma

3.2.3. Funcionalização de substratos têxteis

Antes da funcionalização, os substratos foram lavados, de modo a remover as impurezas, e de seguida pré-tratados utilizando diferentes estratégias, incluindo tratamento com plasma e cationização, com o objetivo de preparar a superfície dos têxteis para a funcionalização subsequente, promovendo um aumento da solidez à lavagem e à exposição à luz. A cationização foi realizada utilizando um produto comercial (Optifix) e um polímero natural (Quitosano). Após pré-tratamento, os substratos foram funcionalizados com as extrações hidroetanólicas dos subprodutos mencionados com o objetivo de promover propriedades antibacteriana. Para providenciar propriedades de retardância à chama com os produtos indicados acima: mordenite, *halloysite* e TCP. A funcionalização foi realizada por impregnação no *Foulard* e calculou-se o *pick up* para cada substrato através da equação 2:

$$Pick\ up\ (\%) = \frac{\text{Peso molhado} - \text{Peso seco}}{\text{Peso seco}} \times 100 \qquad (2)$$

A representação esquemática da metodologia utilizada para o desenvolvimento deste trabalho encontra-se representada na Figura 12 e Figura 13.

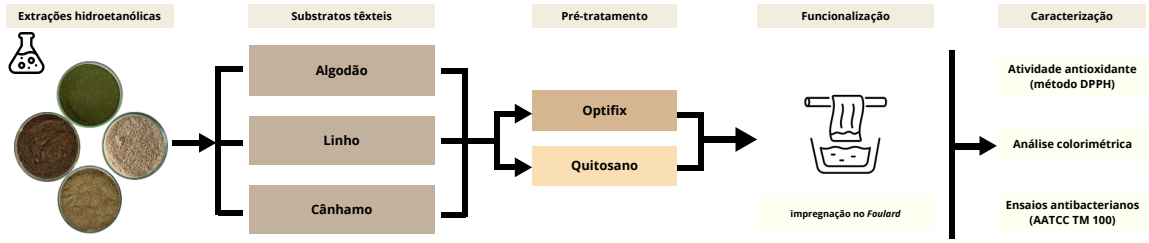


Figura 12. Esquema da metodologia adotada para o acabamento antibacteriano.

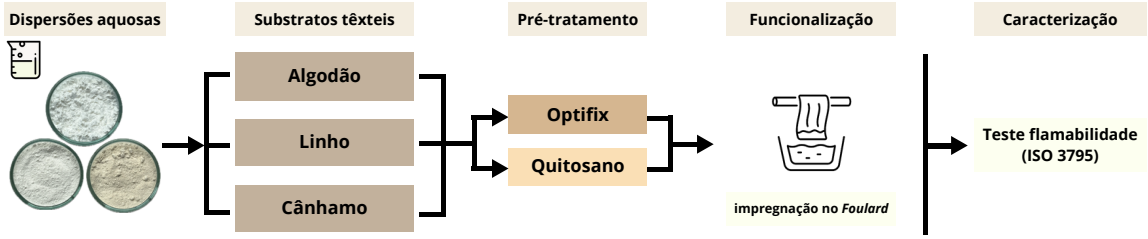


Figura 13. Esquema da metodologia adotada para o acabamento de retardância à chama.

3.2.3.1. Pré-tratamento com plasma DBD

Para a aplicação do plasma foi utilizado o protótipo semi-industrial de plasma DBD (*Softal Electronics GmbH*) presente na Universidade do Minho. A aplicação foi realizada à temperatura ambiente e pressão atmosférica. Cada substrato foi submetido a 5 passagens de cada lado a uma velocidade de 4 $\mathrm{m.\,min^{-1}}$, e uma potência de 1 kW. A metodologia adotada foi adaptada de (Padrão *et al.*, 2022).

3.2.3.2. Cationização

A cationização dos substratos têxteis com o Optifix e o quitosano foi realizada por impregnação utilizando o equipamento *Foulard Werner Mathis TYPE HVF 28691.* As concentrações usadas foram respetivamente 4% (m/v) e 1% (m/v). O quitosano foi previamente preparado numa solução aquosa de ácido acético, numa concentração 2% (v/v).

Após imersão na solução preparada, cada substrato têxtil foi sujeito a 1 passagem de cada lado, a uma pressão de 1 bar e uma velocidade de 1 $m.\,\mathrm{min^{-1}}$. O *pick up* foi calculado para os diferentes substratos com os diferentes produtos catonizantes e encontram-se apresentados na Tabela 7. Após funcionalização

os substratos foram secos, a 100 °C, durante 5 minutos. E no caso dos substratos pré-tratados com quitosano, foi feito o processo de termofixação a 150 °C, durante 3 minutos, no secador *Werner Mathis AG CH 8155.*

Tabela 7. *Pick up* cationização.

Substrato	algodão		linho		cânhamo	
Cationização	optifix	quitosano	optifix	quitosano	optifix	quitosano
Pick up (%)	103,23	104,99	97,14	78,77	93,19	81,9

Para as amostras finais, preparadas usando as condições otimizadas, o processo de cationização por impregnação foi realizado a 2 bar e 1 $\mathrm{m.min^{-1}}$. O *pick up* foi calculado e encontra-se representado na Tabela 8.

Tabela 8. *Pick up* cationização amostras funcionalizadas na condição ótima

Substrato	algodão		linho		cânhamo	
Cationização	optifix	quitosano	optifix	quitosano	optifix	quitosano
Pick up (%)	83,7	67,5	80,3	67,8	75,8	71,6

3.2.3.3. Funcionalização por impregnação

Acabamento antibacteriano

A funcionalização por impregnação para o acabamento antibacteriano foi realizada no equipamento *Foulard Werner Mathis TYPE HVF 28691.* Inicialmente, os substratos têxteis foram imersos nos extratos previamente obtidos (*3.2.2. Extração dos compostos bioativos*). Cada substrato têxtil foi submetido a 2 passagens de cada lado a uma pressão de 2 bar e uma velocidade de 1 $\mathrm{m.min^{-1}}$. Foi calculado o *pick up* que se encontra representado na Tabela 9. Por fim realizou-se o processo de secagem à temperatura ambiente.

Tabela 9. *Pick up* impregnação extratos hidroetanólicos

Substrato	Cationização	*Pick up* (%)			
		Folha de urtiga	Caule de cânhamo	Folha de bananeira	Bagaço de azeitona
algodão	s/tratamento	75,76	79,04	77,93	75,25
	optifix	73,68	85,65	71,56	74,35
	quitosano	83,86	78,83	76,35	78,96
linho	s/tratamento	78,72	77,42	79,04	75,90
	optifix	75,46	79,42	71,14	74,75
	quitosano	77,64	74,51	81,27	76,99
cânhamo	s/tratamento	76,73	88,41	82,17	77,43
	optifix	78,98	59,8	74,59	73,40
	quitosano	86,47	99,05	81,96	76,65

Acabamento de retardância à chama

Para o acabamento de retardância à chama, foi inicialmente produzida uma suspensão aquosa de 2,5% (m/v) de cada um dos compostos (Tabela 2) com o auxílio de um sonicador *Qsonica Q700-220,* durante 2 minutos de modo a obter uma suspensão uniforme. De seguida, os substratos têxteis foram imersos nas suspensões preparadas e submetidos a 1 passagem de cada lado a uma pressão de 2 bar e uma velocidade de 2 $\mathrm{m.min^{-1}}$(Padrão *et al.*, 2022) no *Foulard*. O *pick up* foi apenas calculado para a aplicação com mordenite e está representado na Tabela 10. Todos os substratos foram secos a 100 °C, durante 5 minutos, e termofixados a 150 °C, durante 3 minutos, utilizando o secador *Werner Mathis AG CH 8155.*

Tabela 10. *Pick up* impregnação mordenite

Substrato		algodão		linho		cânhamo	
Cationização		optifix	quitosano	optifix	quitosano	optifix	quitosano
Pick up (%)	Mordenite	99,44	103,25	81,08	84,97	79,37	79,20

3.2.4. Técnicas de caracterização dos subprodutos, extrações e substratos

3.2.4.1. Molhabilidade

A molhabilidade dos subprodutos foi avaliada colocando 5 g do subproduto num volume de 100 mL de água. De seguida, o tempo que o subproduto demorou a depositar na totalidade e ficar completamente imerso foi contabilizado. Considerou-se como limite 5 minutos, isto é, um tempo de absorção superior a 5 minutos sugere que o material tem baixa afinidade com a água.

3.2.4.2. Cartas de controlo

De modo a detetar possíveis situações anormais/erros que possam ocorrer durante a execução dos métodos de ensaio foram elaboradas cartas de controlo baseadas na norma ISO 7870 (Shewhart control charts, 2023).

As cartas de controlo contêm um conjunto de linhas que permitem saber se o processo está ou não sob controlo. A linha central traduz a média das leituras efetuadas; a linha superior de controlo corresponde ao valor da linha central acrescida de três vezes o desvio padrão e a linha inferior de controlo ao valor da linha central subtraída de três vezes o desvio padrão. Adicionalmente, as linhas superior e inferior de aviso são definidas pelo valor da linha central acrescida e subtraída de duas vezes o desvio padrão, respetivamente.

Se um ponto exceder os limites de controlo deve-se repetir a análise. Se dois em três pontos consecutivos excederem os limites de aviso deve-se analisar outro ponto.

3.2.4.3. Quantificação do conteúdo fenólico total

O conteúdo fenólico total foi quantificado através do método FC. Preparou-se uma solução aquosa de FC adicionando 12,5 mL do reagente para um balão volumétrico de 50 mL, perfazendo o volume com água destilada. Ao mesmo tempo preparou-se uma solução aquosa de carbonato de sódio 3,8% (m/v). Para a avaliação do conteúdo de fenóis totais presentes nos subprodutos em pó e respetivos extratos adicionou-se respetivamente 50 mg de resíduo e 50 μL de extrato em tubos de ensaio. Posteriormente, foram adicionados 1 mL de solução de FC 3,8% (m/v) e 4 mL de solução de carbonato de sódio, previamente preparadas. A reação ocorreu durante 2 h, no escuro, à temperatura ambiente. Após o tempo de reação, procedeu-se à leitura das absorvâncias a 760 nm no equipamento *UV-VIS*

Spectrophotometer UV-2600i (Shimadzu). Foi utilizada água destilada como branco e todas as medições foram realizadas em triplicado.

A quantificação dos fenóis foi determinada em equivalentes de ácido gálico segundo a equação 3:

$$\text{Concentração mg GA /g de resíduo} = \frac{(\text{Abs sample} - \text{b})}{\text{a}} \quad (3)$$

Em que:

a = coeficiente angular obtido para a curva de calibração

b = coeficiente linear obtido para a curva de calibração

Curva de calibração

A curva de calibração (apresentada no anexo I) inicia-se com a preparação da solução aquosa de ácido gálico 1 g L^{-1}, composto fenólico usado como padrão. De seguida prepara-se diluições intermédias conforme apresentado na Tabela 11.

Tabela 11. Diluições intermédias de ácido gálico

Concentração de ácido gálico (mgL^{-1})	Volume da solução de ácido gálico (µL)	Volume de água (mL)
100	100	900
200	200	800
300	300	700
400	400	600
500	500	500
600	600	400
700	700	300
800	800	200
900	900	100

A 50 µL de cada concentração, em tubos de ensaio de 10 mL, 1 mL de solução de FC 3,8% (m/v) e 4 mL de solução de carbonato de sódio, previamente preparadas, que, após homogeneização, permaneceu

em repouso por 2 horas, protegida da luz. Após o tempo de reação efetuou-se a leitura das absorvâncias a 760 nm.

3.2.4.4. Determinação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante dos resíduos, extrações e substratos foi avaliada pelo método DPPH, adaptado de Silveira *et al.* (2018). Para a preparação da solução *stock* pesou-se 24 mg do reagente e dissolveu-se em 100 mL de EtOH. De seguida, para a preparação da solução de trabalho, retiraram-se 10 mL dessa solução *stock* para um balão volumétrico de 100 mL perfazendo o mesmo com EtOH.

Para os resíduos em pó, respetivos extratos e substratos adicionou-se respetivamente 50 mg de resíduo (com base na curva de calibração em anexo II), 150 μl e 125 mg (de forma análoga ao mencionado em (Silveira *et al.*, 2018)) em tubos de ensaio. Para os substratos adicionou-se 125 mg. Posteriormente foram adicionados 6 mL de solução de uso de DPPH e a reação ocorreu durante 30 minutos, no escuro e à temperatura ambiente. A leitura das absorvâncias (Abs) foi realizada a 517 nm no equipamento *UV-VIS Spectrophotometer UV-2600i (Shimadzu).* Foi utilizado um controlo preparado com a solução de trabalho de DPPH e EtOH, nas mesmas condições dos extratos. Foi utilizado EtOH como branco e todas as medições foram realizadas em triplicado com exceção dos substratos têxteis, nos quais foi efetuada apenas uma leitura por condição. A percentagem da atividade antioxidante foi calculada através da equação 4:

$$\text{Atividade antioxidante } (\%) = \left(\frac{\text{Abs controlo} - \text{Abs amostra}}{\text{Abs controlo}}\right) * 100 \quad (4)$$

3.2.4.5. Análise colorimétrica

No que diz respeito à análise colorimétrica dos substratos têxteis foram analisados os parâmetros L*, a*, b*, ΔE e K/S utilizando o instrumento *Datacolor Spectro 750* (Figura 14) que permite medir a transmitância e a refletância da cor. As medições foram realizadas em três pontos diferentes de cada amostra. Os parâmetros avaliados encontram-se descritos na Tabela 12.



Figura 14. Equipamento *Datacolor Spectro750.*

Tabela 12. Parâmetros analisados no colorímetro (adaptado de (Cabral *et al.*, 2024))

Variáveis	Designação
L*	claridade ou escuridão da cor L*= 0 preto perfeito L*= 100 branco perfeito
a*	posição da cor ao longo do eixo vermelho-verde +a* ⇒ vermelho -a* ⇒ verde
b*	posição da cor ao longo do eixo amarelo-azul +b* ⇒ amarelo -b*⇒ azul
K/S	intensidade da cor +K/S ⇒ cor mais intensa
ΔE	diferença de cor ΔE ≈ 0 ⇒ cores idênticas (menos diferença de cor) +ΔE ⇒ maior diferença de cor

3.2.4.6. Solidez à lavagem

A solidez à lavagem dos substratos funcionalizados foi determinada submetendo os substratos têxteis a 5 ciclos de lavagem, a 40 °C, com detergente não fosfatado de concentração 0,2% (m/v), de acordo com a norma ISO 105-C08 (IS0 105-C08, 2010). Posteriormente foram caracterizados quanto à sua atividade antioxidante (descrito na secção *3.2.4.3. Determinação da atividade antioxidante*) e foi também feita a sua análise colorimétrica (descrito na secção *3.2.4.3. Análise colorimétrica*).

3.2.4.7. Solidez à luz

Para determinação da solidez à luz dos substratos funcionalizados estes foram colados numa janela na direção vertical (como é possível observar na Figura 15) e submetidos à exposição solar durante 7 dias. Após 7 dias de exposição solar foi feita a sua análise colorimétrica (descrito na secção *3.2.4.3. Análise colorimétrica*).



Figura 15. Demonstração ensaio solidez à luz.

3.2.4.8. Ensaios antibacterianos

De modo a avaliar a eficácia antibacteriana foi realizada uma adaptação do método AATCC TM 100. Primeiramente preparou-se pré-inóculos das bactérias *S. aureus* e *P. aeruginosa* em TSB que foram posteriormente incubados durante a noite a 37 °C e 120 rpm. De seguida, os microrganismos foram lavados com solução tampão fosfato-salino (PBS), e a sua concentração foi ajustada para

1×10^7 UFC mL^{-1}, recorrendo à medição da densidade ótica e à curva de calibração de cada microrganismo para o efeito. Amostras quadradas de tecido com 4 cm^2 foram inoculadas com 50 µL de bactéria durante 30 minutos para a *P. aeruginosa* e 1 hora para a *S. aureus,* à temperatura ambiente. Posteriormente, as amostras foram lavadas numa solução de 5 mL de PBS e posteriormente agitadas num vortex durante pelo menos 1 minuto. Depois disso, 200 µL de cada solução de lavagem foi submetida a 3 diluições em série em PBS, sendo que em cada uma se diluiu 10 vezes a solução anterior. Cada diluição foi inoculada numa placa contendo meio sólido TSA. A redução logarítmica foi calculada segundo a equação 5.

$$\text{Redução logaritmica } (\text{UFC mL}^{-1}) = \text{Log}[\text{controlo } (\text{UFC mL}^{-1})] - [\text{Log amostra } (\text{UFC mL}^{-1})] \quad (5)$$

Em que:

Controlo: concentração do microrganismo de inóculo

Amostra: concentração microrganismo após o tempo de incubação

A correlação da atividade antibacteriana com a redução logarítmica pode ser considerada através da Tabela 13.

Tabela 13. Correlação entre a redução logarítmica e a respetiva classificação (adaptado de (Vieira *et al.*, 2023))

Redução logarítmica	Classificação
$Log_{10} < 1$	Sem atividade
$1 \leq Log_{10} < 2$	Descontaminante fraco
$2 \leq Log_{10} < 3$	Descontaminante forte
$3 \leq Log_{10} < 4$	Desinfetante fraco
$4 \leq Log_{10} < 5$	Desinfetante moderado
$5 \leq Log_{10} < 6$	Desinfetante forte
$6 \leq Log_{10}$	Esterilizante

3.2.4.9. Teste flamabilidade dos substratos funcionalizados

A propriedade de retardância à chama dos substratos funcionalizados foi avaliada conforme a norma ISO 3795 (UNECE R118, 2019), a qual permite a determinação da taxa de queima horizontal dos materiais. A taxa de queima (B) para cada amostra é calculada apenas nos casos em que a chama atinge o final da amostra ou o último ponto de medição, através da equação 6:

$$B = \frac{60\ s}{t} \quad (6)$$

Em que:

s= distância queimada, em milímetros

t= tempo, em segundos, para queimar a distância s

O resultado do teste é considerado satisfatório se o valor de B não for superior a 100 $mm.\min^{-1}$.

3.2.5. Análise estatística dos dados

Para os ensaios quantitativos realizados em triplicado, em que os resultados foram expressos em médias de ± desvio padrão para n = 3, foi realizada uma análise estatística dos dados utilizando o *GraphPadPrism* v. 10.4.1 para Mac (*GraphPad Software*, San Diego, CA, EUA, http://www.graphpad.com). Após a avaliação da normalidade dos resultados através do teste *Shapiro-Wilk*, ao apresentar uma distribuição normal, os dados foram analisados usando ANOVA unidirecional e o teste de comparações múltiplas de *Tukey*, ao não apresentar uma distribuição normal, um teste não paramétrico de *Kruskal-Wallis* foi realizado. Diferenças em $p < 0,05$ foram consideradas significativas (com * denotando diferenças estatísticas para $p < 0,05$; ** denotando diferenças estatísticas para $p < 0,01$; *** denotando diferenças estatísticas para $p < 0,001$; e **** denotando diferenças estatísticas para $p < 0,0001$).

4. Análise e Discussão dos Resultados

4.1. Cartas de controlo

As cartas de controlo obtidas para os brancos realizados nos ensaios de Folin e DPPH estão representadas nas Figura 16 e Figura 17, respetivamente.

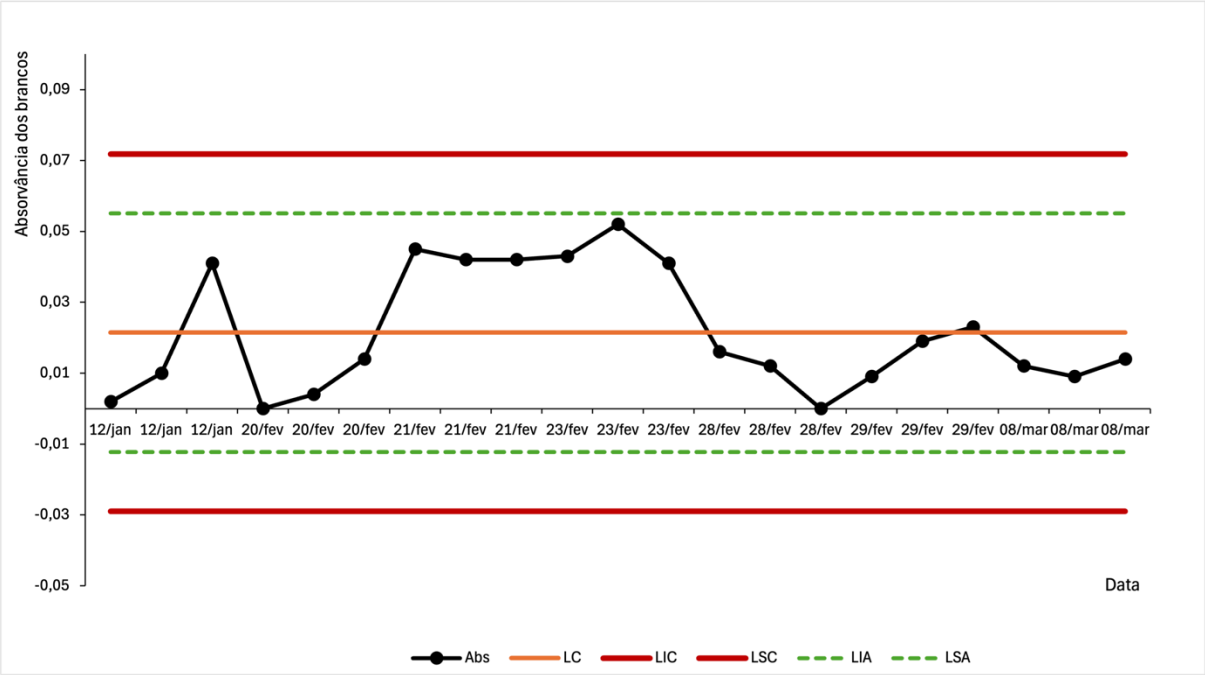


Figura 16. Carta de controlo dos brancos no ensaio de Folin, (como descrito no ponto *3.2.4.3. Quantificação do conteúdo fenólico total*).

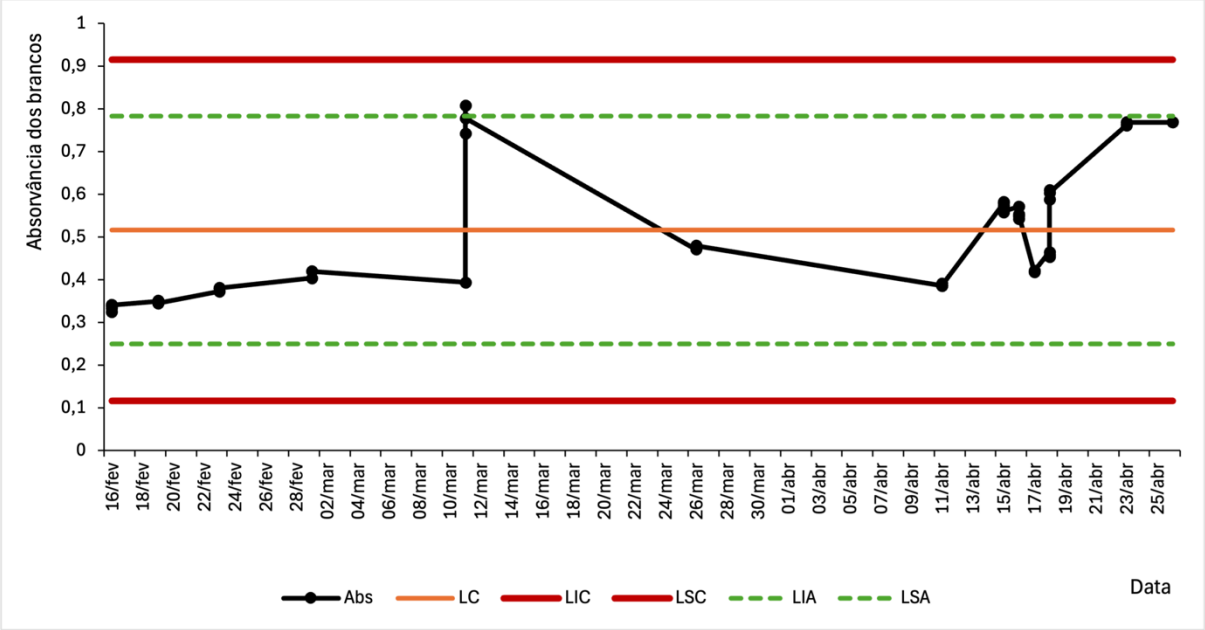


Figura 17. Carta de controlo dos brancos no ensaio de DPPH, (como descrito no ponto *3.2.4.4. Determinação da atividade antioxidante*).

É possível verificar através da análise dos gráficos Figura 16 e Figura 17 que todos os valores de absorvância dos brancos se encontram dentro dos limites de confiança estabelecidos, contudo apresentam bastante variabilidade ao longo do tempo. Verifica-se também que os valores de absorvância média para os brancos no ensaio de Folin rondam uma absorvância de 0,02. No entanto, o valor de

absorvância média para os brancos no ensaio de DPPH é cerca de 0,5, tendo oscilado entre 0,3 e 0,8. Este valor é consideravelmente superior ao do método de Folin, tendo sido observada uma maior variabilidade neste método analítico.

4.2. Adequação e caracterização dos subprodutos

Neste trabalho, com o objetivo de funcionalizar substratos têxteis celulósicos (algodão, linho e cânhamo) com propriedades antibacterianas, prevendo a sua aplicação para o desenvolvimento de têxteis técnicos, procedeu-se em primeiro lugar à adequação granulométrica dos subprodutos e à avaliação das suas propriedades (antioxidantes e fenóis totais quando em pó (pré-extração). Esta análise preliminar permite uma caracterização precisa da matéria-prima, criando uma linha de base que ajuda a otimizar o método de extração, maximizando a recuperação dos compostos ativos de interesse.

O teor de humidade é um fator determinante no processo de secagem e purificação do subproduto, na redução de tamanho das partículas (processo de moagem) e nas propriedades físico-químicas dos subprodutos (Yan *et al.*, 2020). Isto porque, a presença de humidade na biomassa deteriora as propriedades mecânicas do subproduto, aumenta a coesão das partículas dificultando o processo de moagem e levando à formação de grânulos. Além disso, em materiais em pó, a presença de água pode proporcionar a formação de pontes de hidrogénio e hidrólise dos constituintes do subproduto, podendo levar à perda de propriedades do mesmo (Przywara *et al.*, 2023). Assim, o teor de humidade do subproduto tem influência na estabilidade dos seus compostos bioativos e na consequente capacidade antioxidante (Pham *et al.*, 2015). Os subprodutos foram secos previamente ao processo de moagem e a sua percentagem de humidade foi de 9,7 ± 1,2%; 10,2 ± 0,72%; 9,9 ± 1,0% e 6,3 ± 0,6% para a folha de urtiga, caule de cânhamo, folha de bananeira e bagaço de azeitona, respetivamente. Após este processo, a granulometria dos subprodutos foi ajustada para partículas ≤ 1 mm, uma vez que em estudos anteriores foi possível verificar que o rendimento e a cinética de extração foram superiores (J. Zhang *et al.*, 2020; Ngoc *et al.*, 2019). Na Figura 18 encontram-se apresentados os subprodutos após o processo de adequação da granulometria.

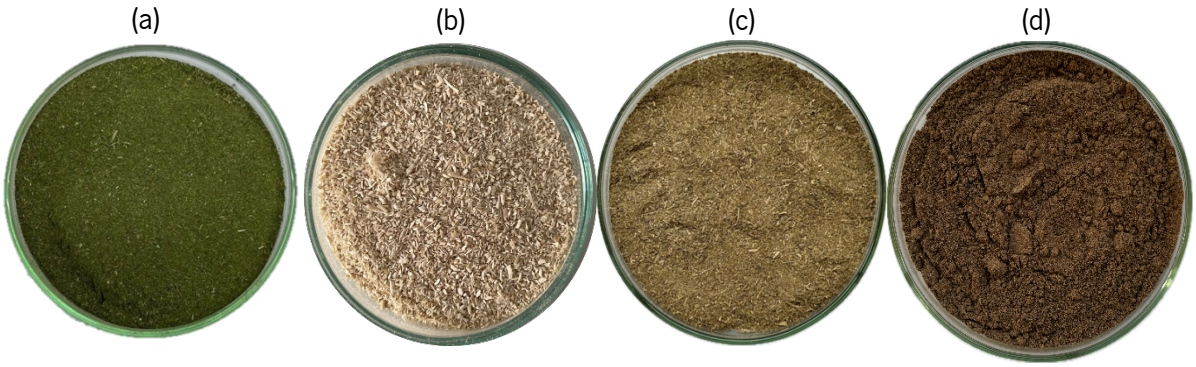


Figura 18. Representação macroscópica dos resíduos após adequação da granulometria: (a) folha de urtiga, (b) caule de cânhamo Futura 75, (c) folha de bananeira e (d) bagaço de azeitona.

Após adequação granulométrica, a molhabilidade dos subprodutos foi avaliada de modo a compreender o comportamento destes em ambientes aquosos. A molhabilidade é a capacidade de um líquido se espalhar sobre a superfície de um sólido, o que afeta o grau de contato entre o solvente e o resíduo, determinante nos processos de extração. Os resultados dos respetivos subprodutos encontram-se demonstrados na Figura 19.

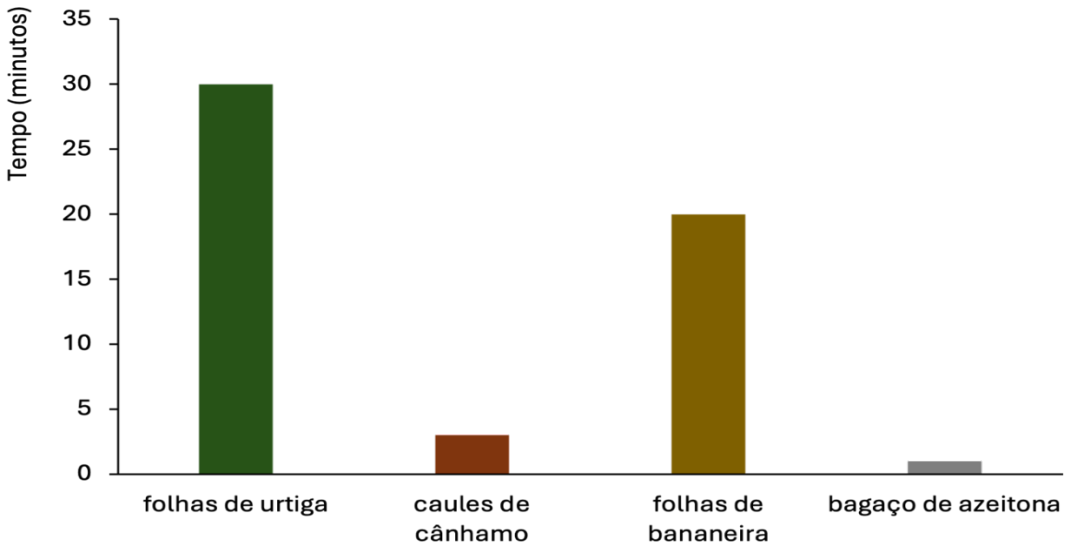


Figura 19. Molhabilidade dos subprodutos em pó.

Através da análise do gráfico da Figura 19 podemos concluir que os caules de cânhamo e o bagaço de azeitona se destacam pela alta molhabilidade, dado que apresentam tempos de imersão consideravelmente inferiores aos restantes subprodutos em estudo (<5 minutos). Este facto é indicativo do seu caracter hidrofílico, sugerindo que estes subprodutos tendem a interagir fortemente com a água.

Por outro lado, tanto as folhas de urtiga como as folhas de bananeira ultrapassam os 5 minutos de absorção, o que indica molhabilidade baixa e, consequentemente, hidrofobicidade, indicador de reduzida afinidade com a água. Este fator pode ser justificável pelo facto de as folhas serem mais hidrofóbicas devido à presença de cutículas cerosas e saliências nas superfícies das mesmas, como tricomas, que facilitam a remoção da água das superfícies (Holder, 2012). A molhabilidade do subproduto, também influencia a escolha do solvente. Em situações onde a água não é eficiente devido à hidrofobicidade do material, solventes orgânicos (ex. etanol) ou misturas podem ser mais apropriadas (ex. soluções hidroetanólica, como as estudadas no presente trabalho), ajustando a afinidade entre o solvente e o resíduo e melhorando a eficiência do processo de extração (Lefebvre *et al.*, 2021). Deste modo, é expectável que quanto maior a molhabilidade do subproduto, maior o rendimento da extração hidroetanólica, quando comparado com a extração aquosa. Isto porque, maior molhabilidade sugere um aumento do caráter hidrofílico do resíduo, que consequentemente aumentará a interação entre o subproduto e a água (Holder, 2012).

4.2.1. Determinação do conteúdo fenólico total e atividade antioxidante

Após o processo de adequação, os subprodutos foram caracterizados quanto ao seu conteúdo fenólico e atividade antioxidante, através dos métodos de FC e DPPH, respetivamente. Os resultados desta avaliação encontram-se apresentados na Figura 20.

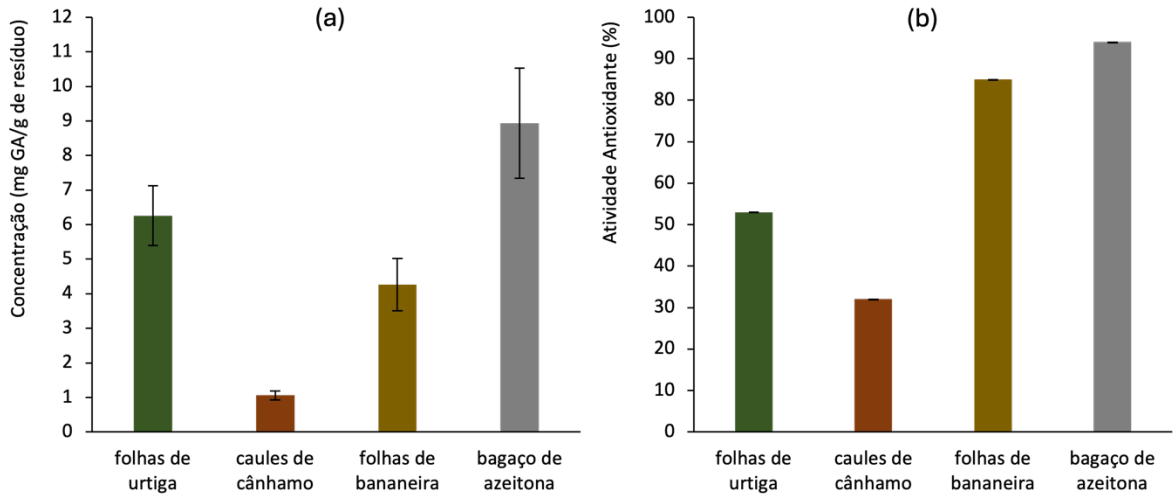


Figura 20. Conteúdo fenólico total (a) e atividade antioxidante dos subprodutos em pó (b).

Através da análise do gráfico da Figura 20 (a) podemos observar que o subproduto em pó com maior conteúdo fenólico total foi o bagaço de azeitona com 8,94 ± 1,60 mg EAG/g de resíduo, seguido das folhas de urtiga com 6,26 ± 0,86 mg EAG/g, as folhas de bananeira com 4,26 ± 0,76 mg EAG/g de resíduo e por fim os caules de cânhamo com 1,06 ± 0,13 mg EAG/g de resíduo. Relativamente à atividade antioxidante relativa, verifica-se através da análise do gráfico da Figura 20 (b) que o subproduto em pó com maior valor é o bagaço de azeitona com 94 ± 0,00%, seguido das folhas de bananeira com 85 ± 0,01%, as folhas de urtiga com 53 ± 0,01% e por fim os caules de cânhamo com 32 ± 0,03%. Adicionalmente, e de um modo geral, os subprodutos com maior quantidade de fenóis totais, são aqueles que apresentam valores de atividade antioxidante relativa maior nomeadamente, o bagaço de azeitona, a folha de urtiga e a folha de bananeira. Isto está de acordo com o esperado, uma vez que os compostos fenólicos possuem uma estrutura molecular constituída por um ou mais anéis benzénicos ligados a grupos hidroxilo (-OH), que permitem neutralizar radicais livres e deste modo interromper reações de oxidação (Vuolo *et al.*, 2019). Estes resultados são expectáveis, pelo facto de o caule de cânhamo apresentar uma composição de lignina superior, que por sua vez, justifica o menor conteúdo de fenóis e capacidade antioxidante em comparação com outras partes das plantas em que esses compostos bioativos são mais predominantes (folhas, flores e sementes) (Garofulić *et al.*, 2021; Hourfane *et al.*, 2023) como é o caso das folhas de urtiga e bananeira.

4.3. Extrações hidroetanólicas dos subprodutos

O foco deste trabalho debruça-se sobre o aproveitamento dos subprodutos, procurando formas inovadoras para a sua aplicação, transformação e consequente valorização. Os subprodutos em estudo mostraram, através da análise dos resultados obtidos na secção acima (*4.1. Adequação e caracterização dos subprodutos*), potencial significativo no que diz respeito ao conteúdo fenólico e atividade antioxidante, nomeadamente a folha de urtiga e bananeira, e o bagaço de azeitona. Neste contexto, após adequação e caracterização, procedeu-se à realização das extrações hidroetanólicas (de acordo com o indicado na secção *3.2.2. Extração dos compostos bioativos*, nomeadamente na Tabela 4) de todos os subprodutos em estudo e à sua caracterização relativamente ao conteúdo fenólico total e atividade antioxidante. No caso dos caules de cânhamo, apesar do resíduo em pó não apresentar quantidade significativa de fenóis totais e atividade antioxidante, quando comparado com os restantes, procedeu-se à extração hidroetanólica, uma vez que esta pode potenciar a extração dos compostos de interesse.

4.3.1. Extrações de folha de urtiga: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante

Os diferentes extratos de folhas de urtiga foram avaliados quanto ao seu conteúdo fenólico total e a sua atividade antioxidante, e os resultados encontram-se representados nos gráficos da Figura 21.

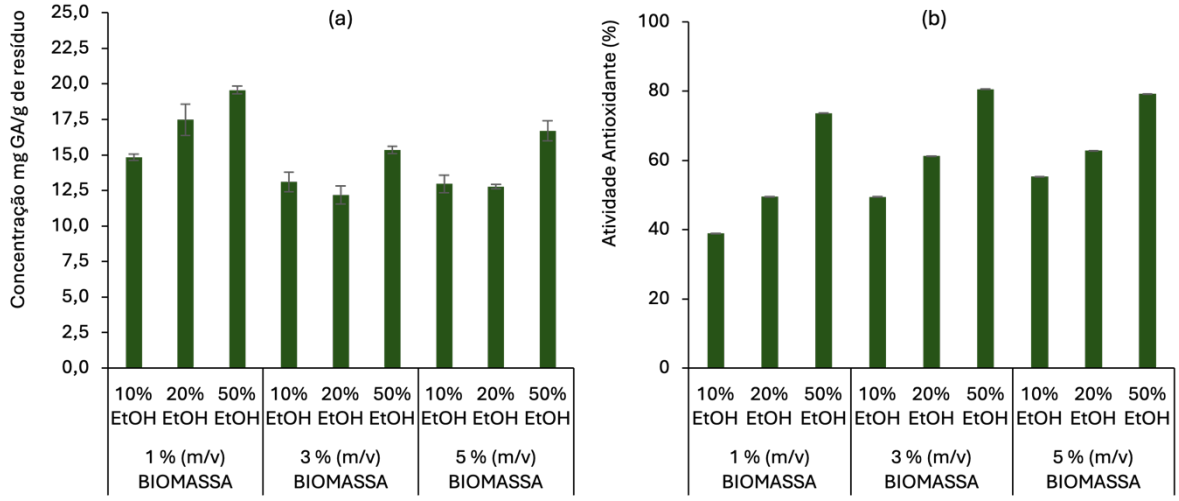


Figura 21. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas das folhas de urtiga.

Relativamente ao teor de fenóis totais, observa-se, no gráfico da Figura 21 (a), uma diminuição do rendimento médio, à medida que a percentagem de biomassa aumenta. Isto pode justificar-se pelo facto de que com menor percentagem de biomassa, a capacidade de extração pode ser maior uma vez que o solvente está em maior contacto com a superfície das partículas do subproduto. Por outro lado, pode ocorrer o fenómeno de saturação caracterizado pela limitação intrínseca do solvente em extrair o soluto para além de determinada concentração máxima, sendo esta definida pelas propriedades físico-químicas de mesmo. Assim sendo, o aumento da biomassa, aliando a saturação e inacessibilidade do solvente a toda a superfície das partículas, pode ter como consequência um menor teor de compostos fenólicos extraídos (Predescu *et al.*, 2016). Por exemplo, com 50% (v/v) EtOH aumentando a percentagem de biomassa de 1% (m/v) para 3% (m/v) obtém-se, respetivamente, 19,56 e 15,34 mg EAG/g de resíduo. Por outro lado, com o aumento da percentagem de EtOH verifica-se um aumento gradual da quantidade de fenóis extraídos, mais concretamente, com 1% (m/v) de biomassa aumentando de 10% (v/v) para 20% (v/v) de EtOH verifica-se um aumento de 14,84 para 17,47 mg EAG/g de resíduo. Em estudos prévios, Tarasevičienė *et al.* (2023) demonstraram que com o aumento da percentagem de EtOH o conteúdo de fenóis totais extraídos aumenta pouco significativamente ou até diminui. Os resultados

obtidos no estudo em questão estão de acordo com os obtidos no presente trabalho uma vez que, utilizando uma concentração de 3% (m/v) de biomassa e 50% (v/v) EtOH obtém-se uma concentração fenólica 17,74 mg EAG/g de resíduo, valor idêntico ao obtido para a extração utilizando 20% (v/v) de etanol e concentração de 1% (m/v). No trabalho desenvolvido no âmbito desta tese com a mesma percentagem de biomassa (3% (m/v)) e percentagem de EtOH (50% (v/v)) obtêm-se 15,34 mg EAG/g de resíduo. Contudo, é importante salientar que no estudo desenvolvido por Taraseviciene *et al.* o processo de extração é assistido por ultrassons o que, segundo a literatura, potencia o conteúdo fenólico obtido (González-Silva *et al.*, 2022; Lama-Muñoz & Contreras, 2022). Assim, embora o conteúdo fenólico obtido neste estudo por extração convencional seja ligeiramente inferior, os valores obtidos ficaram muito próximos aos da extração assistida por ultrassons, utilizando a mesma quantidade de biomassa e concentração de EtOH. A extração convencional surge como uma opção mais acessível, não dependendo de equipamentos especializados, o que a torna uma opção robusta e prática.

Através da análise do gráfico na Figura 21 (b) foi possível verificar que o aumento da percentagem de biomassa teve como consequência o aumento da atividade antioxidante dos respetivos extratos, embora pouco expressivo. Todavia, com o aumento da percentagem de EtOH é evidente o aumento da atividade antioxidante. Com a manutenção da percentagem de biomassa em 1% (m/v), 3% (m/v) e 5% (m/v), aumentando a percentagem de EtOH de 10% (v/v) para 50% (v/v) verifica-se uma diferença de quase 30% no valor da atividade antioxidante. Os estratos obtidos através das extrações realizadas com 50% (v/v) de EtOH apresentam aproximadamente 80% de atividade antioxidante relativa, independentemente da percentagem de biomassa usada. De maneira geral, os resultados estão alinhados com o esperado, uma vez que é previsível que uma maior atividade antioxidante esteja diretamente associada a um maior conteúdo total de compostos fenólicos. Isso ocorre porque os compostos fenólicos, devido à sua estrutura, têm a capacidade de neutralizar as espécies reativas de oxigênio (ROS) e os radicais livres (Kostić *et al.*, 2023). A presença de grupos hidroxilo na estrutura dos compostos fenólicos aumenta a sua reatividade aos radicais livres (Kadous, 2015).

4.3.2. Extrações de caule de cânhamo: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante

O conteúdo fenólico total e a atividade antioxidante dos diferentes extratos de caules de cânhamo foram analisados e estão demonstrados no gráfico da Figura 22.

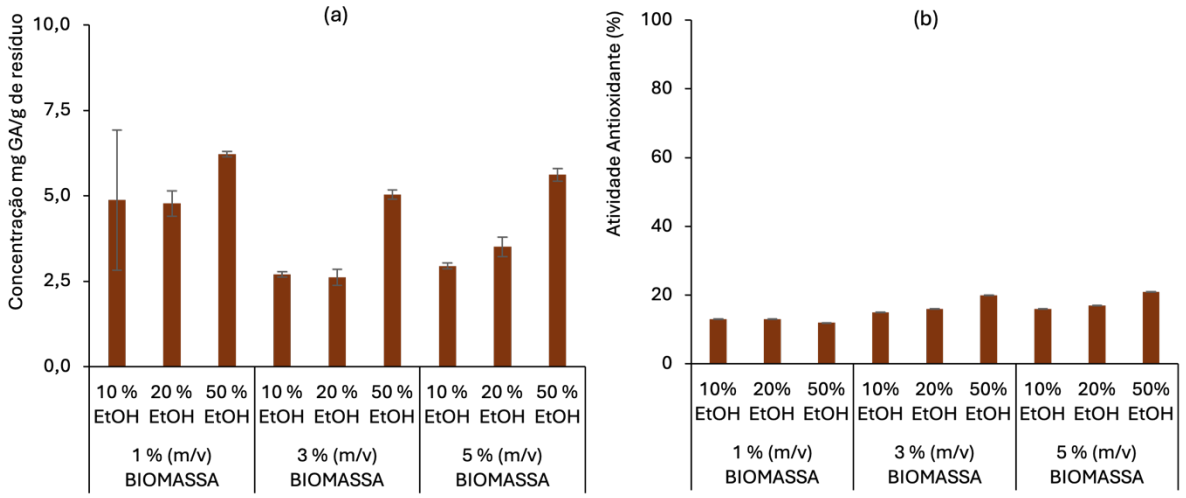


Figura 22. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas dos caules de cânhamo.

É possível verificar, a partir da análise do gráfico da Figura 22 (a), que com o aumento da percentagem de biomassa ocorre uma diminuição no rendimento de teor fenólicos totais (menor quantidade de fenóis por 1 grama de resíduo com o aumento da biomassa) como verificado para as extrações das folhas de urtiga. Fixando a percentagem de EtOH a 50% (v/v) verifica-se uma diminuição de 6,22 para 5,62 mg EAG/g de resíduo ao aumentar de 1% (m/v) para 3% (m/v) de biomassa. Contrariamente, com o aumento da percentagem de EtOH verifica-se um aumento gradual da quantidade de fenóis totais extraídos, como verificado para as extrações de folha de urtiga. A título de exemplo, com biomassa a 3% (m/v) aumentando a percentagem de EtOH de 10% (v/v) para 50% (v/v) obtém-se uma diferença aproximadamente de 2 mg EAG/g de resíduo, 2,70 e 5,04 mg EAG/g de resíduo, respetivamente. Em estudos publicados previamente, Aloo *et al.* (2023) obteve um conteúdo fenólico total de 288,68 mg/100g (2,9 mg/g) de equivalentes de ácido fúrico em extratos etanólicos a 70% (v/v) com uma biomassa de 5% (m/v). Comparando estes resultados com os obtidos no presente trabalho, foi possível obter o dobro do conteúdo fenólico, mais especificamente 5,62 mg EAG/g de resíduo, com menos 20% de EtOH e a mesma percentagem de biomassa. Estes valores podem ser justificados pela redução da concentração de etanol de 70% (v/v) para 50% (v/v), o que poderá ter proporcionado um equilíbrio mais adequado entre a polaridade do solvente e a solubilidade dos compostos fenólicos.

Através da análise do gráfico na Figura 22 (b) foi possível verificar que com o aumento da percentagem de biomassa há um aumento da atividade antioxidante dos respetivos extratos, embora pouco expressivo. No que diz respeito à percentagem de EtOH o seu efeito não é conclusivo dado que para uma quantidade de biomassa de 1% (m/v) a atividade antioxidante diminui com o aumento da percentagem de EtOH,

verificando-se o oposto nas percentagens de biomassa de 3% (m/v) e 5% (m/v). Estes resultados foram superiores aos apresentados no estudo de Aloo *et al.* (2023) onde com extratos etanólicos a 70% (v/v) se obteve uma percentagem de atividade antioxidante de apenas 23,72%. Neste estudo foi conseguido uma percentagem similar de 21% com a mesma percentagem de biomassa e utilizando menos 20% de EtOH.

4.3.3. Extrações de folha de bananeira: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante

Os diferentes extratos de folha de bananeira foram analisados no que diz respeito ao conteúdo fenólico total e atividade antioxidante e os resultados estão apresentados no gráfico da Figura 23.

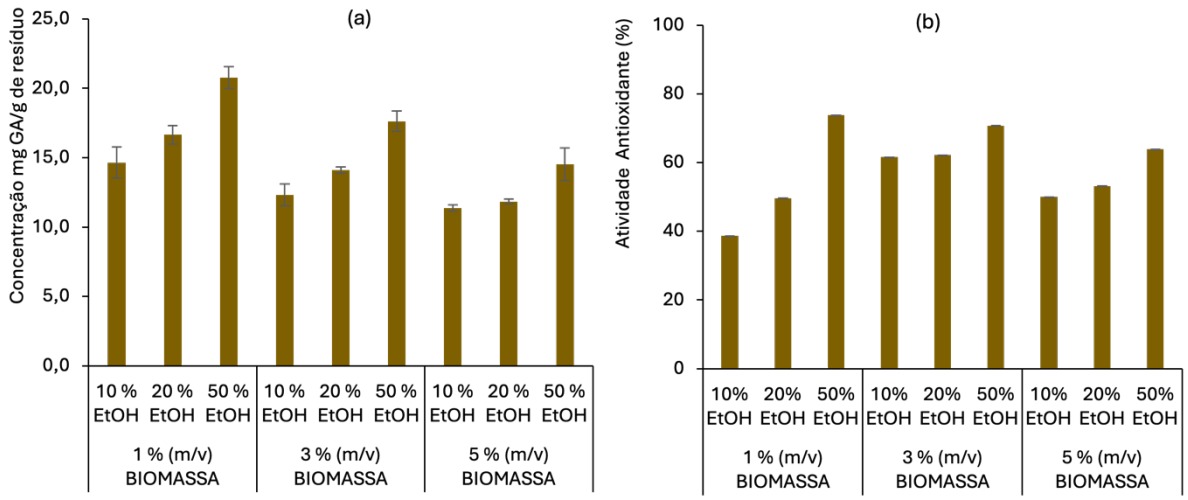


Figura 23. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas das folhas de bananeira.

Através da análise do gráfico da Figura 23 (a) é possível constatar que, de forma similar aos extratos obtidos nas extrações dos subprodutos acima, o aumento da percentagem de EtOH induz um incremento na quantidade de fenóis extraídos. Ao fixar a percentagem de biomassa em 3% (m/v) e variando a percentagem de EtOH de 10% (v/v) para 50% (v/v) obtém-se respetivamente os valores de 12,32 e 17,62 mg EAG/g resíduo. Paralelamente, com o aumento da concentração de biomassa verifica-se uma redução do rendimento da extração de fenóis (menor quantidade de fenóis por 1 grama de resíduo com o aumento da biomassa), diminuindo de 14,64 para 11,38 mg EAG/g resíduo quando se aumenta de 1% (m/v), para 5% (m/v), respetivamente. Num estudo desenvolvido por Handayani *et al.* (2019) foi

obtido um teor fenólico total de 11,06 ± 0,05 mg EAG/g de resíduo em extratos etanólicos de folhas de bananeira, utilizando 25% (m/v) de biomassa. No presente estudo, com menor quantidade de biomassa (1% (m/v), 3% (m/v), e 5% (m/v)) e concentração mais reduzida de EtOH (10% (v/v), 20% (v/v) e 50% (v/v)) conseguiu-se maior conteúdo fenólico total, sendo por isso o método utilizado no presente trabalho mais eficaz para a extração de compostos fenólicos da folha de bananeira.

Através da análise do gráfico na Figura 23 (b) foi possível também verificar que o aumento da percentagem de biomassa teve como consequência o aumento da atividade antioxidante dos respetivos extratos, embora de um modo não linear. Verificou-se um aumento da atividade antioxidante de 39% para 62% ao passar de 1% (m/v) para 3% (m/v) de biomassa. Contudo, ao aumentar de 3% (m/v) para 5% (m/v), registou-se uma diminuição para 50% na atividade antioxidante. Todavia, o mesmo padrão não se verifica com o aumento da percentagem de EtOH, sendo este efeito ligeiramente mais evidente. Por exemplo, com 3% de biomassa, ao aumentar a concentração de EtOH de 10% para 50% de EtOH verifica-se um aumento na atividade antioxidante de 62% para 71%.

4.3.4. Extrações de bagaço de azeitona: conteúdo fenólico total e atividade antioxidante

O conteúdo fenólico total e a atividade antioxidante dos diferentes extratos de bagaço de azeitona foram estudados e encontram-se caracterizados no gráfico da Figura 24.

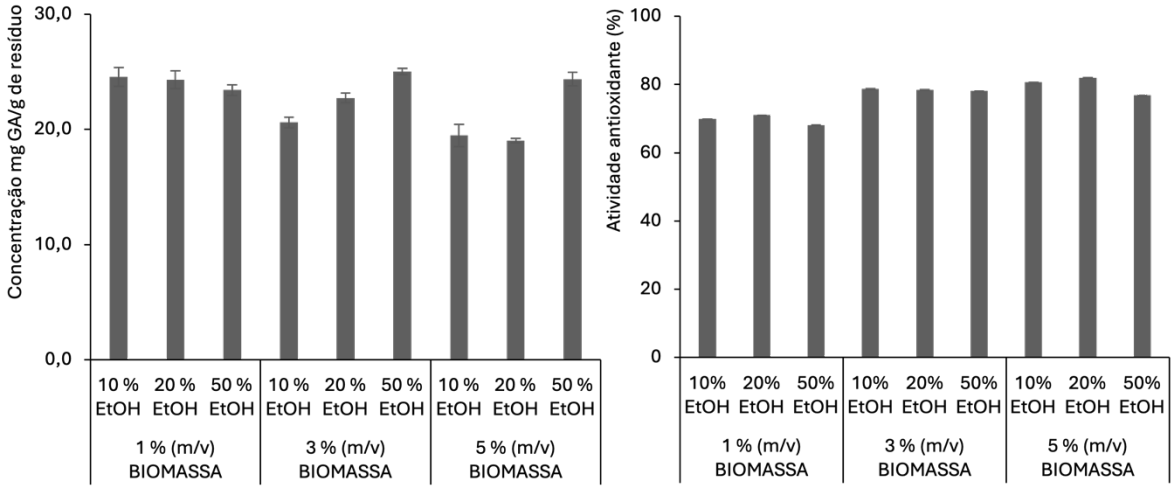


Figura 24. Conteúdo de fenóis totais (a), atividade antioxidante em percentagem (b) das extrações hidroetanólicas do bagaço de azeitona.

Através da análise do gráfico da Figura 24 (a) é possível verificar que com o aumento da biomassa há uma diminuição no rendimento de fenólicos totais extraídos (menor quantidade de fenóis por 1 grama de resíduo com o aumento da biomassa), mais especificamente com um aumento de 1% (m/v) para 5% (m/v) obtém-se 24,57 e 19,47 mg GAE/g de resíduo, respetivamente. Tal como observado para outros subprodutos analisados neste estudo, este fenómeno pode ser explicado pela ocorrência de saturação do solvente durante o processo de extração e/ou à sua limitada acessibilidade a toda a superfície das partículas do subproduto, especialmente com o aumento da quantidade destas. No que é referente à percentagem de EtOH, não se verifica um efeito claro no teor de fenóis totais por grama de resíduo, uma vez que permanece aproximadamente constante. Noutros estudos, Quero *et al.* (2022) obtiveram um conteúdo fenólico total de 17,67±3,12 mg GAE/g de resíduo e 16,89±0,76 mg GAE/g de resíduo para extrações hidroetanólicas a 50% com método de aquecimento óhmico e método de aquecimento convencional, respetivamente. Assim, pode-se considerar mais eficaz e sustentável o método utilizado neste trabalho, uma vez que foi possível obter o mesmo conteúdo fenólico utilizando uma menor percentagem de EtOH, para além de alcançar um teor fenólico superior com a mesma percentagem de EtOH. Zhao *et al.* (2022) obtiveram resultados superiores 43,25±2,08 mg GAE/g de resíduo com extrações hidroetanólicas a 70%. No entanto, a elevada percentagem de EtOH utilizada neste método torna-o menos viável para aplicações futuras em larga escala na indústria têxtil, foco do presente trabalho, devido aos custos mais elevados e ao impacto ambiental associado ao uso de uma maior quantidade de solventes orgânicos.

A análise do gráfico na Figura 24 (b) permitiu constatar que o aumento da percentagem de biomassa resultou num aumento da atividade antioxidante dos respetivos extratos, embora de forma pouco expressiva. Com o aumento da percentagem de biomassa de 1% para 5% verificou-se um aumento de aproximadamente 10% no valor de atividade antioxidante, passando de 70% para 81%. O mesmo ocorre com o aumento da percentagem de EtOH sendo este pouco expressivo, chegando até a ser similar dentro da mesma percentagem de biomassa.

4.3.5. Síntese dos resultados: extrações hidroetanólicas dos subprodutos em estudo

No geral, os subprodutos estudados demonstraram um elevado potencial para aplicação em diversas indústrias, especialmente na têxtil, devido ao seu conteúdo fenólico e atividade antioxidante. O bagaço de azeitona, as folhas de urtiga e bananeira destacaram-se pelo maior teor fenólico e atividade antioxidante, revelando-se fontes promissoras de compostos bioativos. A extração hidroetanólica foi

eficaz, permitindo obter teores fenólicos superiores mesmo com menor concentração de etanol, em comparação com outros estudos. O processo em estudo demonstrou por isso ser mais vantajoso, uma vez que utilização de elevada concentração de etanol pode limitar a viabilidade de aplicação em larga escala devido aos custos e impacto ambiental. Os resultados obtidos indicam que métodos de extração mais sustentáveis, com menor uso de etanol, podem ser explorados para aumentar a viabilidade comercial e ambiental. Assim, o uso de 50% (v/v) de EtOH não se considerou como opção sustentável, direcionando a análise do estudo para 10% (v/v) e 20% (v/v) de EtOH. Com a mesma percentagem de biomassa não se observaram diferenças consideráveis entre a utilização de 10% (v/v) e 20% (v/v) de EtOH nos resultados de atividade antioxidante percentual e conteúdo fenólico total, priorizou-se a menor concentração de etanol, 10% (v/v). No que diz respeito à biomassa selecionou-se a concentração intermédia de 3% (m/v) dado que não se verificaram grandes discrepâncias nos resultados obtidos para as três percentagens estudadas. Definiu-se como condição ótima de extração, através da análise dos gráficos da Figura 21, Figura 22, Figura 23 e Figura 24, 3% (m/v) de biomassa e 10% (v/v) de EtOH.
Na secção seguinte, o foco será a otimização dos processos de extração, utilizando a ferramenta *Design of Experiments* (DoE), para aprimorar ainda mais a eficiência e sustentabilidade do processo.

4.4. Otimização de processos com recurso ao planeamento de experiências por *Design of Experiments (DoE)*

Como descrito anteriormente, os resultados mais promissores observaram-se tanto para as extrações de folhas de urtiga, folhas de bananeira e bagaço de azeitona. Porém, o subproduto disponível em maior quantidade são as folhas de urtiga, tendo sido por isso o subproduto selecionado para a realização da otimização do processo de extração e funcionalização com recurso à ferramenta DoE.
Foram efetuados planeamentos fatoriais 2^4 completos, com 12 ensaios no ponto central por existirem 2 variáveis categóricas, dando um total de 28 ensaios, para cada tipo de substrato. Os valores obtidos, para todas as respostas analisadas, de acordo com o planeamento efetuado encontram-se no Anexo III. As variáveis de resposta selecionadas foram analisadas, mas não foi possível obter modelos com significância estatística adequada para poder obter os modelos das respostas. No entanto, pela análise dos valores obtidos, o pré-tratamento com plasma não acarretou benefícios evidentes, pelo que a otimização do processo foi efetuada sem pré-tratamento plasmático e recorrendo à análise dos gráficos. Para o algodão, por exemplo, a luminância (L*) variou entre 8 e 28 em relação ao controlo (L* aproximadamente 94), tendo sido obtidas cores mais intensas para as maiores temperaturas de

extração, sem existir, no entanto, uma consistência sistemática na variabilidade das respostas. A enorme variabilidade obtida pode ser explicada quer pela variabilidade dos métodos analíticos (por exemplo do DPPH), quer pela variabilidade do processo de extração nas condições utilizadas, em que os fatores tiveram uma variação muito reduzida (por exemplo, a temperatura apenas variou entre 40 e 60 °C), justificando a não existência de dependência entre as variáveis estudadas. Como sugestão, num próximo planeamento fatorial sugere-se diminuir o número de variáveis categóricas e aumentar a região de estudo dos fatores.

Assim, definiu-se como condição ótima de extração 3% (m/v) de biomassa e 10% (v/v) de EtOH, tendo como base a análise dos gráficos da Figura 21, Figura 22, Figura 23 e Figura 24.

4.5. Funcionalização dos substratos lignocelulósicos

4.5.1. Funcionalização com extratos hidroetanólicos

Os extratos hidroetanólicos das folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona, representados na Figura 25, foram aplicados em tecidos de algodão, linho e cânhamo na condição ótima 3% (m/v) de biomassa e 10% (v/v) de EtOH.



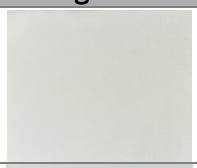
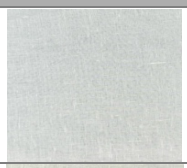
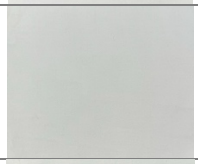
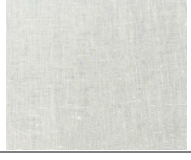
Figura 25. Extrações hidroetanólicas (3% biomassa e 10% EtOH) de folhas de urtiga (a); caules de cânhamo (b); folhas de bananeira (c) e bagaço de azeitona (d)).

Tal como é possível observar na Figura 25 as diferentes extrações apresentaram rendimentos de extração diferentes, 82%, 88%, 80% e 93% para as folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona, respetivamente. Rendimentos de extração superiores indicam maior eficiência de extração, maior volume de líquido de extração, mas não significa maior concentração de compostos fenólicos. O rendimento de extração é determinado pelo tipo de solvente utilizado (intrinsecamente relacionado com a maior ou menor extração de compostos fenólicos), temperatura, tempo de extração, características e composição da planta e granulometria da mesma (Lama-Muñoz & Contreras, 2022; Sultana *et al.*, 2009). Desta forma, esta pode ser uma justificação para os rendimentos de extração das folhas serem inferiores comparativamente com o bagaço de azeitona e os caules de cânhamo.
Os extratos foram aplicados nos tecidos de algodão, linho e cânhamo, conforme descrito no subcapítulo (*3.2.3.3. Funcionalização por impregnação*) e a sua representação macroscópica encontra-se no Anexo IV.

4.5.2. Funcionalização com retardantes à chama

Os tecidos de algodão, linho e cânhamo foram funcionalizados com as três suspensões referidas na secção *3.2.3.3. Funcionalização por impregnação,* porém apenas se encontram representados macroscopicamente (Tabela 14) os substratos funcionalizados com mordenite 2,5% (m/v), nos quais os resultados foram mais promissores (apresentados subsequentemente na secção *4.5.4. Teste flamabilidade)*.

Tabela 14. Substratos de algodão linho e cânhamo funcionalizados com mordenite

	Algodão	Linho	Cânhamo
Sem tratamento			
Optifix			
Quitosano			

4.6. Caracterização dos substratos funcionalizados

Após o processo de funcionalização, os substratos têxteis foram submetidos a uma série de caracterizações para avaliar suas propriedades, incluindo atividade antioxidante, análise colorimétrica, atividade antibacteriana e comportamento em relação à retardância à chama. Para o caso da atividade antioxidante não se procedeu à realização de réplicas uma vez que para além de não se ter verificado erros significativos nas extrações previamente apresentadas (secção *4.2. Extrações hidroetanólicas*) existia limitação de recursos e tempo.

4.6.1. Atividade antioxidante

Após funcionalização dos substratos de algodão, linho e cânhamo com os diferentes extratos hidroetanólicos, estes foram caracterizados quanto à sua capacidade antioxidante (como descrito na secção *3.2.4.3. Determinação da atividade antioxidante).* Os resultados encontram se representados nos gráficos da Figura 26.

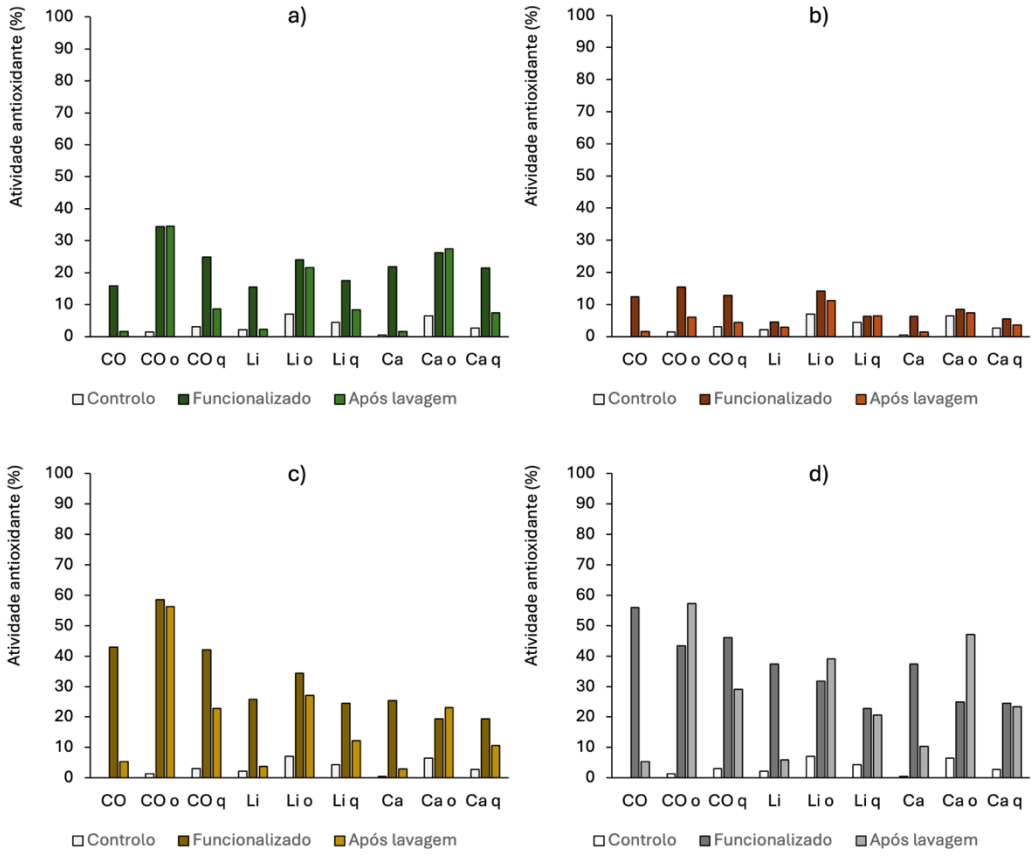


Figura 26. Atividade antioxidante dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com extratos de (a) folhas de urtiga; (b) caules de cânhamo; (c) folhas de bananeira e (d) bagaço de azeitona.

Primeiramente, no que toca à influência dos substratos têxteis e respetivos pré-tratamentos na atividade antioxidante, é possível denotar que os tecidos de algodão apresentam maior atividade antioxidante decorrente da maior afinidade tintorial quando comparado com o linho e o cânhamo que são bastante similares entre si (Atav *et al.*, 2024). Como esperado, conclui-se que todos os tecidos sem pré-tratamento exibem a menor atividade antioxidante uma vez que a fixação dos compostos é inferior. O pré-tratamento com optifix destaca-se por proporcionar maior atividade antioxidante para todos os diferentes substratos funcionalizados.

Na Figura 26 (a), correspondente aos substratos têxteis funcionalizados com extratos de folhas de urtiga, é possível verificar que após funcionalização há um aumento na atividade antioxidante em média de aproximadamente 20% em comparação aos tecidos de controlo (não funcionalizados). Destaca-se os tecidos pré-tratados com optifix onde se verifica um aumento mais acentuado na atividade antioxidante, 34% no substrato de algodão, 24% no substrato de linho e 26% no substrato de cânhamo, seguidos dos tecidos pré-tratados com quitosano onde se obteve 25% no algodão, 18% no linho e 21% no cânhamo. Após lavagem é de notar uma perda quase total da atividade antioxidante nos tecidos sem pré-tratamento, onde a funcionalização é praticamente eliminada, o que realça a necessidade da cationização para fixar os compostos antioxidantes nos substratos têxteis, com o objetivo de aumentar a solidez à lavagem dos mesmos. Nos substratos pré-tratados com quitosano ocorre uma diminuição substancial da atividade antioxidante nos três substratos, em média aproximadamente 13%, em comparação aos funcionalizados. Em relação aos tecidos pré-tratados com optifix em que a diminuição da atividade antioxidante é praticamente nula, no máximo de 2% mais concretamente, indicando uma solidez à lavagem superior com este cationizante em comparação aos restantes. Verifica-se maior atividade antioxidante no substrato algodão com pré-tratamento com optifix, 34% mais especificamente bem como maior solidez à lavagem, onde a perda de atividade antioxidante foi nula. De forma semelhante, o substrato de cânhamo com pré-tratamento com optifix que apresenta uma atividade antioxidante de 26% com perda após lavagem nula, indicando elevada solidez à lavagem. Também, o substrato de linho com pré-tratamento com optifix obteve atividade antioxidante de 24% com perda após lavagem de aproximadamente 2%, mantendo a elevada solidez à lavagem.

Na Figura 26 (b), correspondente ao estudo da atividade antioxidante de substratos têxteis funcionalizados com extratos de caules de cânhamo, observam-se valores de atividade antioxidante percentual inferiores, de 4,60% a 15,40%, comparativamente aos substratos funcionalizados com os extratos das folhas de urtiga com valores entre 15,40% e 34,40%. Após funcionalização, há um aumento na atividade antioxidante em média de aproximadamente 7% em comparação aos tecidos de controlo

(não funcionalizados). Estes resultados podem também estar relacionados com os valores reduzidos de atividade antioxidante dos extratos obtidos quando das extrações deste subproduto (Figura 22), quando comparados com os restantes subprodutos. Após lavagem, verifica-se também uma diminuição considerável da capacidade antioxidante, aproximadamente de 10% para o algodão, 2% para o linho e 3% para o cânhamo, em média dos três pré-tratamentos. Todavia, os substratos sem pré-tratamento apresentam perdas significativas de atividade antioxidante após lavagem, isto é, uma solidez inferior aos pré-tratados com quitosano e optifix, que apresentam perdas pouco substanciais e semelhantes entre si, aproximadamente de 1% no algodão, 3% no linho e 1% no cânhamo. A título de exemplo, o substrato de algodão sem pré-tratamento diminui cerca de 11% após lavagem, bastante superior à diminuição após lavagem dos substratos de linho e cânhamo sem pré-tratamento, 2% e 5%, respetivamente. Ainda que o maior valor de atividade antioxidante se verifique no substrato de algodão com pré-tratamento com optifix (15,40%) a diminuição da atividade antioxidante após lavagem é mais acentuada (aproximadamente de 9%). Destaca-se o substrato de linho com pré-tratamento com optifix onde a atividade antioxidante obtida é de 14,10% e a solidez à lavagem é superior, com perda de aproximadamente 3%.

No estudo da atividade antioxidante de substratos têxteis funcionalizados com extratos obtidos através de folhas de bananeira (Figura 26 (c)) obtiveram-se valores de atividade antioxidante entre 19,30% e 58,56%, mais satisfatórios em comparação aos extratos anteriormente referidos. Após funcionalização há um aumento na atividade antioxidante em média de aproximadamente 26% em comparação aos tecidos de controlo (não funcionalizados), superior ao aumento verificado na funcionalização com extratos de folhas de urtiga (Figura 26 (a)). Dos diferentes pré-tratamentos destaca-se o optifix nos substratos de algodão e linho onde se verificam os maiores valores percentuais de atividade antioxidante, 58,56% e 34,39%, respetivamente. Após lavagem a redução na atividade antioxidante é mais evidente nos substratos sem pré-tratamento, como expectável, resultando numa redução praticamente total da percentagem de atividade antioxidante, mais concretamente de 43,02% para 5,31% no substrato de algodão, 25,75% para 3,81% para o linho e 25,32% para 2,88% no substrato de cânhamo. Verifica-se, de novo, a maior solidez à lavagem dos substratos com pré-tratamento com optifix apresentando diferenças em média de apenas 3% em comparação com o pré-tratamento com quitosano que apresenta diferenças em média de 13%. Assim, os resultados mais promissores verificam-se no substrato de algodão com pré-tratamento com optifix (58,56%) com perda de apenas 2% e no substrato de linho com pré-tratamento com optifix (34,39%) com perda de aproximadamente 7%.

No caso da funcionalização com bagaço de azeitona (Figura 26 (d)) é possível verificar que os extratos deste subproduto levam a um maior aumento percentual da atividade antioxidante em média 34% em

relação aos tecidos de controlo (não funcionalizados), quando comparado com todos os extratos analisados, apresentando valores desde 22,73% a 55,97%. Ao contrário do verificado para os substratos funcionalizados com os restantes extratos (gráficos da Figura 26 (a), (b) e (c)), os maiores valores de atividade antioxidante observaram-se nos substratos sem pré-tratamento, 55,97% no algodão, 37,41% no linho e no cânhamo. Todavia, estes substratos apresentam solidez à lavagem fraca, o que resulta na perda praticamente total dessa atividade antioxidante após submetidos ao processo de lavagem, mais especificamente, 50,66% no algodão, 31,54% no linho e 27,04% no cânhamo. Assim, ainda que os diferentes substratos pré-tratados com optifix e quitosano contenham valores percentuais de atividade antioxidante ligeiramente inferiores, apresentam vantagens na solidez após lavagem. Nos substratos de linho e cânhamo com pré-tratamento com quitosano verificou-se uma melhor solidez à lavagem, com perda de 2% e 1%, respetivamente, contudo apresentam valores percentuais de atividade antioxidante (após funcionalização) inferiores aos obtidos com os restantes pré-tratamentos. Denota-se ainda que todos os substratos com pré-tratamento com optifix, após lavagem, aumentaram a atividade antioxidante. De uma forma geral, os tecidos funcionalizados com pré-tratamento com optifix, apresentam maiores valores de atividade antioxidante após a lavagem. Esta assunção pode ser justificada pela reação entre as poliaminas alifáticas que constituem a estrutura química do optifix e o detergente não fosfatado. Mais pormenorizadamente, a interação do perborato de sódio (agente oxidante) que integra a composição do detergente não fosfatado com o optifix durante a lavagem, pode potenciar a oxidação química das poliaminas alifáticas e consequentemente promover o aumento da atividade antioxidante após lavagem (Koohsaryan *et al.*, 2020).

Os resultados indicam que todos os extratos analisados têm potencial antioxidante relevante para a funcionalização têxtil. O pré-tratamento com optifix é o mais eficaz para todos os tipos de tecido, garantindo melhores valores de atividade antioxidante percentual após funcionalização e após lavagem quando comparado aos restantes pré-tratamentos. Todavia o quitosano também apresenta resultados favoráveis. No que diz respeito ao substrato têxtil, e optando pelas alternativas à utilização do algodão, o linho destaca-se com melhores resultados após funcionalização e após lavagem.

Assim, como primeira análise, podemos concluir que todos os extratos aumentaram a atividade antioxidante dos tecidos, com destaque para os extratos de folhas de bananeira (gráfico da Figura 26 (c)) de bagaço de azeitona (gráfico da Figura 26 (d)) que apresentaram os valores mais superiores de atividade antioxidante após funcionalização. No que diz respeito à atividade antioxidante após lavagem os extratos de bagaço de azeitona, folhas de bananeira e folhas de urtiga demonstraram melhor solidez à lavagem (seguindo uma ordem decrescente) em comparação com os extratos de caules de cânhamo

que apresentaram a maior redução na capacidade antioxidante após lavagem, sugerindo menor solidez à lavagem. Em suma, o extrato de bagaço de azeitona proporcionou a maior atividade antioxidante geral, tanto antes como após a lavagem.

4.6.2. Análise colorimétrica

Após funcionalização, os substratos de algodão, linho e cânhamo preparados com os diferentes extratos hidroetanólicos, foram também submetidos a análise colorimétrica (como descrito na secção *3.2.4.3. Análise colorimétrica).* Os valores de intensidade de cor (K/S) e a diferença de cor (ΔE) encontram-se representados nos gráficos da Figura 27, Figura 28, Figura 29 e Figura 30, para os extratos hidroetanólicos de folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona, respetivamente. Os restantes dados (l*, a*, b* e respetivas imagens) encontram-se no Anexo V. A avaliação permitiu estudar afinidade inicial dos extratos aos tecidos, através da determinação dos parâmetros mencionados após funcionalização e secagem, assim como a sua solidez ao processo de lavagem e exposição à luz solar.

Relativamente aos substratos têxteis, em geral, os tecidos de algodão apresentam intensidades de cor superiores resultantes da maior afinidade tintorial que este substrato apresenta em comparação com os substratos de linho e cânhamo (Atav *et al.*, 2024). Destaca-se o pré-tratamento com optifix para todos os diferentes substratos funcionalizados, no qual se verificam valores de K/S superiores.

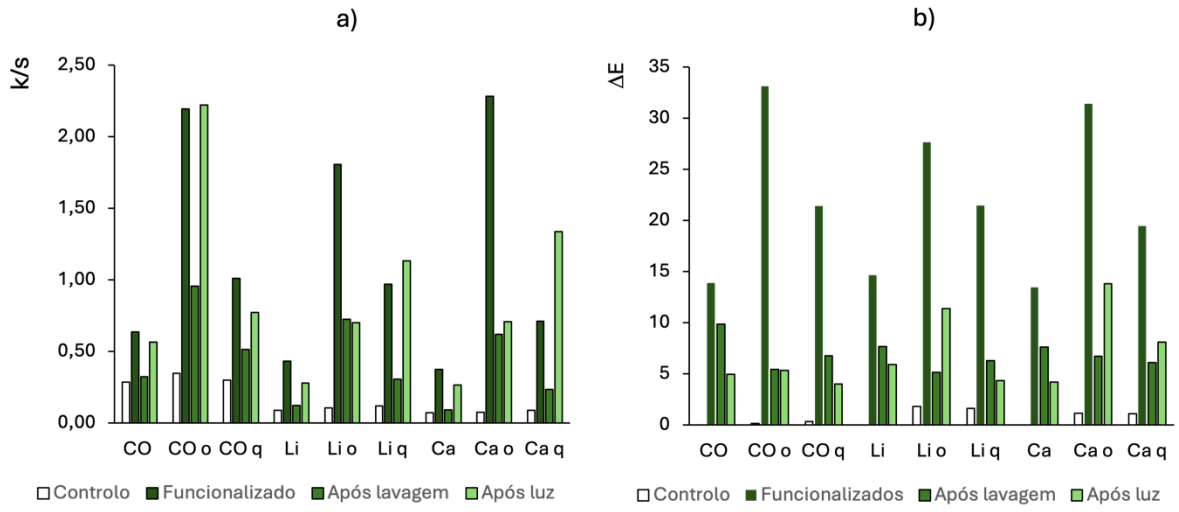


Figura 27. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de urtiga.

Os tecidos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga (Figura 27 (a)) apresentam um aumento significativo na intensidade de cor após a funcionalização, com valores de K/S entre 0,37 e 2,28, mais evidente nos substratos pré-tratados com optifix e quitosano, onde os valores de K/S são bastante superiores aos substratos não tratados. Por exemplo, no caso específico do linho, obteve-se K/S de 0,43 no substrato sem pré-tratamento, 1,81 no substrato com pré-tratamento com optifix e 0,97 no substrato com pré-tratamento com quitosano. No entanto, após o processo de lavagem, ocorre uma redução expressiva da intensidade de cor, mais acentuada no pré-tratamento com optifix, mantendo-se ainda assim valores de K/S relevantes. Após exposição à luz solar, verifica-se, no geral, uma diminuição da intensidade de cor. No entanto, no substrato de algodão com pré-tratamento com optifix, no substrato de linho com pré-tratamento com quitosano e no substrato de cânhamo com pré-tratamento com quitosano, a exposição à luz provocou um efeito contrário, isto é, aumentou os valores de K/S. Este facto pode estar relacionado com as reações químicas associadas, como por exemplo oxidação.

Os tecidos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de urtiga, Figura 27 (b), destacam-se por promoverem as maiores alterações de cor entre os materiais avaliados, com valores de ΔE muito elevados após a funcionalização, também corroborado com os elevados valores de K/S apresentados na Figura 27 (a). É de realçar ambos os pré-tratamentos onde a diferença de cor dos substratos funcionalizados em comparação aos substratos controlo (não funcionalizados) é bem mais acentuada, salientando a eficácia do pré-tratamento na fixação dos compostos nos substratos têxteis. De entre os pré-tratamentos, o optifix destaca-se pelos valores de ΔE superiores, mais concretamente, 33,09 no algodão, 27,64 no linho e 31,41 no cânhamo. Após a lavagem, verificam-se os valores mais elevados de ΔE nos substratos sem pré-tratamento expectável pela menor fixação dos compostos ao substrato em comparação ao verificado nos substratos pré-tratados. De entre os diferentes pré-tratamentos (optifix e quitosano) não se verificam diferenças consideráveis nos valores de ΔE, aproximadamente diferenças de 1,31 no algodão, 1,14 no linho e 0,62 no cânhamo, indicando que ambos conseguiram solidez à lavagem semelhante e razoável. No que diz respeito à alteração de cor após exposição à luz, é superior nos substratos com pré-tratamento com optifix, mais concretamente, 5,33 no algodão, 11,39 no linho e 13,89 no cânhamo.

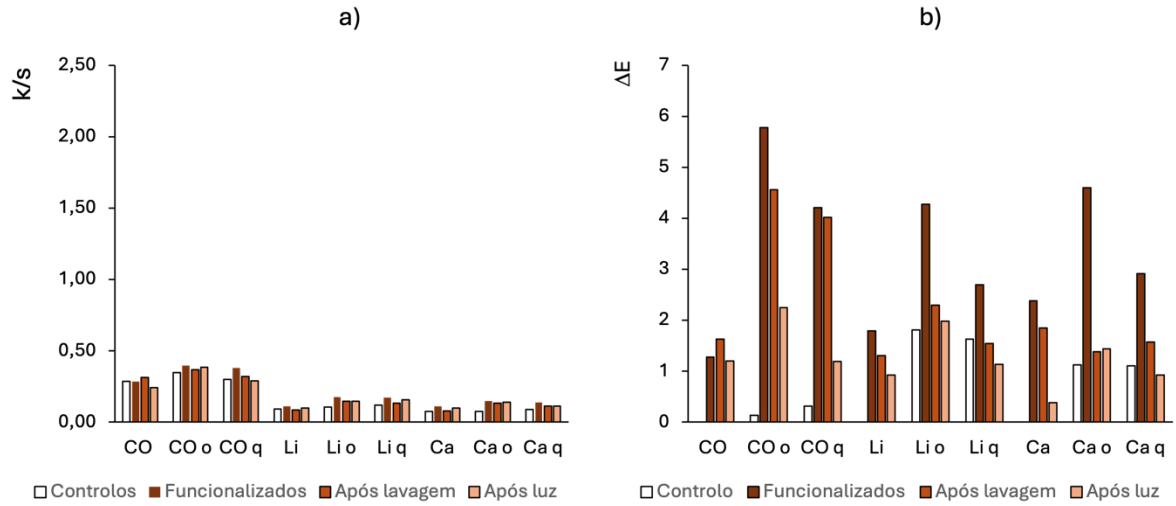


Figura 28. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de caules de cânhamo.

Na Figura 28 (a), referente aos tecidos funcionalizados com extratos de caules de cânhamo, é possível observar que os valores de K/S são bastante inferiores aos valores obtidos nos tecidos tratados com extratos de folhas de urtiga. Tal pode ser justificado pela cor característica de cada extrato (Figura 25). Após a lavagem, os valores de K/S também diminuem, mas de forma menos acentuada, possivelmente derivado da menor intensidade de cor obtida logo após funcionalização. Contudo, após exposição à luz solar, os valores permanecem estáveis, sugerindo que os extratos de caules de cânhamo possuem boa solidez à luz e apresentam menor degradação quando expostos a estas condições.

Os extratos de caules de cânhamo, Figura 28 (b), também provocam mudanças na cor dos tecidos, ainda que de forma mais moderada (resultando em valores de ΔE inferiores) em comparação com os extratos de folhas de urtiga, como verificado também aquando da análise dos valores de K/S para os substratos após funcionalização (Figura 28 (a)). Após a lavagem, a redução nos valores de ΔE é pouco acentuada, sobretudo nos substratos de linho e cânhamo com e sem pré-tratamento. Essa menor variação quantitativa e visual pode justificar-se por ao analisar cores claras, as diferenças de matiz e saturação serem menos pronunciadas em comparação com cores mais saturadas ou mais escuras (Cabral *et al.*, 2024).Após exposição à luz, não se verificam alterações de cor consideráveis, uma vez que a gama de valores de ΔE obtida foi de 0,38 a 2,25. Tal como verificado na análise dos substratos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga (Figura 27 (b)) as maiores diferenças de cor, após exposição à luz, foram observadas nos substratos pré-tratados com optifix.

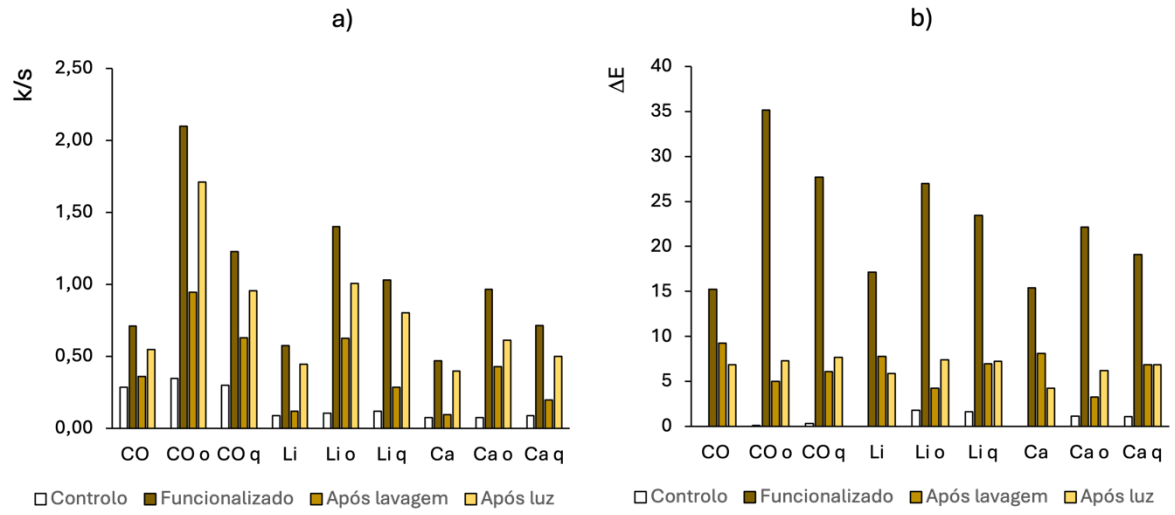


Figura 29. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de bananeira.

Os extratos de folhas de bananeira Figura 29 (a) promovem um aumento considerável na intensidade de cor dos tecidos após a funcionalização em comparação aos controlos (não funcionalizados) apresentando valores de K/S entre 0,47 e 2,10. Destaca-se maior intensidade de cor nos substratos com pré-tratamento com optifix, 2,10 no algodão, 1,40 no linho e 0,97 no cânhamo. A perda de cor após o processo de lavagem é percetível, mas inferior à observada nos tecidos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga, mais especificamente diferenças de valor de K/S (funcionalizado em comparação com o lavado) nos intervalos de 0,35 a 1,15 e de 0,28 a 1,67, respetivamente. Após a exposição à luz solar, os valores de K/S diminuem para todas as condições, indicando uma degradação dos compostos e consequente menor solidez.

No caso do tecidos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de folhas de bananeira Figura 29 (b) é possível verificar valores de ΔE bastante elevados após funcionalização, semelhantes quando comparados com os extratos de folhas de urtiga (Figura 27 (b)), resultantes da cor mais intensa respetiva a estes extratos (Figura 25). Após a lavagem, há uma redução nos valores de ΔE, mais evidenciada nos substratos com pré-tratamento com optifix, onde se verificam os valores mais baixos, como verificado para os substratos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga (Figura 27 (b)). Os maiores valores de ΔE (maior diferença de cor) observam-se nos substratos sem pré-tratamento, indicando menor solidez à lavagem, 9,26 no algodão, 7,81 no linho e 8,11 no cânhamo. A maior solidez à lavagem observa-se nos substratos pré-tratados com optifix, com os valores mais baixos de ΔE, 4,99 no algodão, 4,22 no linho e 3,26 no cânhamo, mais especificamente. Após exposição à luz, ocorre uma diminuição na

diferença de cor, sendo esta mais evidente nos substratos sem pré-tratamento, 6,88 no algodão, 5,89 no linho e 4,24 no cânhamo.

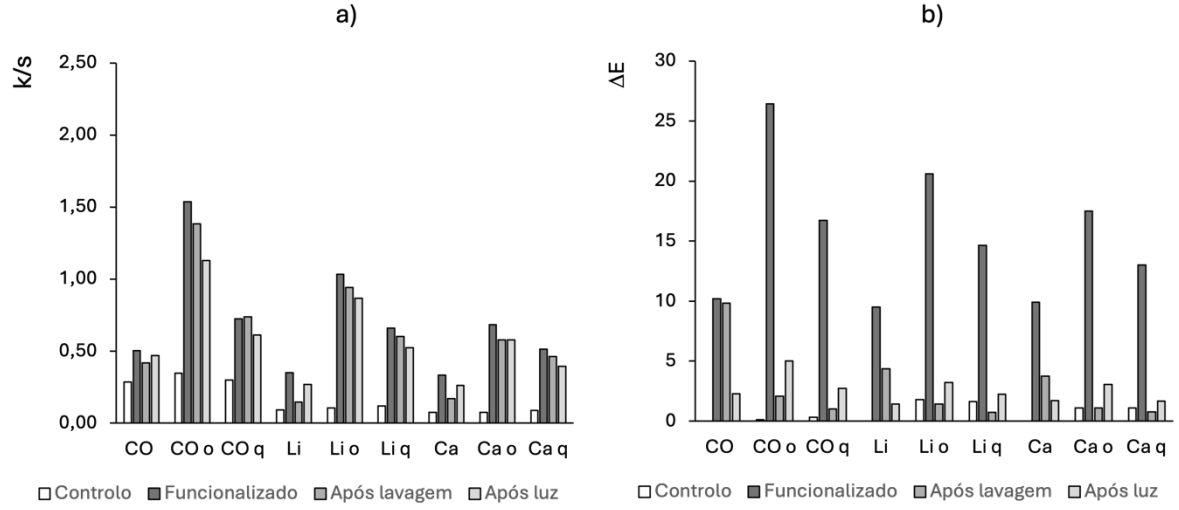


Figura 30. Valores de K/S (a) e ΔE (b) dos substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona.

Os tecidos funcionalizados com extratos de bagaço de azeitona, Figura 30 (a), revelam um aumento significativo na intensidade de cor, com valores de K/S entre 0,33 e 1,54, todavia inferior ao aumento verificado com os extratos de folhas de urtiga e folhas de bananeira. Os valores mais elevados de K/S obtiveram-se nos substratos pré-tratados com optifix, mais concretamente, 1,54 no algodão, 1,03 no linho e 0,68 no cânhamo. Este comportamento é similar ao observado com os extratos anteriormente analisados (Figura 27 (a), Figura 28 (a) e Figura 29 (a)). No entanto, ao contrário dos substratos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga e folhas de bananeira, os valores de K/S dos substratos funcionalizados com extratos de bagaço de azeitona após a lavagem permanecem elevados, com a diferença máxima verificada de 0,20 unidades, indicando uma boa solidez à lavagem. Além disso, após a exposição à luz solar, os valores mantêm-se elevados, demonstrando uma solidez superior aos substratos funcionalizados com extratos de folhas de urtiga e bananeira, mas ligeiramente inferior à dos extratos de cânhamo.

Os tecidos funcionalizados com extratos de bagaço de azeitona, gráfico da Figura 30 (b), apresentam valores de ΔE elevados após funcionalização, em média de 15,39, mas inferiores aos obtidos nos substratos funcionalizados com folhas de urtiga e bananeira, 21,82 e 22,48, respetivamente, também corroborado com a análise dos valores de K/S apresentados na Figura 30 (a). Após a lavagem, não se observam diferenças de cor consideráveis, isto é, os valores de ΔE são baixos, especialmente nos

substratos pré-tratados com quitosano onde a máxima diferença obtida foi de 1,02 no substrato de algodão e também nos substratos com pré-tratamento com optifix, com a diferença máxima verificada de 2,07. No que diz respeito à exposição à luz as diferenças de cor ainda foram menos evidentes, valores de ΔE ainda mais baixos. Todavia, contrastando com o observado nos substratos funcionalizados com extratos de folhas de bananeira (Figura 29 (b)) onde as menores diferenças se verificaram nos substratos com pré-tratamento com optifix (valores de ΔE inferiores), na presente análise foi onde se verificaram as maiores diferenças de cor (valores de ΔE superiores) mais concretamente, 5,01 no algodão, 3,24 no linho e 3,08 no cânhamo. Ainda assim este pré-tratamento é mais promissor pois combina a maior intensidade e diferença de cor (valores mais elevados de K/S e ΔE) após funcionalização, mantendo-se razoável após lavagem e exposição solar, indicando boa solidez à lavagem e à luz. Estes fatores destacam-se nos substratos linho e cânhamo.

Em suma, o substrato e pré-tratamento mais promissores é o linho com pré-tratamento com optifix. Já nos extratos, as folhas de urtiga e de bananeira são os que promovem as mudanças mais intensas de cor nos tecidos após a funcionalização, embora o bagaço de azeitona apresente maior solidez à lavagem e à luz. Os extratos de cânhamo, apesar de menos intensos em termos de alteração de cor, destacam-se pela solidez superior, especialmente à exposição à luz solar. Assim, a escolha do extrato ideal dependerá do balanço desejado entre intensidade inicial de cor e solidez à lavagem e exposição à luz, sendo, neste caso, o bagaço de azeitona, o mais promissor nesse equilíbrio.

4.6.3. Atividade antibacteriana

Os ensaios antibacterianos foram realizados apenas para os substratos funcionalizados com extratos hidroetanólicos dos subprodutos mais promissores no que diz respeito à sua atividade antioxidante, folha de bananeira e bagaço de azeitona.

Considerando que neste ensaio a concentração inicial é de $1 \times 10^7\ \mathrm{UFC\ mL^{-1}}$ e é realizada uma diluição 100 vezes quando a lavagem do microrganismo após o período de inoculação na amostra, só é possível confirmar, no máximo, uma redução logarítmica de quatro.

Para a espécie *S. aureus* os resultados encontram-se apresentados no gráfico da Figura 31 (a) e (b).

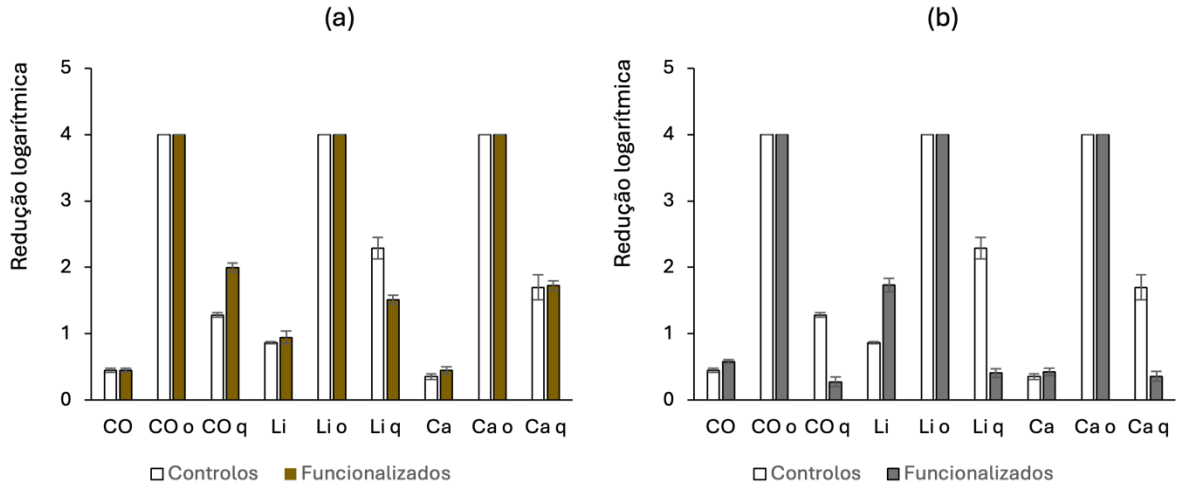


Figura 31. Atividade antibacteriana dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com (a) extratos hidroetanólicos de folha de bananeira e (b) extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona contra a espécie *S. aureus.*

Através da análise do gráfico da Figura 31 é logo de realçar a maior redução logarítmica presente em todos os substratos pré-tratados com optifix com e sem funcionalização, tanto com extratos de folha de bananeira Figura 31 (a) como com extratos de bagaço de azeitona Figura 31 (b), o que sugere que a capacidade de redução antibacteriana se deve essencialmente à presença do optifix. O optifix é uma poliamina alifática em solução aquosa (Archroma, 2013), constituído essencialmente por átomos de carbono e grupos amina. Vários estudos reportam a atividade antibacteriana das poliaminas alifáticas especialmente contra espécies Gram-positivas, mais suscetíveis à ação antibacteriana das mesmas (Bachrach & Weinstein, 1970; Culler *et al.*, 1979). Bachrach & Weinstein (1970) referem que esse papel de inibição de crescimento bacteriano está associado ao número de grupos amina e ao comprimento das cadeias alifáticas. Aliado a tudo isto está também relacionado o fator catiónico do optifx. Prevê-se que a interação eletrostática entre as cargas positivamente carregadas e as membranas celulares carregadas negativamente seja responsável pela lise celular e assumida como o principal mecanismo antibacteriano (Goy *et al.*, 2016). Posteriormente aos substratos com pré-tratamento com optifix destacam-se os substratos com pré-tratamento com quitosano, também justificável pela sua carga catiónica e consequente efeito antibacteriano, apresentando reduções logarítmicas entre 1 e 3, correspondente a um descontaminante fraco a forte (Tabela 13).

No entanto existem diferenças entre a funcionalização com os extratos hidroetanólicos de folhas de bananeira (Figura 31 (a)) e os extratos hidroetanólicos do bagaço de azeitona (Figura 31 (b)). No caso dos extratos das folhas de bananeira a redução logarítmica geralmente aumenta com a funcionalização,

indicando maior atividade antibacteriana com a presença dos compostos deste subproduto. À exceção dos substratos pré-tratados com optifix, os melhores resultados de atividade antibacteriana obtiveram-se nos substratos de algodão, linho e cânhamo com pré-tratamento com quitosano com e sem funcionalização (controlos). Mais concretamente, valores de redução logarítmica de 2,00±0,07 no algodão, 1,51±0,06 no linho e 1,73±0,07 no cânhamo, funcionalizados e 1,28±0,04 no algodão, 2,29±0,16 no linho e 1,70±0,19 no cânhamo, controlos.

No que diz respeito aos extratos de bagaço de azeitona, gráfico da Figura 31 (b), verifica-se, após funcionalização, uma diminuição da redução logarítmica em relação aos controlos nos substratos com pré-tratamento com quitosano, podendo indicar que a cationização não favorece a ligação dos compostos do bagaço de azeitona ao substrato têxtil, cria complexos entre os fenóis e os compostos catiónicos e/ou interfere na interação de alguns compostos de interesse, corroborado com a análise do gráfico da Figura 26 (d), em que a maior atividade antioxidante se verificou nos substratos sem pré-tratamento. De entre os substratos sem pré-tratamento destaca-se o linho com uma redução logarítmica de 1,73±0,21, correspondendo a um descontaminante fraco (Tabela 13). Ainda assim, verificam-se melhores reduções logarítmicas nos substratos controlo com pré-tratamento com quitosano, 2,29±0,16 no linho e 1,70±0,19 no cânhamo. Estes resultados sugerem que a capacidade antibacteriana obtida não provém dos compostos do bagaço de azeitona, mas dos pré-tratamentos tanto com quitosano como optifix, à exceção do supramencionado, substrato de linho funcionalizado (sem pré-tratamento).

Em suma, pode concluir se que a atividade antibacteriana dos substratos funcionalizados com extratos de folhas de bananeira é superior aos funcionalizados com extratos de bagaço de azeitona, para a espécie *S. aureus*. Para além disso, o substrato de linho com pré-tratamento com quitosano destaca-se pela redução logarítmica 2,29±0,16 correspondente a um descontaminante forte (Tabela 13).

Para a espécie *P. aeruginosa* os resultados encontram-se representados no gráfico da Figura 32 (a) e (b).

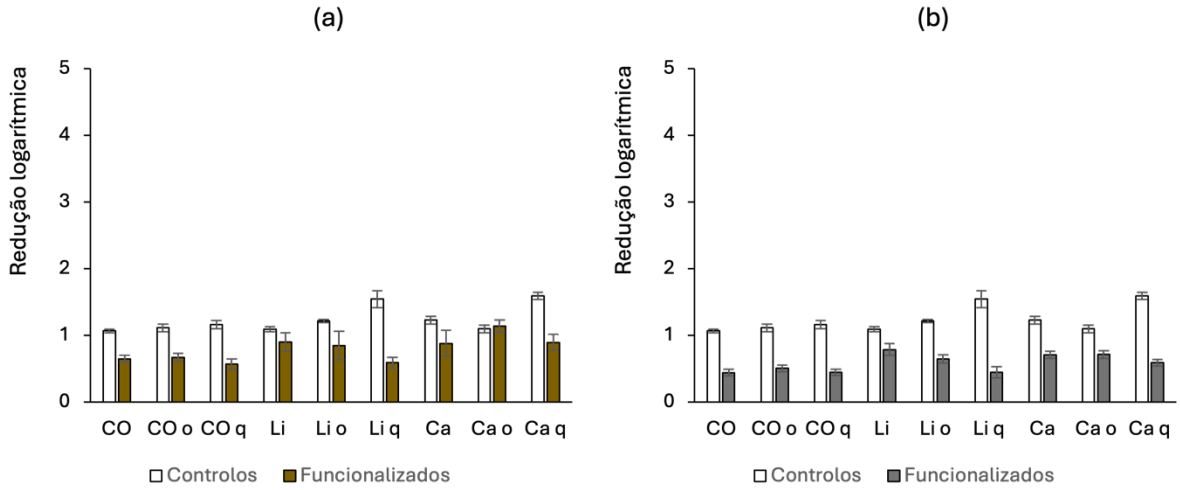


Figura 32. Atividade antibacteriana dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com (a) extratos hidroetanólicos de folha de bananeira e (b) extratos hidroetanólicos de bagaço de azeitona contra a espécie *P. aeruginosa.*

Primeiramente, é possível verificar que o máximo valor verificado de redução logarítmica foi de aproximadamente 2, que corresponde a 99% de redução bacteriana, isto é, uma atividade bacteriana fraca a média (Tabela 13). Pode também concluir-se que todos os substratos funcionalizados obtiveram atividade antibacteriana fraca, correspondente à redução logarítmica máxima de 1. Este comportamento pode justificar-se pelo facto de as *P. aeruginosa* serem bactérias Gram-negativas com preferência a proliferar em ambientes húmidos (Venkataraman *et al.*, 2023). Assim, em contextos onde é possível a desidratação, esta bactéria torna-se menos resistente.

No presente trabalho, a funcionalização com os extratos tanto de folhas de bananeira (gráfico da Figura 32 (a)) como de bagaço de azeitona (gráfico da Figura 32 (b)) podem ter tornado o substrato têxtil mais húmido em comparação com os substratos controlo (sem funcionalização) protegendo a bactéria dessa desidratação, favorecendo o seu crescimento, daí apresentarem valores de redução logarítmica inferiores aos tecidos controlo, aproximadamente em média diminuições de 66% nos substratos funcionalizados com extratos de folhas de bananeira e 49% nos substratos funcionalizados com bagaço de azeitona.

No que diz respeito aos pré-tratamentos, o quitosano destaca-se. Bactérias Gram-positivas e Gram-negativas exibem diferenças na estrutura da parede celular, nas quais as primeiras apresentam paredes celulares mais espessas e compostas por peptidoglicanos e as últimas são enriquecidas em lipopolissacarídeos (LPS), que levam a suscetibilidades distintas. Isto é, paredes celulares mais espessas

com peptidoglicanos (Gram-positivas) dificultam a penetração na membrana extracelular. Alguns estudos sugerem que as bactérias Gram-negativas são mais suscetíveis ao quitosano do que as bactérias Gram-positivas, dado que apresentam uma carga mais negativa devido ao LPS estar frequemente ligado a grupos fosforilados, dificultando a ligação direta do quitosano à membrana extracelular (Ke *et al.*, 2021). Superfícies celulares mais carregadas negativamente permitem a ligação do quitosano aos fosfolípidos, podendo assim quebrar a membrana e matar ou impedir a colonização da bactéria (Goy *et al.*, 2016; Ke *et al.*, 2021). Este fator catiónico do quitosano atua como principal mecanismo antibacteriano. Não se verificam diferenças consideráveis entre os diferentes pré-tratamentos, dado que compreendem intervalos de valores de redução logarítmica similares. Sem pré-tratamento [0,44±0,05;1,22±0,06], pré-tratamento com optifix [0,50±0,05;1,21±0,02] e pré-tratamento com quitosano [0,44±0,05;1,59±0,05]. Ainda assim, é possível destacar os substratos de linho e cânhamo com pré-tratamento com quitosano que apresentam uma redução logarítmica de 1,54±0,13 e 1,59±0,05, respetivamente, correspondendo a descontaminantes fracos (Tabela 13).

Em suma, não é possível afirmar a atividade antibacteriana dos compostos dos diferentes subprodutos contra a espécie *P. aeruginosa*.

4.6.4. Teste flamabilidade

Inicialmente, os três subprodutos supramencionados – mordenite, *halloysite* e TCP – foram aplicados em diferentes substratos têxteis cationizados com optifix e quitosano, ou sem pré-cationização. Os resultados dos ensaios de retardância à chama estão apresentados na seguinte Figura 33.

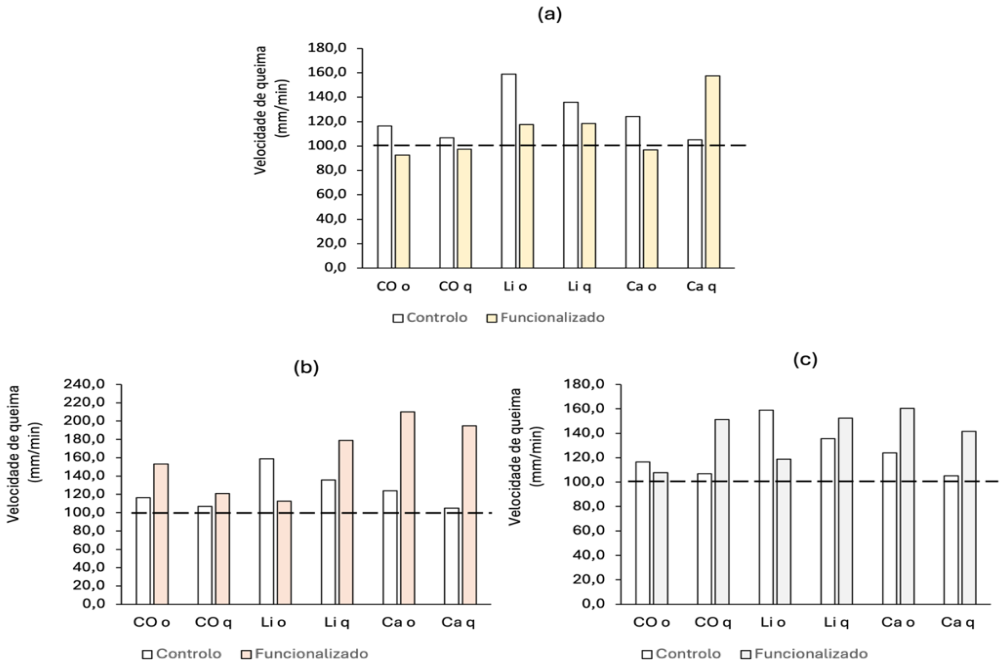


Figura 33. Teste Flamabilidade dos substratos de algodão, linho e cânhamo cationizados funcionalizados com (a) mordenite; (b) *halloysite* e (c) TCP.

Podemos verificar, através da análise dos gráficos da Figura 33 (b) e (c), que com os substratos funcionalizados com os subprodutos *halloysite* e TCP não foi possível obter valores de velocidade de queima inferiores a 100 $mm.\min^{-1}$. Este valor, segundo a norma (ISO 3795), é o limite indicativo da propriedade de retardância à chama. Uma possível justificação para estes resultados é o facto de estes subprodutos serem difíceis de dispersar em fase aquosa, impossibilitando a sua homogeneização, essencial para garantir uma distribuição uniforme nos substratos durante o processo de funcionalização. Como consequência, a aplicação efetiva desses subprodutos é comprometida, tendo impacto no desempenho da propriedade em estudo. A aplicação da mordenite e da *halloysite* em substratos cationizados não promoveu resultados satisfatórios o que pode indicar uma baixa afinidade destes subprodutos para os substratos. Esta baixa afinidade provavelmente decorre da natureza catiónica adquirida por ambos os substratos após o pré-tratamento, resultando numa interação limitada com os subprodutos em estudo.

A funcionalização com mordenite apresentou resultados mais promissores, com valores inferiores a 100 $mm.\min^{-1}$ nas condições com pré-tratamento com optifix no substrato de algodão e cânhamo e no pré-tratamento com quitosano no substrato de algodão, o que motivou o foco sob a funcionalização da mesma em maior escala de modo a validar a reprodutibilidade do ensaio e confirmar o potencial da mordenite com agente retardante de chama. Assim, procedeu-se à produção de novas amostras

incluindo também a aplicação da suspensão de mordenite nos substratos de algodão, linho e cânhamo sem pré-tratamento. Os resultados estão apresentados no gráfico da Figura 34.

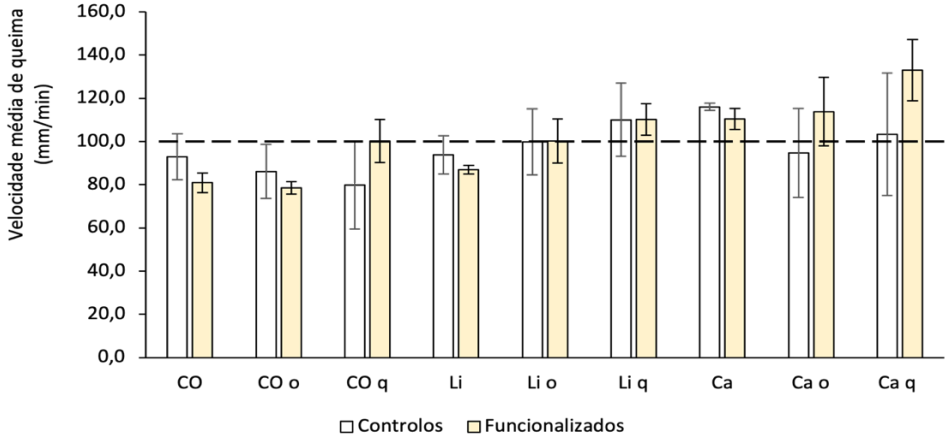


Figura 34. Teste flamabilidade dos substratos de algodão, linho e cânhamo cationizados funcionalizados com mordenite.

O comportamento perante a chama dos diversos substratos têxteis, é influenciado por muitos fatores entre os quais o tipo de fibra e as características da estrutura têxtil. A título de exemplo, um tecido com uma superfície pilosa ou cujo debuxo tenha relevo, seja poroso ou tenha uma baixa densidade de construção, tem tendência a arder com maior facilidade que um tecido sem pilosidade, liso e com uma elevada densidade estrutural. A velocidade de queima é também inversamente proporcional à massa por unidade de área (g/ m^2) do tecido, isto é, os tecidos pesados e densos ardem mais lentamente (Nazaré & Horrocks, 2008).

No presente trabalho os substratos de algodão, linho e cânhamo apresentam massa por unidade área (g/ m^2) diferentes (como referido na Tabela 3) 224 g/ m^2 para o de algodão, 182 g/ m^2para o de linho e 157 g/ m^2 para o de cânhamo. Assim, por ordem decrescente de velocidade de queima estaria o substrato de cânhamo>linho>algodão, o que se verifica nos resultados obtidos no gráfico da Figura 34.

Através da análise do gráfico da Figura 34 é possível verificar que, tal como mencionado acima para a *halloysite*, a cationização não favoreceu a ligação da mordenite ao substrato, mas pelo contrário prejudicou pelo facto de a mordenite ser catiónica (Pénélope *et al.*, 2022). Conclui-se assim que a mordenite aplicada nos substratos de algodão, linho e cânhamo sem pré-tratamento apresenta melhores resultados. Entre os diferentes substratos destaca-se o algodão e o linho com valores de velocidade média de queima inferiores a 100 $\mathrm{mm.min}^{-1}$ como pretendido e indicado na norma usada (ISO 3795).

Os valores obtidos foram 80,9±4,57 e 86,9±2,06 $mm.\min^{-1}$ para o algodão e para o linho, respetivamente, sem diferenças significativas entre ambos (Anexo VI). Assim, qualquer um destes substratos funcionalizados com a mordenite seriam promissores.

5. Conclusões

O presente trabalho teve como principal objetivo desenvolver produtos demonstradores de têxteis funcionais, recorrendo a fibras lignocelulósicas, algodão, linho e cânhamo, devido ao seu carácter mais sustentável. Para o processo de funcionalização, adotaram-se alternativas sustentáveis, que permitam conferir propriedades adicionais, como atividade antibacteriana, antioxidante, e retardância à chama. Na promoção das propriedades antioxidante e antibacteriana, utilizaram-se extratos hidroetanólicos de folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona. No caso da retardância à chama foram utilizados minerais (mordenite e *halloysite*) e um subproduto da indústria alimentar (fosfato tricálcico (TCP)). Conseguiu-se quer na obtenção dos compostos bioativos como nas respetivas propriedades e funcionalização, a utilização de métodos sustentáveis e o compromisso com a circularidade, alcançando-se resultados promissores para ambos os acabamentos.

Primeiramente, no que diz respeito às extrações hidroetanólicas dos subprodutos em estudo, o bagaço de azeitona, as folhas de urtiga e as folhas de bananeira destacaram-se pelo maior teor fenólico e atividade antioxidante, revelando-se fontes promissoras de compostos bioativos. O processo de extração em estudo demonstrou ser vantajoso pela menor concentração de etanol e obtenção de teores fenólicos superiores, em comparação com outros estudos. Definiu-se a condição ótima de 10% (v/v) de EtOH e 3% (m/v) de biomassa.

A análise DoE não conseguiu obter modelos com significância estatística adequada para os modelos das respostas, todavia permitiu concluir que o pré-tratamento com plasma não acarretou benefícios evidentes, pelo que a otimização do processo foi efetuada sem pré-tratamento plasmático e recorrendo à análise dos gráficos. Manteve-se então a condição ótima de extração 3% (m/v) de concentração de biomassa e 10% (v/v) de concentração de etanol e procedeu-se à funcionalização dos substratos têxteis com os subprodutos em estudo (folhas de urtiga, caules de cânhamo, folhas de bananeira e bagaço de azeitona).

Após o processo de funcionalização, os substratos têxteis foram submetidos a uma série de caracterizações para avaliar as suas propriedades, incluindo atividade antioxidante, análise colorimétrica, atividade antibacteriana e comportamento à retardância à chama.

Concluiu-se que todos os extratos aumentaram a atividade antioxidante dos tecidos, com destaque para o extrato de folhas de bananeira e de bagaço de azeitona cuja funcionalização promoveu valores de atividade antioxidante percentuais superiores aos restantes extratos. Após lavagem, os extratos de bagaço de azeitona, folhas de bananeira e folhas de urtiga demonstraram melhor solidez à lavagem (seguindo

uma ordem decrescente) em comparação com os extratos de caules de cânhamo que apresentaram a maior redução na capacidade antioxidante após lavagem, sugerindo menor solidez à lavagem. Em suma, o extrato de bagaço de azeitona proporcionou a maior atividade antioxidante geral, tanto antes como após a lavagem.

Relativamente à análise colorimétrica os extratos de folhas de urtiga e de bananeira apresentaram maior intensidade de cor e promoveram consequentemente maior alteração de cor após funcionalização, embora o extrato de bagaço de azeitona apresente maior solidez à lavagem e à luz.

No que diz respeito ao substrato têxtil e optando pelas alternativas à utilização do algodão, o linho destaca-se com melhores resultados após funcionalização e após lavagem. O pré-tratamento com optifix surge como o mais eficaz para todos os tecidos, excetuando os funcionalizados com bagaço de azeitona, garantindo melhores resultados após funcionalização e após lavagem.

No que concerne à atividade antibacteriana dos substratos funcionalizados com extratos de folhas de bananeira e de bagaço de azeitona não se verificou atividade antibacteriana para a espécie *P. aeruginosa* (Gram-negativa), onde os valores de redução logarítmica foram inferiores aos tecidos controlo (sem funcionalização), aproximadamente em média diminuições de 66% nos substratos funcionalizados com folhas de bananeira e 49% nos substratos funcionalizados com bagaço de azeitona. Para a espécie *S. aureus* (Gram-positiva), observaram-se diferenças entre os extratos analisados, destacando-se o pré-tratamento com optifix que demonstrou promover a maior atividade antibacteriana em ambos, encobrindo a atividade dos extratos. No caso dos extratos de folhas de bananeira a redução logarítmica geralmente aumentou com a funcionalização enquanto nos extratos de bagaço de azeitona se verificou uma diminuição em relação aos controlos nos substratos com pré-tratamento com quitosano. Em suma, pode concluir se que a atividade antibacteriana dos substratos funcionalizados com extratos de folhas de bananeira é superior aos funcionalizados com extratos de bagaço de azeitona, para a espécie *S. aureus*. Para além disso, o substrato de linho com pré-tratamento com quitosano destaca-se pela redução logarítmica 2,29±0,16 correspondente a um descontaminante forte para a espécie *S. aureus* e de 1,54±0,13 correspondente a um descontaminante fraco para a espécie *P. aeruginosa.*

No que diz respeito à propriedade de retardância à chama, concluiu-se primeiramente que com os subprodutos *halloysite* e TCP não foi possível obter valores de velocidade de queima inferiores a 100 $mm.\min^{-1}$, valor que segundo a norma (ISO 3795), é limite indicativo da retardância à chama. A aplicação da mordenite e da *halloysite* em substratos cationizados não promoveu resultados satisfatórios o que pode indicar uma baixa afinidade destes subprodutos para os substratos. A mordenite aplicada nos substratos de algodão, linho e cânhamo sem pré-tratamento apresentou os melhores resultados.

Entre os diferentes substratos destaca-se o algodão e o linho com valores de velocidade média de queima inferiores a 100 $mm.\min^{-1}$como pretendido. Os valores obtidos foram 80,9±4,57 $mm.\min^{-1}$e 86,9±2,06 $mm.\min^{-1}$ para o algodão e para o linho, respetivamente, sem diferenças significativas entre ambos (Anexo VI). Assim, qualquer um destes substratos funcionalizados com a mordenite seriam promissores.

O presente trabalho demonstrou por isso a possibilidade de funcionalização sustentável, eficaz, de substratos lignocelulósicos tanto em propriedades antibacterianas como de retardância à chama. Os resultados obtidos comprovam ainda o potencial de utilização de subprodutos agroindustriais e minerais como alternativas sustentáveis para a funcionalização de substratos têxteis, alinhando-se com os objetivos da economia circular e práticas ecológicas no setor.

6. Perspetivas futuras

Como perspetivas futuras salientam-se as 5 vertentes:

a) **Caracterização dos têxteis funcionalizados:** Avaliação da atividade antioxidante após exposição à luz solar de modo a avaliar a integridade dos compostos bioativos após este processo.
b) **Análise Antimicrobiana:** Estudo mais intensivo sobre a interação dos compostos bioativos dos extratos analisados e as bactérias em estudo bem como outras estirpes de interesse; realização de ensaios sobre os substratos e condições mais pertinentes, na sua capacidade de minimizar a propagação de outro tipo de microrganismos, como vírus, fungos, etc...; ensaios sobre todos os extratos e substratos funcionalizados e ensaios de citoxicidade.
c) **Exploração de novas técnicas de extração das biomoléculas de interesse:** Experimentar a utilização de técnicas de auxílio, como ultrassons, sistemas de pressão, ou ainda de outro tipo de solventes mais eficazes, se for caso, ou de extrações verdes (por exemplo enzimas).
d) **Diferentes técnicas de aplicação:** Utilização de técnicas alternativas à impregnação, como revestimento, esgotamento, que possam ajudar a combater alguns preparações ou a reter a sua propriedade por mais tempo.
e) **Retardância à chama:** Melhoria da suspensão ou preparação de emulsões otimizadas; otimizar os métodos de preparação e dispersão dos subprodutos para melhorar sua eficácia em aplicações práticas de retardância à chama.

Bibliografia

Adobe Stock. (2024). *Imagens de Animal Bone*. https://stock.adobe.com/pt/search?k=animal+bone&asset_id=337219007

Agriterra. (2022). *Olivais italianos em situação crítica*. https://www.agriterra.pt/Artigos/394572-Olivais-italianos-em-situacao-critica.html

Albuquerque, B. R., Heleno, S. A. 8., Oliveira, M. B. P. P., Barros, L., & Ferreira, I. C. F. R. (2021). Phenolic compounds: Current industrial applications, limitations and future challenges. *Food and Function*, *12*(1), 14–29. https://doi.org/10.1039/d0fo02324h

Aloo, S. O., Kwame, F. O., & Oh, D. H. (2023). Identification of possible bioactive compounds and a comparative study on in vitro biological properties of whole hemp seed and stem. *Food Bioscience*, *51*, 1–9. https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102329

An, L. X., Hao, X. M., Wang, J. M., Han, L., & Yang, Y. (2013). Study on anti - Bacterial activity of extractive fractions of hemp stalk. *Advanced Materials Research*, *821–822*, 1039–1042. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.821-822.1039

Andre, C. M., Hausman, J. F., & Guerriero, G. (2016). *Cannabis sativa*: The plant of the thousand and one molecules. *Frontiers in Plant Science*, *7*(19), 1–17. https://doi.org/10.3389/FPLS.2016.00019/FULL

Arancibia-Miranda, N., Baltazar, S. E., García, A., Muñoz-Lira, D., Sepúlveda, P., Rubio, M. A., & Altbir, D. (2016). Nanoscale zero valent supported by Zeolite and Montmorillonite: Template effect of the removal of lead ion from an aqueous solution. *Journal of Hazardous Materials*, *301*, 371–380. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.09.007

Archroma. (2013). *Technical Information Optifix® E50 liquid*. www.textiles.archroma.com

Atav, R., Dilden, D. B., Keskin, S., & Ergünay, U. (2024). Investigation of the dyeability and various performance properties of fabrics produced from flax and hemp fibres and their blends with cotton in comparison with cotton. *Coloration Technology*, *140*(3), 440–450. https://doi.org/10.1111/cote.12720

Avilés-Monreal, R., Borbón-Nuñez, H. A., Farías, M. H., & Castillón-Barraza, F. (2023). Photocatalytic activity of Fe3O4–Fe2O3 particles supported on mordenite under visible light exposure for methylene blue degradation. *SN Applied Sciences*, *5*(12). https://doi.org/10.1007/s42452-023-05611-5

Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M. H. A., Ghafoor, K., Norulaini, N. A. N., & Omar, A. K. M. (2013). Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, *117*(4), 426–436. https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014

Bachrach, U., & Weinstein, A. (1970). Effect of Aliphatic Polyamines on Growth and Macromolecular Syntheses in Bacteria. *Journal of General Microbiology*, *60*(2), 159–165. https://doi.org/10.1099/00221287-60-2-159

Balakrishnan, S., Wickramasinghe, G., & Wijayapala, U. S. (2019). Investigation on improving banana fiber fineness for textile application. *Textile Research Journal*, *89*(21–22), 4398–4409. https://doi.org/10.1177/0040517519835758

Bellucci, D., Sola, A., & Cannillo, V. (2016). Hydroxyapatite and tricalcium phosphate composites with bioactive glass as second phase: State of the art and current applications. *Journal of Biomedical Materials Research - Part A*, *104*(4), 1030–1056. https://doi.org/10.1002/jbm.a.35619

Benning, L. G., Wilkin, R. T., & Barnes, H. L. (2000). Solubility and stability of zeolites in aqueous solution: II. Calcic clinoptilolite and mordenite. *American Mineralogist*, *85*, 495–508.

Bevilacqua, M., Ciarapica, F. E., Mazzuto, G., & Paciarotti, C. (2014). Environmental analysis of a cotton yarn supply Chain. *Journal of Cleaner Production*, *82*, 154–165. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.06.082

Brindha, R., Narayana, C. K., Vijayalakshmi, V., & Nachane, R. P. (2019). Effect of different retting processes on yield and quality of banana pseudostem fiber. *Journal of Natural Fibers*, *16*(1), 58–67. https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1401505

Britannica. (2024). *Mordenite | Silicate, Zeolite, Hydrated*. https://www.britannica.com/science/mordenite

Cabral, I., Schuch, A., & Steffens, F. (2024). Color Biomimetics in Textile Design: Reproduction of Natural Plant Colors through Instrumental Colorant Formulation. *Journal of Imaging*, *10*(7). https://doi.org/10.3390/jimaging10070150

Camachem. (2024). *Tricalcium Phosphate*. https://camachem.com/en/tricalcium-phosphate.html

Chiller, K., Selkin, B. A., & Murakawa23, G. J. (2001). Skin Microflora and Bacterial Infections of the Skin. *Journal of Investigative Dermatology Symposium Proceedings*, *6*, 170–174.

CITEVE. (2024). *Sobre o CITEVE*. https://www.citeve.pt/citeve/confianca#Sobre

Culler, M. D., Bitman, J., Thompson, M. J., Robbins, W. E., & Dutky, S. R. (1979). Mastitis: I. In Vitro Antimicrobial Activity of Alkyl Amines Against Mastitic Bacteria. *Journal of Dairy Science*, *62*(4), 584–595. https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(79)83294-4

Czemplik, M., Korzun-Chłopicka, U., Szatkowski, M., Działo, M., Szopa, J., & Kulma, A. (2017). Optimization of Phenolic Compounds Extraction from Flax Shives and Their Effect on Human Fibroblasts. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, *2017*, 1–15. https://doi.org/10.1155/2017/3526392

De Bruno, A., Romeo, R., Fedele, F. L., Sicari, A., Piscopo, A., & Poiana, M. (2018). Antioxidant activity shown by olive pomace extracts. *Journal of Environmental Science and Health - Part B Pesticides, Food Contaminants, and Agricultural Wastes*, *53*(8), 526–533. https://doi.org/10.1080/03601234.2018.1462928

De Vico, G., Guida, V., & Carella, F. (2018). *Urtica dioica* (stinging nettle): A neglected plant with emerging growth promoter/immunostimulant properties for farmed fish. *Frontiers in Physiology*, *9*, 1–5. https://doi.org/10.3389/FPHYS.2018.00285/FULL

Demir, H., Arkiş, E., Balköse, D., & Ülkü, S. (2005). Synergistic effect of natural zeolites on flame retardant additives. *Polymer Degradation and Stability*, *89*(3), 478–483. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.01.028

Drais, M. I., Pannucci, E., Caracciolo, R., Bernini, R., Romani, A., Santi, L., & Varvaro, L. (2021). Antifungal activity of hydroxytyrosol enriched extracts from olive mill waste against *Verticillium dahliae*, the cause of Verticillium wilt of olive. *Phytopathologia Mediterranea*, *60*(1), 139–147. https://doi.org/10.36253/phyto-12019

El-Naggar, M. E., Shaarawy, S., & Hebeish, A. A. (2018). Multifunctional properties of cotton fabrics coated with in situ synthesis of zinc oxide nanoparticles capped with date seed extract. *Carbohydrate Polymers*, *181*, 307–316. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.10.074

European Comission. (2003). *Updated opinion and report on the safety of Dicalcium Phosphate (DCP) and Tricalcium Phosphate (TCP) from bovine bones, used as an animal feed additive or as fertiliser*.

European Comission. (2024). *Waste Framework Directive*. https://environment.ec.europa.eu/topics/waste-and-recycling/waste-framework-directive_en#ref-2023-amendment-to-the-waste-framework-directive

European Environment Agency. (2024). *Textiles*. https://www.eea.europa.eu/en/topics/in-depth/textiles

European Parliament. (2024). *The impact of textile production and waste on the environment (infographics)*.

https://www.europarl.europa.eu/news/en/headlines/society/20201208STO93327/the-impact-of-textile-production-and-waste-on-the-environment-infographics

Fathordoobady, F., Singh, A., Kitts, D. D., & Pratap Singh, A. (2019). Hemp (*Cannabis Sativa* L.) Extract: Anti-Microbial Properties, Methods of Extraction, and Potential Oral Delivery. *Food Reviews International*, *35*(7), 664–684. https://doi.org/10.1080/87559129.2019.1600539

Fernández, M. de los Á., Espino, M., Gomez, F. J. V., & Silva, M. F. (2018). Novel approaches mediated by tailor-made green solvents for the extraction of phenolic compounds from agro-food industrial by-products. *Food Chemistry*, *239*, 671–678. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.06.150

Ferreira-Santos, P., Nobre, C., Rodrigues, R. M., Genisheva, Z., Botelho, C., & Teixeira, J. A. (2024). Extraction of phenolic compounds from grape pomace using ohmic heating: Chemical composition, bioactivity and bioaccessibility. *Food Chemistry*, *436*, 1–10. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137780

Fiorini, D., Scortichini, S., Bonacucina, G., Greco, N. G., Mazzara, E., Petrelli, R., Torresi, J., Maggi, F., & Cespi, M. (2020). Cannabidiol-enriched hemp essential oil obtained by an optimized microwave-assisted extraction using a central composite design. *Industrial Crops and Products*, *154*, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112688

Fizir, M., Dramou, P., Dahiru, N. S., Ruya, W., Huang, T., & He, H. (2018). Halloysite nanotubes in analytical sciences and in drug delivery: A review. *Microchimica Acta*, *185*(8), 1–33. https://doi.org/10.1007/s00604-018-2908-1

Fruit Hill Farm. (2024). *Nettle (Urtica dioica*. https://www.fruithillfarm.com/nettle-urtica-dioica-organic-seeds.html

Garofulić, I. E., Malin, V., Repajić, M., Zorić, Z., Pedisić, S., Sterniša, M., Možina, S. S., & Dragović-Uzelac, V. (2021). Phenolic profile, antioxidant capacity and antimicrobial activity of nettle leaves extracts obtained by advanced extraction techniques. *Molecules*, *26*(20), 1–16. https://doi.org/10.3390/molecules26206153

Ghaima, K. K., Hashim, N. M., & Ali, S. A. (2013). Antibacterial and antioxidant activities of ethyl acetate extract of nettle (*Urtica dioica*) and dandelion (*Taraxacum officinale*). *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, *3*(5), 96–99. https://doi.org/10.7324/JAPS.2013.3518

Glodowska, M., & Łyszcz, M. (2016). *Cannabis sativa* L. and its antimicrobial properties- A review. 77–82.

Goldsmith, C. D., Vuong, Q. V., Stathopoulos, C. E., Roach, P. D., & Scarlett, C. J. (2018). Ultrasound increases the aqueous extraction of phenolic compounds with high antioxidant activity from olive pomace. *LWT*, *89*, 284–290. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.10.065

Gomes, J. M., Mariz, J., Rodrigues, C., Alves, A. L., Moreira, J., Vieira, B., Silva, R. M., Zille, A., & Silva, C. J. (2024). Bioactive Compounds from Banana Leaf Extracts: Influence of Extraction Methodologies and Their Integration into Knitted Hemp Fabrics. *Materials*, *17*(23). https://doi.org/10.3390/ma17235884

Gomez-Campos, A., Vialle, C., Rouilly, A., Sablayrolles, C., & Hamelin, L. (2021). Flax fiber for technical textile: A life cycle inventory. *Journal of Cleaner Production*, *281*, 1–30. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125177

González-Silva, N., Nolasco-González, Y., Aguilar-Hernández, G., Sáyago-Ayerdi, S. G., Villagrán, Z., Acosta, J. L., Montalvo-González, E., & Anaya-Esparza, L. M. (2022). Ultrasound-Assisted Extraction of Phenolic Compounds from *Psidium cattleianum* Leaves: Optimization Using the Response Surface Methodology. *Molecules*, *27*(11). https://doi.org/10.3390/molecules27113557

Goy, R. C., Morais, S. T. B., & Assis, O. B. G. (2016). Evaluation of the antimicrobial activity of chitosan and its quaternized derivative on *E. Coli* and *S. aureus* growth. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, *26*(1), 122–127. https://doi.org/10.1016/j.bjp.2015.09.010

Gözet, B., & Wilts, H. (2022). The circular economy as a new narrative for the textile industry: An analysis of the textile value chain with a focus on Germany's transformation to a circular economy. www.wupperinst.org

Grancaric, A. M., Prlic, I., Tarbuk, A., & Marovic, G. (2012). Activated natural zeolites on textiles: Protection from radioactive contamination. *NATO Science for Peace and Security Series B: Physics and Biophysics*, 157–176. https://doi.org/10.1007/978-94-007-0576-0_8

Guia Vegano. (2024). *Fosfato tricálcico*. https://www.guiavegano.com.br/vegan/alimentos/1250-fosfato-tricalcico

Gulati, R., Sharma, S., & Sharma, R. K. (2022). Antimicrobial textile: recent developments and functional perspective. In *Polymer Bulletin* (Vol. 79, Issue 8, pp. 5747–5771). Springer Science and Business Media Deutschland GmbH. https://doi.org/10.1007/s00289-021-03826-3

Gyawali, R., & Ibrahim, S. A. (2014). Natural products as antimicrobial agents. In *Food Control* (Vol. 46, pp. 412–429). Elsevier. https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2014.05.047

Handayani, R., Fans, K., Mastuti, T. S., & Rosa, D. (2019). Comparison study of antioxidant activity from three banana leaves extracts. *Jurnal Teknology Dan Industri Pangan*, *32*(1), 92–97. https://doi.org/10.6066/jtip.2021.32.92

HappySprout. (2024). How and when bananas reproduce*?* https://www.happysprout.com/gardening/bananas-reproduction-seeds/

Hedicke-Höchstötter, K., Lim, G. T., & Altstädt, V. (2009). Novel polyamide nanocomposites based on silicate nanotubes of the mineral halloysite. *Composites Science and Technology*, *69*(3–4), 330–334. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.10.011

HerZindagi. (2024). *5 Hidden Benefits Of Banana Leaves: A Natural Wonder*. https://www.herzindagi.com/health/banana-leaf-benefits-article-298487

Himalayan Hemp. (2024). Raw Produce | Himalayan Hemp. https://www.himalayanhemp.in/raw-produce

Holder, C. D. (2012). The relationship between leaf hydrophobicity, water droplet retention, and leaf angle of common species in a semi-arid region of the western United States. *Agricultural and Forest Meteorology*, *152*(1), 11–16. https://doi.org/10.1016/j.agrformet.2011.08.005

Hourfane, S., Mechqoq, H., Bekkali, A. Y., Rocha, J. M., & El Aouad, N. (2023). A Comprehensive Review on *Cannabis sativa* Ethnobotany, Phytochemistry, Molecular Docking and Biological Activities. *Plants*, *12*(6), 1–43. https://doi.org/10.3390/plants12061245

Hu, W., Sarengaowa, W., Guan, Y., & Feng, K. (2022). Biosynthesis of Phenolic Compounds and Antioxidant Activity in Fresh-Cut Fruits and Vegetables. *Frontiers in Microbiology*, *13*, 1–8. https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.906069

Hull, T. R., Witkowski, A., & Hollingbery, L. (2011). Fire retardant action of mineral fillers. *Polymer Degradation and Stability*, *96*(8), 1462–1469. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2011.05.006

Indiamart. (2024a). Halloysite. https://www.indiamart.com/proddetail/halloysite-25856139233.html

Indiamart. (2024b). Hemp Hurds, Hemp Shives, Bulk Hemp Hurds. https://www.indiamart.com/proddetail/hemp-hurds-hemp-shives-bulk-hemp-hurds-2852629073297.html

Inprasit, T., Motina, K., Pisitsak, P., & Chitichotpanya, P. (2018). Dyeability and Antibacterial Finishing of Hemp Fabric Using Natural Bioactive Neem Extract. *Fibers and Polymers*, *19*(10), 2121–2126. https://doi.org/10.1007/s12221-018-8518-z

Isidore, E., Karim, H., & Ioannou, I. (2021). Extraction of phenolic compounds and terpenes from *cannabis sativa* l. By-products: From conventional to intensified processes. *Antioxidants*, *10*(6), 1–24. https://doi.org/10.3390/antiox10060942

ISO 105-C08. (2010). *Textiles- Tests for colour fastness- Part C08: Colour fastness to domestic and commercial laundering using a non-phosphate reference detergent incorporating a low-temperature bleach activator*.

Iyigundogdu, Z. U., Demir, O., Asutay, A. B., & Sahin, F. (2017). Developing Novel Antimicrobial and Antiviral Textile Products. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, *181*(3), 1155–1166. https://doi.org/10.1007/s12010-016-2275-5

Jankauskiene, Z., Butkute, B., Gruzdeviene, E., Cesevičiene, J., & Fernando, A. L. (2015). Chemical composition and physical properties of dew- and water-retted hemp fibers. *Industrial Crops and Products*, *75*, 206–211. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.06.044

Jia, F., Yin, S., Chen, L., & Chen, X. (2020). The circular economy in the textile and apparel industry: A systematic literature review. *Journal of Cleaner Production*, *259*(120728), 1–20. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120728

Joshi, M., Ali, W., & Purwar, & R. (2009). Ecofriendly antimicrobial finishing of textiles using bioactive agents based on natural products. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, *34*, 295–304.

Kadous, M. F. S. A. (2015). The impact of phenolic compounds extracted from the date fruits pre-mature stage (jamry stage) and the seeds of date (pits of mature fruits) on the fat oxidation in beef sausage. *J. Agric. Res*, *93*(3), 873–886.

Karuppiah, P., & Mustaffa, M. (2013). Antibacterial and antioxidant activities of *Musa* sp. leaf extracts against multidrug resistant clinical pathogens causing nosocomial infection. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, *3*(9), 737–742. https://doi.org/10.1016/S2221-1691(13)60148-3

Kaur, S., Singh, V., Chopra, H. K., & Panesar, P. S. (2024). Extraction and characterization of phenolic compounds from mandarin peels using conventional and green techniques: a comparative study. *Discover Food*, *4*(1), 1–10. https://doi.org/10.1007/s44187-024-00139-y

Ke, C. L., Deng, F. S., Chuang, C. Y., & Lin, C. H. (2021). Antimicrobial actions and applications of Chitosan. *Polymers*, *13*(6), 1–21. https://doi.org/10.3390/polym13060904

Ketema, A., & Worku, A. (2020). Antibacterial Finishing of Cotton Fabric Using Stinging Nettle (*Urtica dioica* L.) Plant Leaf Extract. *Journal of Chemistry*, *2020*, 1–10. https://doi.org/10.1155/2020/4049273

Kim, J. W., & Mazza, G. (2006). Optimization of extraction of phenolic compounds from flax shives by pressurized low-polarity water. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *54*(20), 7575–7584. https://doi.org/10.1021/jf0608221

Kivilcim, F. N. (2023). Development of Halloysite Loaded Polypropylene Sutures with Enhanced Mechanical and Thermal Properties. *Cumhuriyet Science Journal*, *44*(1), 106–111. https://doi.org/10.17776/csj.1228170

Kołodziej, J., & Kiciński-Jakubowska, A. (2025). Utilization of Hemp Shives for Various Purposes–a Review. *Journal of Natural Fibers*, *22*(1), 1–17. https://doi.org/10.1080/15440478.2024.2448016

Koohsaryan, E., Anbia, M., & Maghsoodlu, M. (2020). Application of zeolites as non-phosphate detergent builders: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, *8*(5), 1–27. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104287

Kostić, K., Brborić, J., Delogu, G., Simić, M. R., Samardžić, S., Maksimović, Z., Dettori, M. A., Fabbri, D., Kotur-Stevuljević, J., & Saso, L. (2023). Antioxidant Activity of Natural Phenols and Derived Hydroxylated Biphenyls. *Molecules*, *28*(6), 1–18. https://doi.org/10.3390/molecules28062646

Kozlowski, R. M., & Mackiewicz-Talarczyk, M. (2020). *Advances in textile biotechnology: Processing and Applications* (2nd ed., Vol. 2). Woodhead Publishing.

Kramar, A., Petrović, M., Mihajlovski, K., Mandić, B., Vuković, G., Blagojević, S., & Kostić, M. (2021). Selected Aromatic Plants Extracts as an Antimicrobial and Antioxidant Finish for Cellulose Fabric-

Direct Impregnation Method. *Fibers and Polymers*, *22*(12), 1–35. https://doi.org/10.1007/s12221-021-3007-1

Kregiel, D., Pawlikowska, E., & Antolak, H. (2018). *Urtica* spp.: Ordinary plants with extraordinary properties. *Molecules*, *23*(7), 1–21. https://doi.org/10.3390/molecules23071664

Kumar, N., Kandasami, R. K., & Singh, S. (2022). Effective utilization of natural fibres (coir and jute) for sustainable low-volume rural road construction – A critical review. *Construction and Building Materials*, *347*, 1–19. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128606

La Rosa, A. D., & Grammatikos, S. A. (2019). Comparative life cycle assessment of cotton and other natural fibers for textile applications. *Fibers*, *7*(12), 1–8. https://doi.org/10.3390/fib7120101

Lama-Muñoz, A., & Contreras, M. del M. (2022). Extraction Systems and Analytical Techniques for Food Phenolic Compounds: A Review. *Foods*, *11*(22), 1–27. https://doi.org/10.3390/foods11223671

Leal Filho, W., Perry, P., Heim, H., Dinis, M. A. P., Moda, H., Ebhuoma, E., & Paço, A. (2022). An overview of the contribution of the textiles sector to climate change. *Frontiers in Environmental Science*, *10*, 1–5. https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.973102

Lefebvre, T., Destandau, E., & Lesellier, E. (2021). Selective extraction of bioactive compounds from plants using recent extraction techniques: A review. *Journal of Chromatography A*, *1635*, 1–19. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2020.461770

Lei, Y., Zhao, X., Xu, L., Li, H., Liang, J., Yeoh, G. H., & Wang, W. (2024). Natural Flame Retardant Minerals for Advanced Epoxy Composites. *Fire*, *7*(9), 308. https://doi.org/10.3390/fire7090308

Loomia. (2024). *What Are Functional Fabrics?* https://www.loomia.com/blog/what-are-functional-fabrics

Luo, Y., Song, K., Ding, X., & Wu, X. (2021). Environmental sustainability of textiles and apparel: A review of evaluation methods. *Environmental Impact Assessment Review*, *86*, 1–8. https://doi.org/10.1016/j.eiar.2020.106497

Lyu, P., Xia, L., Jiang, X., Liu, X., Xu, W., Hurren, C., & Wang, X. (2022). Efficient extraction of technical fibers from hemp in an ethanol-water mixture. *Industrial Crops & Products*, *178*, 1–11. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114620

Machiels, L., Garcés, D., Snellings, R., Vilema, W., Morante, F., Paredes, C., & Elsen, J. (2014). Zeolite occurrence and genesis in the Late-Cretaceous Cayo arc of Coastal Ecuador: Evidence for zeolite formation in cooling marine pyroclastic flow deposits. *Applied Clay Science*, *87*, 108–119. https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.10.018

Made-in-China. (2024). Industrial Animal Bone Ash for Ceramics/Cow Bone Powder. https://gelkengelatin.en.made-in-china.com/product/PNdJMDsVQFWh/China-Industrial-Animal-Bone-Ash-for-Ceramics-Cow-Bone-Powder.html

Manimaran, P., Pillai, G. P., Vignesh, V., & Prithiviraj, M. (2020). Characterization of natural cellulosic fibers from Nendran Banana Peduncle plants. *International Journal of Biological Macromolecules*, *162*, 1807–1815. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.08.111

Markovska Burgas, I., Zlatarov, A., Georgiev, D., Bogdanov, B., Angelova, K., Markovska, I., & Hristov Assen, Y. (2009). Synthetic Zeolites - Structure, Classification, Current Trends In Zeolite Synthesis Review. *Conference: International Scientific Conference*, 1–5. https://www.researchgate.net/publication/322211658

Mastinu, A., Kumar, A., Maccarinelli, G., Bonini, S. A., Premoli, M., Aria, F., Gianoncelli, A., & Memo, M. (2019). Zeolite clinoptilolite: Therapeutic virtues of an ancient mineral. *Molecules*, *24*(8), 1–15. https://doi.org/10.3390/molecules24081517

Meenashree, B., Vasanthi, V. J., Nancy, R., & Mary, I. (2014). Evaluation of total phenolic content and antimicrobial activities exhibited by the leaf extracts of *Musa acuminata* (banana). *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, *3*(5), 136–141.

Melro, L., Fernandes, R. D. V, Peixoto, J. J., Pinheiro, I., Ribeiro, A., Bouça, V., Dourado, F., Gama, M., Padrão, J., & Zille, A. (2022). Antiviral properties of flame retardant bacterial nanocellulose modified

with mordenite. *AUTEX 2022 Conference Proceedings*, 1–5. https://doi.org/10.34658/9788366741751.129

Mkpenie, V. N., Essien, E. E., & Udoh, I. I. (2012). Effect of extraction conditions on total polyphenol contents, antioxidant and antimicrobial activities of *Cannabis sativa* L. *Electronic Journal of Environmental, Agricultural and Food Chemistry*, *11*(4), 1–8.

Mohamed, A. L., Sedik, A., Mosaad, M. M., & Othman, H. A. (2023). Natural Oils\Silicon based materials for imparting new properties to cellulose based fabrics. *Results in Chemistry*, *5*, 1–2. https://doi.org/10.1016/j.rechem.2023.100812

Moreno, D., Vargas, F., Ruiz, J., & López, M. E. (2020). Solid-state synthesis of alpha tricalcium phosphate for cements used in biomedical applications. *Boletin de La Sociedad Espanola de Ceramica y Vidrio*, *59*(5), 193–200. https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2019.11.004

Mothilal, B., Sampath Kumar, S. K., Prakash, C., Kumar, K. H., Venkatesh, B., Sivamani, S., & Karthikeyan, G. (2022). *Musa Acuminata* Leaves Extract Impedes Bacterial Growth and Ultraviolet Protection in Cotton Fabric. *Journal of Natural Fibers*, *19*(15), 10269–10278. https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1993495

Munekata, P. E. S., Nieto, G., Pateiro, M., & Lorenzo, J. M. (2020). Phenolic compounds obtained from *olea europaea* by-products and their use to improve the quality and shelf life of meat and meat products—a review. *Antioxidants*, *9*(11), 1–24. https://doi.org/10.3390/antiox9111061

Nanorh. (2024). Halloysite Clay Powder. https://www.nanorh.com/product/halloysite-clay-powder/

Narayanan, S., Tamizhdurai, P., Mangesh, V. L., Ragupathi, C., Santhana krishnan, P., & Ramesh, A. (2020). Recent advances in the synthesis and applications of mordenite zeolite - review. *RSC Advances*, *11*(1), 250–267. https://doi.org/10.1039/d0ra09434j

Nazaré, S., & Horrocks, A. R. (2008). Flammability testing of fabrics. In J. Hu (Ed.), *Fabric Testing* (pp. 339–388). Woodhead Publishing Series. https://doi.org/10.1533/9781845695064.339

Ngoc, P. C., Leclercq, L., Rossi, J. C., Desvignes, I., Hertzog, J., Fabiano-Tixier, A. S., Chemat, F., Schmitt-Kopplin, P., & Cottet, H. (2019). Optimizing water-based extraction of bioactive principles of hawthorn: From experimental laboratory research to homemade preparations. *Molecules*, *24*(23), 1–32. https://doi.org/10.3390/molecules24234420

Nguyen, T. L., Ora, A., Häkkinen, S. T., Ritala, A., Räisänen, R., Kallioinen-Mänttäri, M., & Melin, K. (2023). Innovative extraction technologies of bioactive compounds from plant by-products for textile colorants and antimicrobial agents. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1–13. https://doi.org/10.1007/s13399-023-04726-4

Niinimäki, K., Peters, G., Dahlbo, H., Perry, P., Rissanen, T., & Gwilt, A. (2020). The environmental price of fast fashion. *Nature Reviews Earth and Environment*, *1*(4), 189–200. https://doi.org/10.1038/s43017-020-0039-9

Nunes, M. A., Palmeira, J. D., Melo, D., Machado, S., Lobo, J. C., Costa, A. S. G., Alves, R. C., Ferreira, H., & Oliveira, M. B. P. P. (2021). Chemical composition and antimicrobial activity of a new olive pomace functional ingredient. *Pharmaceuticals*, *14*(9), 1–14. https://doi.org/10.3390/ph14090913

Padrão, J., Pinheiro, I., Silva, C., Ribeiro, A., Bouça, V., Melro, L., Fernandes, R. D. V., Ribeiro, A. I., Felgueiras, H. P., & Zille, A. (2022). Distinct antimicrobial analysis to evaluate multi-component wound dressing performance. *Journal of Biomimetics, Biomaterials and Biomedical Engineering*, *57*, 9–16. https://doi.org/10.4028/p-kdad2h

Pan, Y., Sun, L., Yu, Z., Guo, X., Chen, L., & Huang, M. (2025). The performance of mordenite-dispersed and stabilized ferrous sulfide composites for the removal of Cr(VI) from aqueous solutions. *Separation and Purification Technology*, *353*, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.128279

Pandimurugan, R., & Thambidurai, S. (2017). UV protection and antibacterial properties of seaweed capped ZnO nanoparticles coated cotton fabrics. *International Journal of Biological Macromolecules*, *105*, 788–795. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.07.097

Payne, A. (2015). Open-and closed-loop recycling of textile and apparel products. In S. S. Muthu (Ed.), *Handbook of Life Cycle Assessment (LCA) of Textiles and Clothing* (pp. 103–123). Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100169-1.00006-X

Pénélope, R., Campayo, L., Fournier, M., Gossard, A., & Grandjean, A. (2022). Solid sorbents for gaseous iodine capture and their conversion into stable waste forms. *Journal of Nuclear Materials*, *563*, 1–13. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.153635

Pham, H. N. T., Nguyen, V. T., Vuong, Q. Van, Bowyer, M. C., & Scarlett, C. J. (2015). Effect of Extraction Solvents and Drying Methods on the Physicochemical and Antioxidant Properties of *Helicteres hirsuta Lour.* Leaves. *Technologies*, *3*(4), 285–301. https://doi.org/10.3390/technologies3040285

Přech, J., Pizarro, P., Serrano, D. P., & Čejka, J. (2018). From 3D to 2D zeolite catalytic materials. *Chemical Society Reviews*, *47*(22), 8263–8306. https://doi.org/10.1039/C8CS00370J

Predescu, N. C., Papuc, C., Nicorescu, V., Gajaila, I., Goran, G. V., Petcu, C. D., & Stefan, G. (2016). The Influence of Solid-to-Solvent Ratio and Extraction Method on Total Phenolic Content, Flavonoid Content and Antioxidant Properties of Some Ethanolic Plant Extracts. *67*(10), 1922–1927.

Przywara, M., Przywara, R., Zapała, W., & Opaliński, I. (2023). Mechanical Properties of Solid Biomass as Affected by Moisture Content. *AgriEngineering*, *5*(3), 1118–1135. https://doi.org/10.3390/agriengineering5030071

Qi, P., Chen, F., Li, Y., Li, H., Gu, X., Sun, J., & Zhang, S. (2023). A Review of Durable Flame-Retardant Fabrics by Finishing: Fabrication Strategies and Challenges. *Advanced Fiber Materials*, *5*(3), 731–763. https://doi.org/10.1007/s42765-023-00255-x

Quero, J., Ballesteros, L. F., Ferreira-Santos, P., Velderrain-Rodriguez, G. R., Rocha, C. M. R., Pereira, R. N., Teixeira, J. A., Martin-Belloso, O., Osada, J., & Rodríguez-Yoldi, M. J. (2022). Unveiling the Antioxidant Therapeutic Functionality of Sustainable Olive Pomace Active Ingredients. *Antioxidants*, *11*(5), 1–22. https://doi.org/10.3390/antiox11050828

Ramírez-Escamilla, H. G., Martínez-Rodríguez, M. C., Padilla-Rivera, A., Domínguez-Solís, D., & Campos-Villegas, L. E. (2024). Advancing Toward Sustainability: A Systematic Review of Circular Economy Strategies in the Textile Industry. *Recycling*, *9*(5), 1–28. https://doi.org/10.3390/recycling9050095

Ristic, T., Zemljič, L. F., Novak, M., Kunčič, M. K., Sonjak, S., Cimerman, N. G., & Strnad, S. (2011). Antimicrobial efficiency of functionalized cellulose fibres as potential medical textiles. In A. Méndez-Vilas (Ed.), *Science Against Microbial Pathogens: Communicating Current Research and Technological Advances* (pp. 36–51). Formatex Research Center.

Rodrigues, F., & Delerue-Matos, C. (2022). *Plant Extracts: Chemical Composition, Bioactivity and Potential Applications*. MDPI. https://doi.org/10.3390/books978-3-0365-2876-2

Román, L. E., Gomez, E. D., Solís, J. L., & Gómez, M. M. (2020). Antibacterial Cotton Fabric Functionalized with Copper Oxide Nanoparticles. *Molecules*, *25*(24), 1–21. https://doi.org/10.3390/molecules25245802

Roy Choudhury, A. K. (2017). Introduction to finishing. In *Principles of Textile Finishing* (pp. 1–19). Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100646-7.00001-1

Rupasinghe, H. P. V., Nair, S. V. G., & Robinson, R. A. (2014). Chemopreventive Properties of Fruit Phenolic Compounds and Their Possible Mode of Actions. In *Studies in Natural Products Chemistry* (Vol. 42, pp. 229–266). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63281-4.00008-2

Sadalage, P. S., Nimbalkar, M. S., Sharma, K. K. K., Patil, P. S., & Pawar, K. D. (2020). Sustainable approach to almond skin mediated synthesis of tunable selenium microstructures for coating cotton

fabric to impart specific antibacterial activity. *Journal of Colloid and Interface Science*, *569*, 346–357. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2020.02.094

Saha, K., Dey, P. K., & Kumar, V. (2024). A comprehensive review of circular economy research in the textile and clothing industry. *Journal of Cleaner Production*, *444*, 1–14. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2024.141252

Saleh, S. M., & Mahmod, H. A. (2020). Flame resistance of cotton fabrics and their natural dyeing using plant waste of banana pseudostem (BPS). *Egyptian Journal of Chemistry*, *63*(9), 3355–3366. https://doi.org/10.21608/ejchem.2020.27948.2599

Salih, N. A., Ali, D. J., & Arif, E. D. (2014). Antibacterial effect of nettle (Urtica dioica). *Al-Qadisiyah Journal of Veterinary Medicine Sciences*, *13*(1), 1–6. https://doi.org/10.29079/vol13iss1art270

Sango, T., Cheumani Yona, A. M., Duchatel, L., Marin, A., Kor Ndikontar, M., Joly, N., & Lefebvre, J. M. (2018). Step–wise multi–scale deconstruction of banana pseudo–stem (*Musa acuminata*) biomass and morpho–mechanical characterization of extracted long fibres for sustainable applications. *Industrial Crops and Products*, *122*, 657–668. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.06.050

Santiago, D., Cabral, I., & Cunha, J. (2024). Children's Functional Clothing: Design Challenges and Opportunities. *Applied Sciences*, *14*(11), 1–20. https://doi.org/10.3390/app14114472

Serra, R., Grande, R., Butrico, L., Rossi, A., Settimio, U. F., Caroleo, B., Amato, B., Gallelli, L., & De Franciscis, S. (2015). Chronic wound infections: The role of *Pseudomonas aeruginosa* and *Staphylococcus aureus*. In *Expert Review of Anti-Infective Therapy* (Vol. 13, Issue 5, pp. 605–613). Taylor and Francis Ltd. https://doi.org/10.1586/14787210.2015.1023291

Shahid, M., & Adivarekar, R. (2020). Textile Science and Clothing Technology Advances in Functional Finishing of Textiles. http://www.springer.com/series/13111

Shahid-ul-Islam, & Butola, B. S. (2019). Effect of chitosan biological macromolecule on colorimetric analysis and radical scavenging activity of linen using pineapple peel extract biomolecules. *International Journal of Biological Macromolecules*, *124*, 708–715. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.11.259

Sharma, M., Sridhar, K., Gupta, V. K., & Dikkala, P. K. (2022). Greener technologies in agri-food wastes valorization for plant pigments: Step towards circular economy. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, *5*. https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2022.100340

Sheri, V., Kumar, M., Jaconis, S., & Zhang, B. (2023). Antioxidant defense in cotton under environmental stresses: Unraveling the crucial role of a universal defense regulator for enhanced cotton sustainability. In *Plant Physiology and Biochemistry* (Vol. 204). Elsevier Masson s.r.l. https://doi.org/10.1016/j.plaphy.2023.108141

Shewhart control charts. (2023). Control charts-Part 2: Shewhart control charts Cartes de contrôle-Partie 2: Cartes de contrôle de Shewhart iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai).

Silveira, A. C., Kassuia, Y. S., Domahovski, R. C., & Lazzarotto, M. (2018). Método de DPPH adaptado: uma ferramenta para analisar atividade antioxidante de polpa de frutos da erva-mate de forma rápida e reprodutível.

Simoncic, B., & Tomsic, B. (2010). Structures of Novel Antimicrobial Agents for Textiles - A Review. *Textile Research Journal*, *80*(16), 1721–1737. https://doi.org/10.1177/0040517510363193

Singh, N., & Sheikh, J. (2022). Multifunctional Linen Fabric Obtained through Finishing with Chitosan-gelatin Microcapsules Loaded with Cinnamon Oil. *Journal of Natural Fibers*, *19*(12), 4780–4790. https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1870625

Sorrenti, V., Burò, I., Consoli, V., & Vanella, L. (2023). Recent Advances in Health Benefits of Bioactive Compounds from Food Wastes and By-Products: Biochemical Aspects. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 24, Issue 3). MDPI. https://doi.org/10.3390/ijms24032019

Speroni, C. S., Guerra, D. R., Bender, A. B. B., Stiebe, J., Ballus, C. A., Silva, L. P. da, Lozano-Sánchez, J., & Emanuelli, T. (2021). Micronization increases the bioaccessibility of polyphenols from

granulometrically separated olive pomace fractions. *Food Chemistry*, *344*, 1–10. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128689

Stefanovic, B., Kostic, M., Bacher, M., Rosenau, T., & Potthast, A. (2014). Vegetable oils in textile finishing applications: The action mode of wrinkle-reduction sprays and means for analyzing their performance. *Textile Research Journal*, *84*(5), 449–460. https://doi.org/10.1177/0040517513495946

Sultana, B., Anwar, F., & Ashraf, M. (2009). Effect of extraction solvent/technique on the antioxidant activity of selected medicinal plant extracts. *Molecules*, *14*(6), 2167–2180. https://doi.org/10.3390/molecules14062167

Tarasevičienė, Ž., Vitkauskaitė, M., Paulauskienė, A., & Černiauskienė, J. (2023). Wild Stinging Nettle (*Urtica dioica* L.) Leaves and Roots Chemical Composition and Phenols Extraction. *Plants*, *12*(2), 1–13. https://doi.org/10.3390/plants12020309

Textile Exchange. (2024). Materials Market Report. https://textileexchange.org/knowledge-center/reports/materials-market-report-2024/

Thi, D. H., Thi, H. C., Tran Y, D. T., & Mac, T. V. (2024). Bioactivity-maximized herbal tea formulation from banana leaf and other *Musa acuminata* AAA by-products using D-optimal mixture design. *Applied Food Research*, *4*(2), 1–10. https://doi.org/10.1016/j.afres.2024.100593

Thomas, Sabu., Shanks, Robert., & Sarathchandran, C. . (2016). *Design and Applications of Nanostructured Polymer Blends and Nanocomposite Systems* (S. Thomas, R. Shanks, & S. Chandrasekharakurup, Eds.). Elsevier. https://doi.org/10.1016/C2013-0-13999-2

Thomsen, A. B. ;, Rasmussen, S. K. ;, Bohn, V. ;, Nielsen, K. V. ;, & Thygesen, A. (2005). Hemp raw materials: The effect of cultivar, growth conditions and pretreatment on the chemical composition of the fibres. In *DTU Library* (Vol. 16).

Tyagi, P., Gutierrez, J. N., Lucia, L. A., Hubbe, M. A., & Pal, L. (2022). Evidence for antimicrobial activity in hemp hurds and lignin-containing nanofibrillated cellulose materials. *Cellulose*, *29*(9), 5151–5162. https://doi.org/10.1007/s10570-022-04583-w

UNECE R118. (2019). United Nations Regulation No. 118: Uniform technical prescriptions concerning the burning behaviour and/or the capability to repel fuel or lubricant of materials used in the construction of certain categories of motor vehicles. 1–40.

Vandepitte, K., Vasile, S., Vermeire, S., Vanderhoeven, M., Van der Borght, W., Latré, J., De Raeve, A., & Troch, V. (2020). Hemp (*Cannabis sativa* L.) for high-value textile applications: The effective long fiber yield and quality of different hemp varieties, processed using industrial flax equipment. *Industrial Crops and Products*, *158*, 1–8. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112969

Vasconcelos, A. A., Len, T., de Oliveira, A. de N., Costa, A. A. F. da, Souza, A. R. da S., Costa, C. E. F. da, Luque, R., Rocha Filho, G. N. da, Noronha, R. C. R., & Nascimento, L. A. S. do. (2023). Zeolites: A Theoretical and Practical Approach with Uses in (Bio)Chemical Processes. *Applied Sciences*, *13*(3), 1–55. https://doi.org/10.3390/app13031897

Venkataraman, R., Yadav, U., Shivalingegowda, R. K., & Shrestha, Y. (2023). Vaccination strategies to combat nosocomial infections. *Vacunas*, *24*(1), 60–67. https://doi.org/10.1016/j.vacune.2023.02.005

Vidal-Ayuso, F., Akhmedova, A., & Jaca, C. (2023). The circular economy and consumer behaviour: Literature review and research directions. *Journal of Cleaner Production*, *418*, 1–16. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.137824

Vieira, B., Padrão, J., Alves, C., Silva, C. J., Vilaça, H., & Zille, A. (2023). Enhancing Functionalization of Health Care Textiles with Gold Nanoparticle-Loaded Hydroxyapatite Composites. *Nanomaterials*, *13*(11), 1–21. https://doi.org/10.3390/nano13111752

Vuolo, M. M., Lima, V. S., & Maróstica Junior, M. R. (2019). Phenolic Compounds. In M. R. S. Campos (Ed.), *Bioactive Compounds: Health Benefits and Potential Applications* (1st ed., pp. 33–50). Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814774-0.00002-5

Wen, O. Y., Tohir, M. Z. M., Yeaw, T. C. S., Razak, M. A., Zainuddin, H. S., & Hamid, M. R. A. (2023). Fire-resistant and flame-retardant surface finishing of polymers and textiles: A state-of-the-art review. *Progress in Organic Coatings*, *175*, 1–27. https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2022.107330

Wise, K., Baziotopoulos, E., Zhang, C., Leaming, M., Shen, L. H., & Selby-Pham, J. (2023). Comparative study of water requirements and water footprints of fibre crops hemp (*Cannabis sativa*) and cotton (*Gossypium hirsutum* L.). *Journal of Agrometeorology*, *25*(3), 392–396. https://doi.org/10.54386/jam.v25i3.2260

Wise, W. S. (2013). MINERALS | Zeolites. In *Reference Module in Earth Systems and Environmental Sciences* (pp. 1–12). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409548-9.02906-7

Wood Pellet Mill. (2024). Making Olive Pomace into Fuel Pellets in Morocco. https://www.wood-pellet-mill.com/solution/making-olive-pomace-into-pellets.html

Yan, J., Oyedeji, O., Leal, J. H., Donohoe, B. S., Semelsberger, T. A., Li, C., Hoover, A. N., Webb, E., Bose, E. A., Zeng, Y., Williams, C. L., Schaller, K. D., Sun, N., Ray, A. E., & Tanjore, D. (2020). Characterizing Variability in Lignocellulosic Biomass: A Review. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, *8*(22), 8059–8085. https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b06263

Yang, Z., Wang, X., Lei, D., Fei, B., & Xin, J. H. (2012). A durable flame retardant for cellulosic fabrics. *Polymer Degradation and Stability*, *97*(11), 2467–2472. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.05.023

Zhang, J., Wen, C., Zhang, H., Duan, Y., & Ma, H. (2020). Recent advances in the extraction of bioactive compounds with subcritical water: A review. *Trends in Food Science and Technology*, *95*, 183–195. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.11.018

Zhang, Q. W., Lin, L. G., & Ye, W. C. (2018). Techniques for extraction and isolation of natural products: A comprehensive review. *Chinese Medicine*, *13*(1), 1–26. https://doi.org/10.1186/s13020-018-0177-x

Zhao, H., Avena-Bustillos, R. J., & Wang, S. C. (2022). Extraction, Purification and In Vitro Antioxidant Activity Evaluation of Phenolic Compounds in California Olive Pomace. *Foods*, *11*(2), 1–17. https://doi.org/10.3390/foods11020174

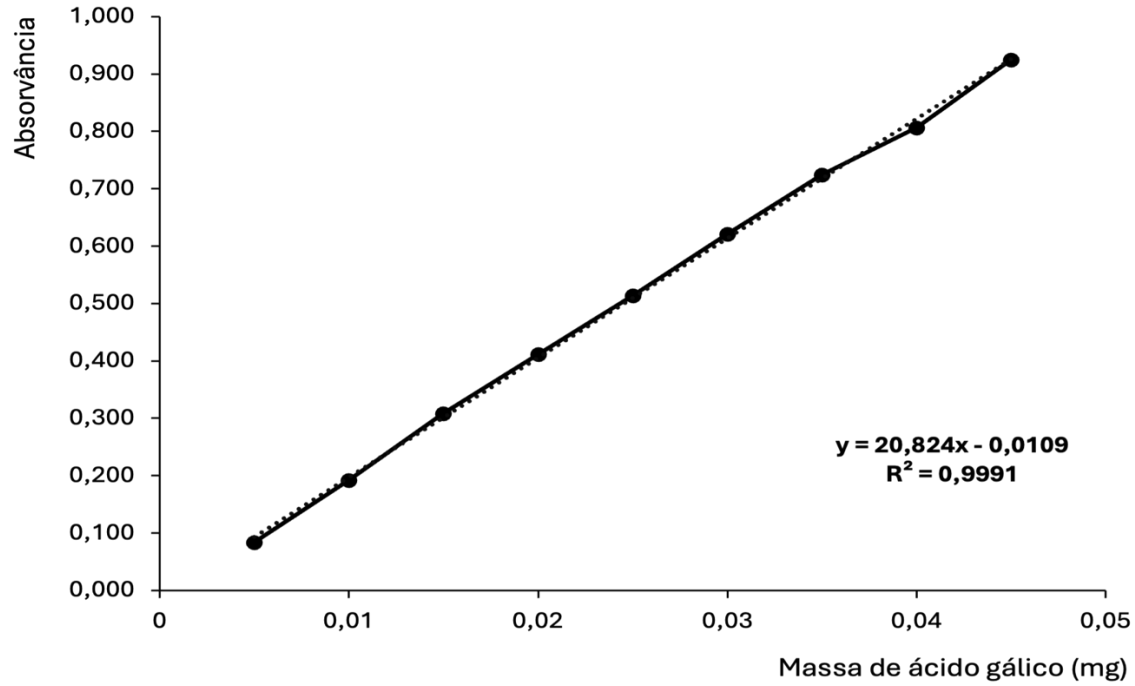
Zhao, Y., Wu, Y. Z., & Wang, M. (2015). Bioactive Substances of Plant Origin. In P. C. K. Cheung & B. M. Mehta (Eds.), *Handbook of Food Chemistry* (pp. 967–1008). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-642-36605-5_13

Zimniewska, M., Pawlaczyk, M., Romanowska, B., Gryszczyńska, A., Kwiatkowska, E., & Przybylska, P. (2021). Bioactive Hemp Clothing Modified with Cannabidiol (CBD) *Cannabis sativa* L. Extract. *Materials*, *14*(20), 1–18. https://doi.org/10.3390/ma14206031

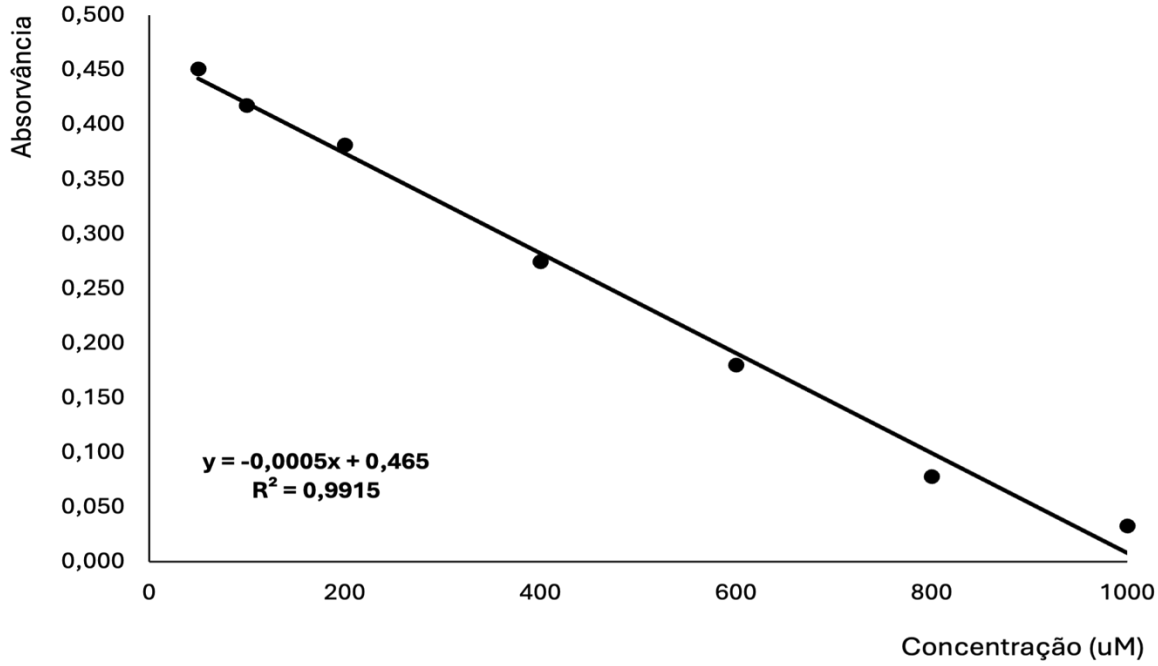
Zr Catalyst. (2024). Mordenite zeolite. http://www.zr-catalyst.com/Products/33.html

Anexos

Anexo I. Curva de calibração Folin



Anexo II. Curva de calibração DPPH



Anexo III. Resultados DoE

	Controlos	L*	K/S
Algodão	optifix	93,76	0,0699
	quitosano	93,77	0,0666
Linho	optifix	92,91	0,2202
	quitosano	93,59	0,1054
Cânhamo	optifix	93,71	0,0961
	quitosano	93,41	0,0988

						Respostas				Solidez à lavagem					Solidez à luz			
Std	Substrato	Extração %etanol	Temperatura ºC	Cationização	Pré tratamento	DPPH %	L*	Delta L*	K/S	DPPH % lavagem	L* lavagem	Delta L* lavagem	DE lavagem	K/S lavagem	L* luz	Delta L* luz	DE luz	K/S luz
1	Algodão	0	40	optifix	s/ plasma	4,815	71,12	-22,64	1,7677	22,636	83,91	12,79	16,29	0,3915	70,96	-0,16	0,71	1,7400
2		20	40	optifix	s/ plasma	6,621	69,28	-24,48	2,0844	34,851	79,53	10,25	12,19	0,7570	69,41	0,13	1,00	2,1537
3		0	60	optifix	s/ plasma	1,978	67,79	-25,97	2,3542	25,000	79,23	11,44	13,06	0,7432	67,26	-0,53	1,74	2,1699
4		20	60	optifix	s/ plasma	11,780	83,71	-10,05	0,7510	14,229	87,51	3,8	8,48	0,2859	82,54	-1,17	2,34	0,7209
5		0	40	quitosano	s/ plasma	2,494	68,34	-25,43	1,5587	11,208	76,54	8,2	8,71	0,7595	69,5	1,16	1,26	1,4133
6		20	40	quitosano	s/ plasma	4,557	72,94	-20,83	1,3061	8,844	79,56	6,62	7,42	0,7453	72,03	-0,91	1,06	1,4630
7		0	60	quitosano	s/ plasma	8,426	66,16	-27,61	2,4173	6,611	81,58	15,42	18,19	0,4585	72,53	6,37	9,27	1,0749
8		20	60	quitosano	s/ plasma	4,041	71,05	-22,72	1,4752	5,560	91,38	20,33	23,55	0,1229	85,81	14,76	15,54	0,3881
9		0	40	optifix	c/ plasma	1,978	84,82	-8,94	0,7369	30,517	76,92	-7,9	8,61	0,8384	68,21	-16,61	17,20	1,9136
10		20	40	optifix	c/ plasma	0,000	73,3	-20,46	1,5677	29,466	80,6	7,3	9,67	0,6997	72,83	-0,47	1,98	1,8260
11		0	60	optifix	c/ plasma	8,942	68,18	-25,58	2,2907	33,538	74,91	6,73	7,68	1,2023	64,75	-3,43	3,75	2,6423
12		20	60	optifix	c/ plasma	13,070	79,69	-14,07	1,4129	20,665	87,42	7,73	13,57	0,3146	80,3	0,61	4,16	0,9336
13		0	40	quitosano	c/ plasma	5,331	71,38	-22,39	1,3337	6,611	80,82	9,44	10,31	0,5522	71,75	0,37	0,62	1,3093
14		20	40	quitosano	c/ plasma	2,236	76,84	-16,93	0,9761	5,298	89,36	12,52	16,09	0,1938	78,05	1,21	1,29	0,9239
15		0	60	quitosano	c/ plasma	4,557	75,06	-18,71	0,9015	6,217	83,92	8,86	10,34	0,3551	73,64	-1,42	1,48	1,0078
16		20	60	quitosano	c/ plasma	7,137	81,17	-12,6	0,7097	5,166	90	8,83	12,40	0,1741	80,88	-0,29	1,50	0,6572
17		10	50	optifix	s/ plasma	22,173	67,73	-26,03	2,5807	8,187	82,57	14,84	17,80	0,4982	69	1,27	4,17	1,8554
18		10	50	quitosano	s/ plasma	8,869	76,78	-16,99	0,8809	36,165	86,93	10,15	11,65	0,2606	67	-9,78	3,13	1,1922
19		10	50	optifix	c/ plasma	21,729	69,92	-23,84	2,0942	31,173	92,28	22,36	15,18	0,4886	65,27	-4,65	5,30	2,8280
20		10	50	quitosano	c/ plasma	17,295	74,62	-19,15	1,2109	6,349	86	11,38	13,95	0,2830	76,94	2,32	5,33	0,7332
21		10	50	optifix	s/ plasma	27,273	67,33	-26,43	2,6803	30,254	77,21	9,88	11,85	0,9818	69,62	2,29	8,66	1,9327
22		10	50	quitosano	s/ plasma	16,851	68,27	-25,5	1,5544	7,399	80,72	12,45	12,67	0,5784	66,61	-1,66	4,11	1,9889
23		10	50	optifix	c/ plasma	21,064	69,98	-23,78	2,2015	32,881	79,81	9,83	11,25	0,8032	71,35	1,37	9,17	1,6046
24		10	50	quitosano	c/ plasma	14,191	73,91	-19,86	1,0693	8,975	83,45	9,54	10,09	0,4511	72,56	-1,35	4,70	1,2452
25		10	50	optifix	s/ plasma	21,508	68,82	-24,94	2,0249	28,678	78,44	9,62	10,76	0,7999	68,91	0,09	4,81	2,2852
26		10	50	quitosano	s/ plasma	16,408	65,49	-28,28	2,3023	9,501	79,67	14,18	14,59	0,6331	67,46	1,97	6,73	0,3786
27		10	50	optifix	c/ plasma	27,938	67,2	-26,56	2,7198	30,779	77,32	10,12	11,54	0,9561	66,4	-0,8	6,69	2,6672
28		10	50	quitosano	c/ plasma	19,512	79,91	-13,86	1,0944	5,035	84,7	4,79	11,13	0,3890	75,69	-4,22	6,42	0,8676

						Respostas				Solidez à lavagem					Solidez à luz			
Std	Substrato	Extração %etanol	Temperatura ºC	Cationização	Pré tratamento	DPPH %	L*	Delta L*	K/S	DPPH % lavagem	L* lavagem	Delta L* lavagem	DE lavagem	K/S lavagem	L* luz	Delta L* luz	DE luz	K/S luz
1	Linho	0	40	optifix	s/ plasma	5,970	70,18	-22,73	1,9779	11,498	79,18	9	10,13	0,9271	67,38	-2,8	2,89	2,3280
2		20	40	optifix	s/ plasma	6,487	77,73	-15,18	1,2166	11,800	86,65	8,92	12,02	0,4289	78,54	0,81	1,30	1,0591
3		0	60	optifix	s/ plasma	7,692	76,46	-16,45	1,1584	22,239	84,84	8,38	10,58	0,4413	76,32	-0,14	1,31	1,0698
4		20	60	optifix	s/ plasma	4,937	84,31	-8,6	0,7132	13,767	87,94	3,63	7,41	0,7132	83,45	-0,86	1,66	0,7045
5		0	40	quitosano	s/ plasma	5,109	73,19	-20,4	1,3609	9,077	84,18	10,99	12,62	0,5091	73,3	0,11	0,79	1,4208
6		20	40	quitosano	s/ plasma	3,559	76,41	-17,18	1,2630	8,926	83,42	7,01	9,44	0,6723	77,34	0,93	1,19	1,1575
7		0	60	quitosano	s/ plasma	2,698	71,65	-21,94	1,9757	5,295	82,66	11,01	14,76	0,6868	73,27	1,62	2,64	1,5526
8		20	60	quitosano	s/ plasma	4,248	78,27	-15,32	1,4023	2,874	87,45	9,18	13,99	0,4353	78,39	0,12	3,18	1,1074
9		0	40	optifix	c/ plasma	3,042	69,7	-23,21	2,1015	26,626	81,37	11,67	13,83	0,6645	72,1	2,4	2,90	1,6629
10		20	40	optifix	c/ plasma	5,109	76,51	-16,4	1,4440	22,542	84,11	7,6	11,44	0,5439	76,47	-0,04	1,58	1,2897
11		0	60	optifix	c/ plasma	4,248	71,03	-21,88	2,0914	21,785	81,96	10,93	13,77	0,7274	73,06	2,03	3,24	1,6269
12		20	60	optifix	c/ plasma	9,759	81,7	-11,21	0,9854	13,011	87,61	5,91	10,46	0,3425	81,93	0,23	2,06	0,8781
13		0	40	quitosano	c/ plasma	4,765	74,43	-19,16	1,2411	5,446	85,67	11,24	13,06	0,4150	75,3	0,87	1,53	1,1671
14		20	40	quitosano	c/ plasma	3,387	81,9	-11,69	0,8757	3,328	90,17	8,27	14,19	0,2554	82,62	0,72	1,75	0,7467
15		0	60	quitosano	c/ plasma	3,042	78,46	-15,13	0,9060	1,210	84,98	6,52	9,05	0,4345	79,38	0,92	1,35	0,8091
16		20	60	quitosano	c/ plasma	4,076	80,51	-13,08	1,0440	0,000	88,81	8,3	14,28	0,2961	80,63	0,12	1,87	0,8955
17		10	50	optifix	s/ plasma	18,182	72,85	-20,06	1,7416	19,365	81,46	8,61	9,99	0,7429	71,29	-1,56	2,56	2,0844
18		10	50	quitosano	s/ plasma	6,652	72,97	-20,62	1,8561	4,539	86,24	13,27	17,49	0,4267	73,24	0,27	2,32	1,7090
19		10	50	optifix	c/ plasma	17,517	69,62	-23,29	2,5564	4,387	83,06	13,44	16,45	0,6646	75,79	6,17	8,82	1,2203
20		10	50	quitosano	c/ plasma	5,987	80,63	-12,96	0,9642	3,177	89,33	8,7	14,58	0,2418	76,46	-4,17	4,94	1,1808
21		10	50	optifix	s/ plasma	17,960	68,28	-24,63	2,8228	6,505	82,65	14,37	18,36	0,5339	71,32	3,04	8,42	1,6876
22		10	50	quitosano	s/ plasma	7,317	70,39	-23,2	2,1213	3,480	83,08	12,69	15,61	0,6125	72,68	2,29	7,01	1,4241
23		10	50	optifix	c/ plasma	17,738	75,67	-17,24	1,3412	20,726	83,52	7,85	9,86	0,5992	74,96	-0,71	6,41	1,3086
24		10	50	quitosano	c/ plasma	10,200	74,79	-18,8	1,3556	3,328	88,37	13,58	17,70	0,3212	76,49	1,7	5,47	1,1287
25		10	50	optifix	s/ plasma	19,512	71,03	-21,88	2,0232	3,177	82,91	11,88	14,71	0,6293	74,67	3,64	9,28	1,2812
26		10	50	quitosano	s/ plasma	10,865	71,26	-22,33	1,7573	4,387	83,68	12,42	13,21	0,6906	72,1	0,84	6,06	1,6156
27		10	50	optifix	c/ plasma	21,064	72,22	-20,69	1,9407	9,077	84,04	11,82	14,77	0,5702	76,62	4,4	9,13	1,2229
28		10	50	quitosano	c/ plasma	6,874	76,81	-16,78	1,2252	1,362	85,75	8,94	13,06	0,4169	75,54	-1,27	4,70	1,4084

						Respostas				Solidez à lavagem					Solidez à luz			
Std	Substrato	Extração %etanol	Temperatura ºC	Cationização	Pré tratamento	DPPH %	L*	Delta L*	K/S	DPPH % lavagem	L* lavagem	Delta L* lavagem	DE lavagem	K/S lavagem	L* luz	Delta L* luz	DE luz	K/S luz
1	Cânhamo	0	40	optifix	s/ plasma	34,595	69,07	-24,64	2,0803	15,652	11,08	0,671	13,11	0,6710	-1,07	2,1685	1,18	2,1685
2		20	40	optifix	s/ plasma	23,063	73,92	-19,79	1,7039	5,362	9,53	0,5832	12,66	0,5832	5,08	1,9173	2,13	1,9173
3		0	60	optifix	s/ plasma	3,423	73,35	-20,36	1,3944	6,232	9,65	0,4675	11,82	0,4675	3,65	1,161	1,99	1,1610
4		20	60	optifix	s/ plasma	12,973	83,51	-10,2	0,7458	2,609	4,56	0,2559	11,14	0,2559	0,49	0,6984	1,62	0,6984
5		0	40	quitosano	s/ plasma	20,721	72,35	-21,06	1,4242	0,870	10,35	0,4848	12,25	0,4848	1,65	1,3012	1,53	1,3012
6		20	40	quitosano	s/ plasma	3,784	76,04	-17,37	1,2196	1,014	9,07	0,4418	11,95	0,4418	1,96	0,9114	3,77	0,9114
7		0	60	quitosano	s/ plasma	28,288	75,44	-17,97	0,9885	0,435	9,95	0,4021	11,58	0,4021	-1,44	1,0195	0,44	1,0195
8		20	60	quitosano	s/ plasma	32,793	82,63	-10,78	0,6875	0,000	7,78	0,1543	13,56	0,1543	-3,63	0,6901	1,47	0,6901
9		0	40	optifix	c/ plasma	39,640	66,65	-27,06	2,6343	7,536	79,28	12,63	15,03	0,7249	72	5,35	2,04	2,2346
10		20	40	optifix	c/ plasma	16,577	75,7	-18,01	1,4105	13,913	82,5	6,8	10,01	0,6294	76	0,3	1,78	1,1948
11		0	60	optifix	c/ plasma	10,811	70,42	-23,29	1,8426	20,870	80,98	10,56	12,18	0,6667	73	2,58	0,79	1,7559
12		20	60	optifix	c/ plasma	36,577	80,6	-13,11	1,3082	4,493	86,75	6,15	13,31	0,3285	81	0,4	4,37	0,8384
13		0	40	quitosano	c/ plasma	25,405	74,59	-18,82	1,2095	0,000	83,2	8,61	10,31	0,5026	75	0,41	0,80	1,1796
14		20	40	quitosano	c/ plasma	5,946	84,97	-8,44	0,5719	3,333	90,8	5,83	10,78	0,1920	82	-2,97	1,03	0,5581
15		0	60	quitosano	c/ plasma	37,117	85,63	-7,78	0,4880	2,319	83,87	-1,76	2,34	0,5781	78,66	-6,97	7,32	0,7822
16		20	60	quitosano	c/ plasma	4,505	77,39	-16,02	1,0562	4,058	91,76	14,37	20,20	0,1342	86,07	8,68	10,24	0,4320
17		10	50	optifix	s/ plasma	14,856	71,01	-22,7	1,9866	10,000	83,63	12,62	15,72	0,4801	71,11	0,1	2,21	1,8260
18		10	50	quitosano	s/ plasma	4,435	78,87	-14,54	0,9272	3,043	89,22	10,35	14,88	0,2258	80,01	1,14	2,90	0,7505
19		10	50	optifix	c/ plasma	15,299	70,99	-22,72	2,1195	17,391	83,98	12,99	17,05	0,5072	70,36	-0,63	2,14	2,1329
20		10	50	quitosano	c/ plasma	10,421	81,51	-11,9	0,8106	0,145	90,61	9,1	15,31	0,1800	78,72	-2,79	3,53	0,9220
21		10	50	optifix	s/ plasma	13,525	70,24	-23,47	2,1055	18,551	82,04	11,8	14,28	0,6253	70,38	0,14	4,68	2,0267
22		10	50	quitosano	s/ plasma	12,417	77,22	-16,19	1,0390	0,725	88,55	11,33	14,48	0,2538	78,86	1,64	4,55	0,8581
23		10	50	optifix	c/ plasma	25,942	70,78	-22,93	2,0906	14,783	83,8	13,02	16,98	0,5220	74,81	4,03	9,43	1,3013
24		10	50	quitosano	c/ plasma	15,521	76,15	-17,26	1,2204	0,000	86,65	10,5	13,68	0,3729	79,58	3,43	7,70	0,7813
25		10	50	optifix	s/ plasma	19,512	68,52	-25,19	2,3005	17,971	81,3	12,78	16,04	0,6513	71,52	3	6,60	1,8006
26		10	50	quitosano	s/ plasma	13,082	79,23	-14,18	0,9630	2,464	89,9	10,67	16,56	0,1939	81,97	2,74	7,37	0,6813
27		10	50	optifix	c/ plasma	21,286	72,8	-20,91	1,7768	8,841	83,78	10,98	14,62	0,4779	74,19	1,39	7,54	1,4121
28		10	50	quitosano	c/ plasma	7,982	75,92	-17,49	1,3615	7,246	88,36	12,44	17,41	0,3342	76,1	0,18	4,68	1,3056

Anexo IV. Substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com extratos hidroetanólicos

Substratos \ Extratos		Folhas de urtiga	Caules de cânhamo	Folhas de bananeira	Bagaço de azeitona
Algodão	S/tratamento				
	Optifix				
	Quitosano				
Linho	S/tratamento				
	Optifix				
	Quitosano				
Cânhamo	S/tratamento				
	Optifix				
	Quitosano				

Anexo V. Coordenadas de cor (L*, a* e b*) e representação macroscópica dos substratos funcionalizados com extratos de (a) folhas de urtiga; (b) caules de cânhamo; (c) folhas de bananeira e (d) bagaço de azeitona

a)

Substrato \ Pré-tratamento		Inicial				Após lavagem				Após luz			
		L*	a*	b*		L*	a*	b*		L*	a*	b*	
algodão	s/ tratamento	93,97	0,49	-3,7		93,78	0,53	-3,68		93,08	0,47	-3,21	
	optifix	93,99	0,53	-3,82		93,46	0,62	-3,47		92,92	0,42	-2,85	
	quitosano	94,11	0,4	-3,44		93,8	0,43	-3,25		93,32	0,43	-3,12	
	urtiga	88,77	-2	8,91		93,13	-0,24	-0,79		87,32	0,46	4,84	
	optifix+urtiga	72,74	-1,7	21,47		82,63	-1,76	14,89		72,52	2,98	18,92	
	quitosano+urtiga	82,45	-1,51	14,41		89,38	-0,65	5,6		83,58	1,15	11,66	
linho	s/ tratamento	93,95	-1,14	2,04		94,23	-1,13	2,36		93,24	-0,92	2,84	
	optifix	94,12	-1,47	3,81		93,83	-1,3	3,72		93,12	-1,18	3,46	
	quitosano	93,58	-1,52	3,58		93,42	-1,35	3,82		92,16	-1,09	3,07	
	urtiga	87,58	-2,79	15,12		93,12	-1,56	4,51		88,13	-0,04	9,95	
	optifix+urtiga	75,34	-2,14	24,13		81,93	-1,74	16,04		82,58	1,36	16,05	
	quitosano+urtiga	79,94	-1,96	20,06		89,36	-2,25	11,62		78,08	1,29	17,89	
cânhamo	s/ tratamento	93,94	-0,82	1,25		93,66	-0,83	1,53		93,09	-0,65	1,8	
	optifix	94,45	-1,02	2,23		92,59	-1,12	3,43		93,51	-0,96	2,63	
	quitosano	94,14	-1,14	2,29		93,98	-0,96	2,07		92,63	-1,04	2,36	
	urtiga	88,17	-2,54	13,26		93,34	-1,15	3,29		88,62	0,01	9,96	
	optifix+urtiga	72,17	-2,05	24,73		81,91	-1,67	14,58		82,57	1,46	16,35	
	quitosano+urtiga	83,11	-2,65	18,49		90,26	-2,25	9,83		76,26	1,61	18,85	

b)

Substrato \ Pré-tratamento		Inicial				Após lavagem				Após luz			
		L*	a*	b*		L*	a*	b*		L*	a*	b*	
algodão	s/ tratamento	93,97	0,49	-3,7		93,78	0,53	-3,68		93,08	0,47	-3,21	
	optifix	93,99	0,53	-3,82		93,46	0,62	-3,47		92,92	0,42	-2,85	
	quitosano	94,11	0,4	-3,44		93,8	0,43	-3,25		93,32	0,43	-3,12	
	cânhamo	93,87	0,24	-2,46		94,1	0,56	-3,71		92,76	0,55	-2,78	
	optifix+cânhamo	92,49	0,15	1,78		93,14	0,24	-1,52		91,58	0,28	-0,27	
	quitosano+cânhamo	92,98	-0,12	0,64		93,67	0,26	-2,05		92,37	0,05	-0,37	
linho	s/ tratamento	93,95	-1,14	2,04		94,23	-1,13	2,36		93,24	-0,92	2,84	
	optifix	94,12	-1,47	3,81		93,83	-1,3	3,72		93,12	-1,18	3,46	
	quitosano	93,58	-1,52	3,58		93,42	-1,35	3,82		92,16	-1,09	3,07	
	cânhamo	93,89	-1,3	3,82		94,13	-1,12	2,69		93,06	-1,04	3,49	
	optifix+cânhamo	92,8	-1,23	7,82		93,03	-1,5	5,44		92,74	-1,25	5,84	
	quitosano+cânhamo	92,9	-1,63	6,05		93,48	-1,41	4,53		92,36	-1,32	5,11	
cânhamo	s/ tratamento	93,94	-0,82	1,25		93,66	-0,83	1,53		93,09	-0,65	1,8	
	optifix	94,45	-1,02	2,23		92,59	-1,12	3,43		93,51	-0,96	2,63	
	quitosano	94,14	-1,14	2,29		93,98	-0,96	2,07		92,63	-1,04	2,36	
	cânhamo	93,64	-1,08	3,6		93,88	-0,87	2,02		93,4	-1,01	3,33	
	optifix+cânhamo	92,9	-1,13	6,73		92,98	-1,37	5,39		92,36	-1,2	5,39	
	quitosano+cânhamo	93,1	-1,52	5,12		93,39	-1,33	3,65		92,69	-1,17	4,38	

c)

Substrato \ Pré-tratamento		Inicial				Após lavagem				Após luz			
		L*	a*	b*		L*	a*	b*		L*	a*	b*	
algodão	s/ tratamento	93,97	0,49	-3,7		93,78	0,53	-3,68		93,08	0,47	-3,21	
	optifix	93,99	0,53	-3,82		93,46	0,62	-3,47		92,92	0,42	-2,85	
	quitosano	94,11	0,4	-3,44		93,8	0,43	-3,25		93,32	0,43	-3,12	
	bananeira	89,41	0,14	10,81		93,12	0,11	-0,12		90,41	-0,12	4,01	
	optifix+bananeira	76,2	3,64	26,38		84,27	0,05	22,12		80,97	3,04	20,89	
	quitosano+bananeira	83,42	1,47	22,14		88,29	-0,57	12,63		86,14	0,76	15,03	
linho	s/ tratamento	93,95	-1,14	2,04		94,23	-1,13	2,36		93,24	-0,92	2,84	
	optifix	94,12	-1,47	3,81		93,83	-1,3	3,72		93,12	-1,18	3,46	
	quitosano	93,58	-1,52	3,58		93,42	-1,35	3,82		92,16	-1,09	3,07	
	bananeira	88,3	-0,44	18,21		93,1	-1,36	6,53		89,84	-0,78	12,53	
	optifix+bananeira	80,4	2,28	26,75		86,37	-0,92	22,76		84,42	1,37	20,64	
	quitosano+bananeira	83,75	1,01	24,64		90,42	-1,7	13,84		86,55	0,26	18	
cânhamo	s/ tratamento	93,94	-0,82	1,25		93,66	-0,83	1,53		93,09	-0,65	1,8	
	optifix	94,45	-1,02	2,23		92,59	-1,12	3,43		93,51	-0,96	2,63	
	quitosano	94,14	-1,14	2,29		93,98	-0,96	2,07		92,63	-1,04	2,36	
	bananeira	89,07	-0,63	15,88		93,3	-1,26	4,42		90,17	-1,13	11,82	
	optifix+bananeira	84,91	0,89	22,31		87,85	-0,95	18,01		87,91	-0,09	16,95	
	quitosano+bananeira	86,68	-0,05	19,97		91,38	-1,48	9,53		88,63	-0,49	13,43	

d)

Substrato \ Pré-tratamento		Inicial				Após lavagem				Após luz			
		L*	a*	b*		L*	a*	b*		L*	a*	b*	
algodão	s/ tratamento	93,97	0,49	-3,7		93,78	0,53	-3,68		93,08	0,47	-3,21	
	optifix	93,99	0,53	-3,82		93,46	0,62	-3,47		92,92	0,42	-2,85	
	quitosano	94,11	0,4	-3,44		93,8	0,43	-3,25		93,32	0,43	-3,12	
	bagaço	90,31	0,44	5,83		92,94	0,44	-1,75		90,71	0,14	3,59	
	optifix+bagaço	77,93	5,09	16,69		78,27	3,44	14,76		82,63	3,38	16,49	
	quitosano+bagaço	85,83	2,02	11,01		85,33	1,82	9,75		87,98	0,8	9,83	
linho	s/ tratamento	93,95	-1,14	2,04		94,23	-1,13	2,36		93,24	-0,92	2,84	
	optifix	94,12	-1,47	3,81		93,83	-1,3	3,72		93,12	-1,18	3,46	
	quitosano	93,58	-1,52	3,58		93,42	-1,35	3,82		92,16	-1,09	3,07	
	bagaço	89,74	-0,12	10,52		92,57	-0,84	5,53		90,8	-0,62	9,72	
	optifix+bagaço	81,29	3,83	19,04		80,59	2,59	18,64		84,17	2,41	19,42	
	quitosano+bagaço	85,27	1,47	15,22		85,01	1,18	14,27		87,34	0,59	14,99	
cânhamo	s/ tratamento	93,94	-0,82	1,25		93,66	-0,83	1,53		93,09	-0,65	1,8	
	optifix	94,45	-1,02	2,23		92,59	-1,12	3,43		93,51	-0,96	2,63	
	quitosano	94,14	-1,14	2,29		93,98	-0,96	2,07		92,63	-1,04	2,36	
	bagaço	89,7	0,1	10,19		91,36	-0,38	5,76		90,85	-0,73	9,2	
	optifix+bagaço	83,44	2,78	15,57		83,32	1,93	14,81		86,16	1,59	16,4	
	quitosano+bagaço	87,16	0,68	13,33		86,81	0,51	12,33		88,81	0,38	13,36	

Anexo VI. Análise estatística (GraphPad) dos substratos de algodão, linho e cânhamo funcionalizados com mordenite

