



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA  
CATARINA CAMPUS BLUMENAU  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA TÊXTIL  
CURSO ENGENHARIA TÊXTIL

Raphael Ferreira dos Santos Baraldi

**Acabamento retardante de chamas contendo micropartículas de casca de ovo  
aplicado em tecido de algodão**

Blumenau - SC

2024

Raphael Ferreira dos Santos Baraldi

**Acabamento retardante de chamas contendo micropartículas de casca de ovo  
aplicado em tecido de algodão**

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Engenharia Têxtil do Centro Tecnológico, de Ciências Exatas e Educação da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Têxtil.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Rafael Silva de Oliveira

Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cátia Rosana Lange de Aguiar

Blumenau - SC

2024

Baraldi, Raphael Ferreira dos Santos

Acabamento Retardante de chamas contendo micropartículas de casca de ovo aplicado em tecido de algodão / Raphael Ferreira dos Santos Baraldi ; orientadora, Carlos Rafael Silva de Oliveira, coorientador, Cátia Rosana Lange de Aguiar, 2024.

51 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Graduação em Engenharia Têxtil, Blumenau, 2024.

Inclui referências.

1. Engenharia Têxtil. 2. retardante à chama. 3. sustentabilidade. 4. casca de ovo. 5. têxteis funcionais. I. Oliveira, Carlos Rafael Silva de . II. Aguiar, Cátia Rosana Lange de . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia Têxtil. IV. Título.

Raphael Ferreira dos Santos Baraldi

**Acabamento retardante de chamas contendo micropartículas de casca de ovo aplicado em tecido de algodão**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do Título de Engenheiro Têxtil, e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia Têxtil.

Blumenau, 21 de agosto de 2024.



Documento assinado digitalmente

**Grazyella Cristina Oliveira de Aguiar**

Data: 03/09/2024 16:15:56-0300

CPF: \*\*\*.439.299-\*\*

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Prof<sup>a</sup>. Grazyella Cristina Oliveira de Aguiar, Dr<sup>a</sup>

Coordenadora do Curso

**Banca Examinadora:**



Documento assinado digitalmente

**Carlos Rafael Silva de Oliveira**

Data: 30/08/2024 17:58:32-0300

CPF: \*\*\*.041.159-\*\*

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Prof. Carlos Rafael Silva de Oliveira, Dr.

Orientador

UFSC - Blumenau



Documento assinado digitalmente

**TANIA MARIA COSTA**

Data: 03/09/2024 11:31:05-0300

CPF: \*\*\*.378.249-\*\*

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Profa. Tania Maria Costa, Dra.

FURB - Blumenau



Documento assinado digitalmente

**Joziel Aparecido da Cruz**

Data: 02/09/2024 18:09:48-0300

CPF: \*\*\*.676.519-\*\*

Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Prof. Joziel Aparecido da Cruz, Dr.

UFSC - Blumenau

Dedico este trabalho aos meus pais e amigos que sempre me incentivaram, e a todos os jovens pesquisadores.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente aos meus pais, que com toda a dificuldade, sempre me apoiaram nesta jornada de mudanças contínuas.

Agradeço imensamente ao meu orientador, Prof. Carlos Rafael Silva de Oliveira e minha coorientadora Cátia Rosana Lange de Aguiar, por todo o suporte, apoio e paciência nesta trajetória, sempre fazendo eu acreditar neste projeto, e me incentivando ainda mais na área acadêmica.

Não teria conseguido realizar este trabalho e crescer academicamente sem o apoio dos técnicos, em especial os técnicos da Engenharia Têxtil, Andressa Silveira Fortes e Joziel Aparecido da Cruz, e ao Daniel Fonseca da Cunha, técnico da Engenharia de Materiais, que sempre auxiliaram nas minhas demandas, como também todos os meus colegas e amigos que sempre me ajudavam nas mais diferentes situações, e principalmente por todos os cafés que foram tomados e as conversas.

Agradeço imensamente a todos os meus professores do curso de Engenharia Têxtil, a todos que ainda fazem parte deste corpo docente, como também a meus professores que por alguma razão, não estão mais na UFSC, como a Profa. Tania Maria Costa, que mesmo longe da UFSC, ainda sempre esteve a disposição para ajudar quando possível.

Também necessito estender especialmente meus agradecimentos a meus antigos orientadores: ao Prof. José Alexandre Borges Valle e Profa. Rita de Cassia Siqueira Curto Valle pela minha primeira experiência em uma pesquisa científica, que junto com seu orientado na época, Prof. Jeferson Corrêa, me iniciaram na vida da pesquisa acadêmica por meio da Iniciação Científica. E especialmente a minha orientadora da segunda Iniciação Científica, Profa. Cristiane da Costa, que sempre me orientou, e foi imensamente paciente comigo, como também sempre me instigou a seguir na área acadêmica que tanto me cativou.

E finalmente, agradeço a Universidade Federal de Santa Catarina, por toda a disponibilidade de estrutura na qual foi possível realizar este e todos os projetos até agora que me foi possível realizar.

"Uma alma saudável habita uma mente saudável e um corpo saudável."  
(Atsushi Okubo)

## RESUMO

Devido à crescente demanda por tecnologias sustentáveis e reutilização de resíduos, esta pesquisa investigou o uso da casca de ovo como retardante de chama em tecidos de algodão. O tecido de algodão pré-alvejado foi inicialmente tratado com ureia, seguido por um processo de esgotamento e impregnação. Posteriormente, foi aplicado um método de camada por camada, envolvendo uma solução de quitosana (2%) dissolvida em ácido cítrico (10%) e homogeneizada com 2% de casca de ovo, seguida por camadas de APTES ((3-Aminopropil)triethoxisilano) e ácido fítico, caracterizando um ciclo. Foram realizados testes com 1 e 2 ciclos e repetido o processo para uma concentração de 4% de casca de ovo. O tratamento com 2% de casca de ovo demonstrou ser o mais eficiente na prevenção da propagação de chamas, conforme os critérios da NFPA 701, limitando a carbonização dentro do parâmetro máximo de 16,5 cm. Além disso, o aumento do número de ciclos de aplicação resultou em melhorias nas propriedades gerais das amostras, como resistência mecânica e desempenho térmico. Embora o tratamento com 4% de casca de ovo também tenha sido eficaz em conter a propagação das chamas, algumas amostras apresentaram uma extensão de carbonização acima do permitido. A análise de tração revelou que as amostras tratadas com 2% de casca de ovo e submetidas a um ciclo de aplicação romperam de maneira mais uniforme em comparação com as amostras não tratadas ou tratadas com mais ciclos, que tendiam a romper mais próximas às garras de fixação durante o teste. Nos testes de TGA, as amostras não tratadas apresentaram uma perda de massa de até 96% a 650°C, enquanto as amostras com 2% de casca de ovo em um ciclo tiveram uma perda de 83%, e as com 4% e dois ciclos, uma perda de 66%. A análise FTIR das amostras tratadas revelou novos picos de absorção em 1719, 1578, 1270, 916, 811, 797 e 741  $\text{cm}^{-1}$ , ausentes na amostra sem tratamento, indicando a incorporação de carbonilas, compostos nitrogenados, fosforados, silanos e aromáticos nas amostras funcionalizadas. A amostra com 2% ES - 2 Ciclos não mostrou picos em 3336 e 2900  $\text{cm}^{-1}$ , mas apresentou um pico em 1578  $\text{cm}^{-1}$ , sugerindo uma incorporação eficiente de compostos nitrogenados. Esses resultados evidenciam que o tratamento modificou a superfície do algodão, adicionando novos grupos funcionais e alterando suas propriedades químicas. A análise de cor no espectrofotômetro mostrou que todas as amostras ficaram mais amareladas com o aumento dos ciclos e da concentração de casca de ovo, provavelmente devido à coloração do ácido fítico (tonalidade amarronzado) e da quitosana (tonalidade amarelada). Esses resultados sugerem que o tratamento com casca de ovo, especialmente em concentrações de 2%, aliado ao número adequado de ciclos de aplicação, pode melhorar significativamente a resistência ao fogo, além de otimizar as propriedades



mecânicas e térmicas de tecidos de algodão.

**Palavras-chave:** Casca de ovo; Retardante a chamas; Sustentabilidade; Têxteis funcionais.

## ABSTRACT

Due to the growing demand for sustainable technologies and waste reuse, this research investigated the use of eggshell as a flame retardant in cotton fabrics. The pre-bleached cotton fabric was initially treated with urea, followed by a depletion and impregnation process. Subsequently, a layer-by-layer method was applied, involving a solution of chitosan (2%) dissolved in citric acid (10%) and homogenized with 2% eggshell, followed by layers of APTES ((3-Aminopropyl)triethoxysilane) and phytic acid, characterizing one cycle. Tests were conducted with 1 and 2 cycles, and the process was repeated for a 4% eggshell concentration. The treatment with 2% eggshell proved to be the most efficient in preventing flame spread according to NFPA 701 criteria, limiting charring within the maximum parameter of 16.5 cm. Additionally, increasing the number of application cycles resulted in improvements in the overall properties of the samples, such as mechanical strength and thermal performance. Although the 4% eggshell treatment was also effective in halting flame spread, some samples showed charring beyond the allowed limit. The tensile analysis revealed that the samples treated with 2% eggshell and subjected to one application cycle broke more uniformly compared to untreated samples or those treated with more cycles, which tended to break closer to the grips during the test. In TGA tests, untreated samples showed a mass loss of up to 96% at 650°C, while samples with 2% eggshell in one cycle had a loss of 83%, and those with 4% and two cycles had a loss of 66%. FTIR analysis of the treated samples revealed new absorption peaks at 1719, 1578, 1270, 916, 811, 797, and 741  $\text{cm}^{-1}$ , absent in the untreated sample, indicating the incorporation of carbonyls, nitrogen, phosphorus compounds, silanes, and aromatic groups into the functionalized samples. The 2% ES - 2 Cycles sample did not show peaks at 3336 and 2900  $\text{cm}^{-1}$ , but exhibited a peak at 1578  $\text{cm}^{-1}$ , suggesting efficient incorporation of nitrogen compounds. These results demonstrate that the treatment modified the cotton surface by adding new functional groups and altering its chemical properties. The color analysis using a spectrophotometer showed that all samples became more yellowish with increasing cycles and eggshell concentration, likely due to the brownish hue of phytic acid and the yellowish tint of chitosan. These results suggest that eggshell treatment, especially at a 2% concentration combined with the appropriate number of application cycles, can significantly enhance fire resistance, as well as optimize the mechanical and thermal properties of cotton fabrics.

**Keywords:** Eggshell; Flame retardant; Sustainability; Functional textiles.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Tabela 1	— Composição de fibras naturais.....	15
Figura 1	— Estrutura hierárquica da celulose vegetal.....	16
Figura 2	— Processo esquemático de degradação térmica da celulose.....	17
Figura 3	— Mecanismo de combustão do algodão, juntamente com o efeito retardante de chama.....	20
Figura 4	— Mecanismo de modificação do APTES na celulose.....	21
Figura 5	— Mecanismo de reação de crosslink.....	23
Figura 6	— Ilustração esquemática do processo de montagem por Camada por Camada através da imersão alternada de um substrato com carga positiva em soluções de um polieletrólito com carga oposta (a) e formação de uma estrutura de casca em superfícies curvas (b)....	25
Tabela 2	— Reagentes utilizados.....	26
Tabela 3	— Massa das amostras após cada etapa do processo.....	30
Figura 7	— Amostras tratadas pós queima.....	32
Tabela 4	— Tempo de queima das amostras.....	33
Figura 8	— Amostra sem tratamento com duplicata pós teste de tração mecânica.....	34
Figura 9	— Amostras contendo 2% de casca de ovo com 1 e 2 Ciclos e suas duplicatas.....	35
Figura 10	— Diagrama tensão x deformação pós teste de tração mecânica das amostras: Sem tratamento, sem tratamento duplicada 2% ES-1Ciclo, 2% ES-1Ciclo duplicata, 2% ES-2Ciclo e 2% ES-2Ciclo duplicata.....	36
Figura 11	— Amostras contendo 4% de casca de ovo com 1 e 2 Ciclos e suas duplicatas.....	36
Figura 12	— Diagrama tensão x deformação pós teste de tração mecânica das amostras: Sem tratamento, sem tratamento duplicada 4% ES-1Ciclo, 4% ES-1Ciclo duplicata, 4% ES-2Ciclo e 4% ES-2Ciclo duplicata.....	37
Figura 13	— TGA das amostras tratadas com 2% de casca de ovo e sem tratamento.....	38
Figura 14	— TGA das amostras tratadas com 4% de casca de ovo e sem tratamento.....	40
Tabela 5	— Dados do espaço CieLab e Força Colorística (K/S) das amostras..	41
Figura 15	— Espectros FTIR da amostra sem tratamento em comparação com as amostras tratadas.....	42
Figura 16	— Análise de MEV e EDS das amostras com e sem tratamento.....	43

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

2% ES-1C	Amostra com 2% de casca de ovo em 1 ciclo
2% ES-2C	Amostra com 2% de casca de ovo em 2 ciclo
4% ES-1C	Amostra com 4% de casca de ovo em 1 ciclo
4% ES-2C	Amostra com 4% de casca de ovo em 2 ciclo
APTES	(3-Aminopropil)triétoxissilano
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
m/v	Massa por volume
rpm	Rotações por minuto
TGA	Análise Termogravimétrica
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
v/v	Volume por volume

## SUMÁRIO

1	<b>INTRODUÇÃO</b>	13
2	<b>REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA</b>	14
2.1	CASCA DE OVO	14
2.2	FIBRA DE ALGODÃO	14
2.2.1	<b>Mecanismo da queima de fibras celulósicas</b>	16
2.3	MATERIAIS TÊXTEIS	18
2.3.1	<b>Têxteis funcionais</b>	19
2.3.2	<b>Retardante de chamas</b>	19
2.3.2.1	(3-Aminopropil)trietoxissilano (APTES)	20
2.3.2.2	Quitosana	22
2.3.2.3	Ácido Cítrico	23
2.3.2.4	Ureia	23
2.3.2.5	Ácido fítico	24
2.4	DEPOSIÇÃO CAMADA POR CAMADA	24
3	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	26
3.1	MATERIAIS	26
3.2	MÉTODOLOGIA	26
3.2.1	<b>Preparação da casca de ovo</b>	26
3.2.2	<b>Tratamento com Ureia</b>	26
3.2.3	<b>Deposição camada por camada</b>	27
3.2.4	<b>Ensaio de resistência a tração mecânica</b>	27
3.2.5	<b>Ensaio de retardância à chama</b>	28
3.2.6	<b>Análise de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</b>	28
3.2.7	<b>Análise Termogravimétrica (TGA)</b>	28
3.2.8	<b>Análise de cor</b>	28
3.2.9	<b>Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria de Raios X Dispersiva por Energia (EDS)</b>	29
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	30
4.1	MASSA DAS AMOSTRAS APÓS FUNCIONALIZAÇÃO	30
4.2	RETARDÂNCIA À CHAMA	31
4.3	ENSAIO DE TRAÇÃO MECÂNICA	34
4.4	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)	37
4.4.1	<b>Tecido tratado com 2% de casca de ovo</b>	37
4.4.2	<b>Tecido tratado com 4% de casca de ovo</b>	39
4.5	ANÁLISE DE COR POR MEIO DE ESPECTROFOTOMETRIA	40

4.6	ANÁLISE DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) .....	41
4.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROMETRIA DE RAIOS X DISPERSIVA POR ENERGIA (EDS) .....	43
5	<b>CONCLUSÃO</b> .....	45
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	47

## 1 INTRODUÇÃO

De acordo com a Sociedade Brasileira de Queimaduras (SBQ), entre 2012 e 2022, foram registrados aproximadamente 179 mil acidentes de queimadura em várias áreas da indústria, tais como a área têxtil (SBQ, 2024). Além deste dado preocupante, de acordo com a Associação Paulista de Medicina (APM, 2024) entre 2015 e 2020, o Brasil registrou 19.772 óbitos por queimaduras.

Para a prevenção das maiorias destes acidentes, principalmente os referentes à indústria, os EPI's são de suma importância. Os têxteis que tem tratamento de retardância de chama vem então com uma alternativa para esta prevenção (Choudhury, 2020). Porém, muitos dos reagentes para esse tratamento são nocivos ao ser humano (Council *et al.*, 2000), assim a pesquisa de outras rotas mais sustentáveis para esse problema se fazem necessários.

Uma rota que se torna interessante, é a utilização de uma funcionalização por meio da técnica de Camada por Camada, utilizando o resíduo da casca do ovo para funcionalizar um material têxtil (Tseghai; Berhe; Wakhira, 2019), visando o aproveitamento de sua constituição predominantemente de carbonato de cálcio (Hamideh *et al.*, 2018).

A escolha deste resíduo se deve a sua alta quantidade produzida e acessibilidade. Segundo a Associação Brasileira de Proteína Animal (ABPA), em 2023 o Brasil produziu cerca de 52,4 bilhões de unidades de ovo e exportou 25,4 mil toneladas. Segundo Brostow *et al.* (1999), a casca do ovo equivale a aproximadamente a 11% do peso do ovo inteiro, assim pode-se estimar que do valor exportado em 2023, cerca de 2,8 toneladas são referentes à geração de resíduos de casca de ovos.

A introdução de retardantes de chama naturais como a casca de ovo não apenas reduziria a dependência de produtos químicos sintéticos e potencialmente tóxicos (Council *et al.*, 2000), mas também contribuiria para a sustentabilidade ao aproveitar um recurso renovável e biodegradável.

Neste contexto, esta pesquisa visa a obtenção de um tecido com propriedades de retardância à chama, utilizando reagentes mais sustentáveis e micropartículas de resíduo de casca de ovo para sua funcionalização.

## 2 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CASCA DE OVO

A casa do ovo é utilizada como base para produtos de diversas indústrias, como cosmética, de suplementos alimentares, de bases biocerâmicas, de fertilizantes e de implantes ósseos e dentários, por ser uma fonte rica em minerais.

A casca do ovo da galinha tem como função proteger o conteúdo interno do ovo (gema e clara), que pode ser o meio nutriente de desenvolvimento de um novo animal ou ainda usado como alimento humano. Sua estrutura, segundo Neves (1998) é de um composto biocerâmico extracelularmente reunido, cuja estrutura é composta por várias camadas sólidas porosas, que permite a passagem de ar para o desenvolvimento apropriado do embrião.

Sua camada calcária é composta internamente por uma película proteica, segundo Brostow *et al.* (1999), a é composta por 94% de carbonato de cálcio, 1% de fosfato de cálcio, 4% de substâncias orgânicas e 1% de carbonato de magnésio.

O carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) extraído das cascas de ovo de galinha é um recurso sustentável com aplicações promissoras em diversas indústrias devido à sua alta pureza e propriedades físicas únicas (Puspitasari *et al.*, 2020). A casca de ovo, composta majoritariamente por  $\text{CaCO}_3$ , pode ser processada por moagem e tratamento químico, resultando em um material ecológico e econômico que contribui para a economia circular ao reutilizar resíduos da indústria alimentícia (Ahmed *et al.*, 2022). Esse processo não apenas reduz o impacto ambiental, mas também oferece uma alternativa viável às fontes tradicionais de carbonato de cálcio, como calcário e mármore.

### 2.2 FIBRA DE ALGODÃO

O algodão é uma fibra natural que se desenvolve em uma cápsula protetora conhecida como capulho ao redor das sementes da planta do gênero *Gossypium* da família das *Malvaceae* (Ahmad; Hasanuzzaman, 2020). Na indústria essa fibra é transformada em fios e utilizada na fabricação de tecidos, sendo a forma mais amplamente empregada de material têxtil para confecção de roupas. As primeiras evidências do uso do algodão remontam à Índia, datando por volta de 3000 a.C. (Dabney Jr, 1896), apesar de que foram encontrados tecidos de algodão de idade comparável na América do Sul (Nawab; Shaker, 2023).

A fibra de algodão é constituída majoritariamente por celulose. Apenas algumas fontes de celulose contêm o polímero em uma forma relativamente pura,



sendo o representante mais importante o algodão. A composição das fibras de algodão bruto em comparação com outras fibras naturais é mostrada na Tabela 1.

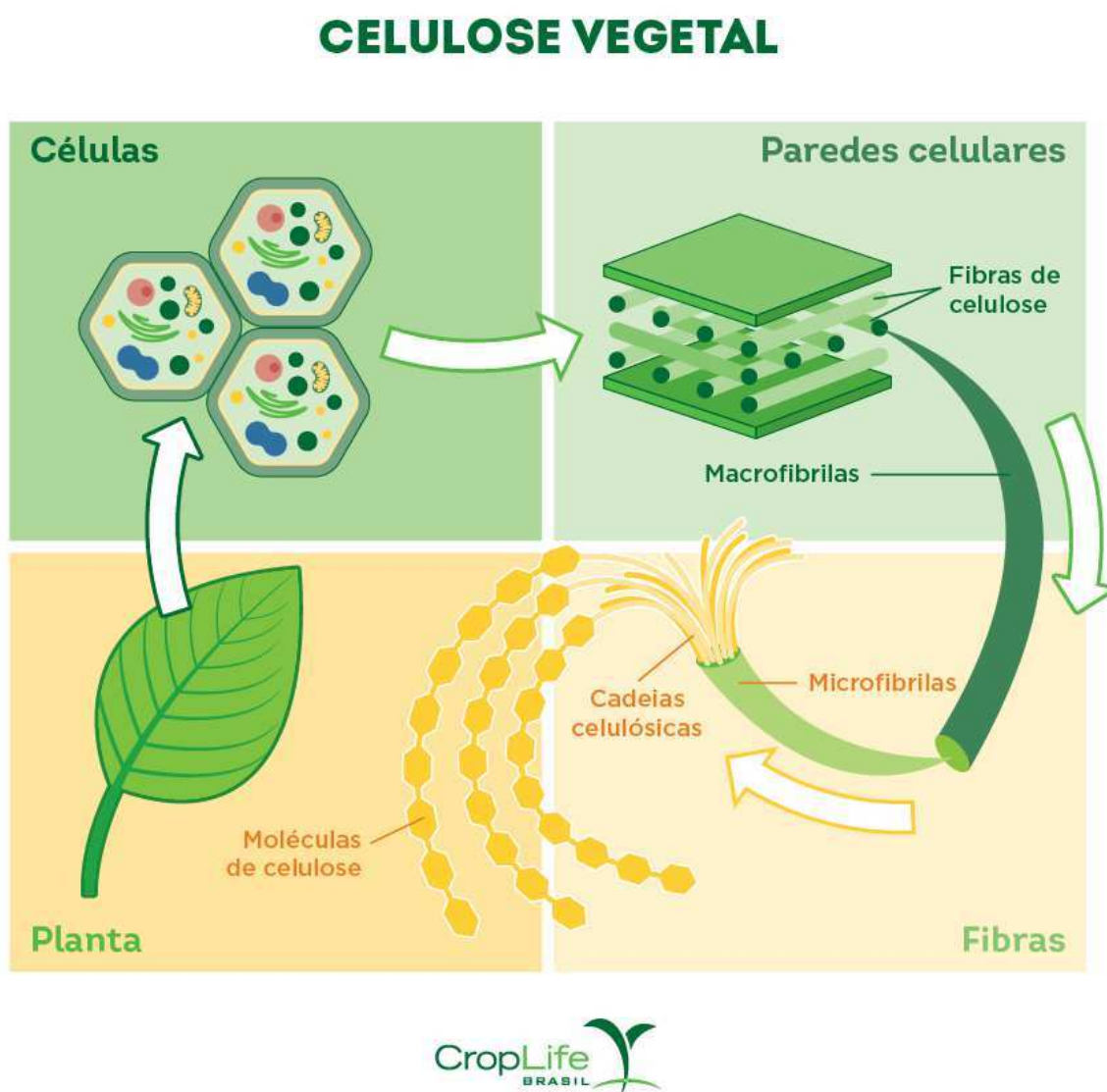
Tabela 1 — Composição de fibras naturais.

Componente	Algodão	Linho	Cânhamo	Juta	Sisal
Celulose (%)	92,7	62,1	67,0	64,4	65,8
Água ligada (%)	5,7	16,7	16,1	12,0	12,0
Hemicelulose e Pectinas (%)	0,0	1,8	0,8	0,2	0,8
Proteínas (%)	0,0	2,0	3,3	11,8	9,9
Ceras (%)	0,6	1,5	0,7	0,5	0,3
Partes de água solúvel (%)	1,0	3,9	2,1	1,1	1,2
Comprimento elementar da fibra (mm)	10-56	25-40	10-30	1-5	1-5

Fonte: Adaptado de Bechtold e Pham (2023).

A fibra de algodão possui seu interior preenchido com plasma celular, que seca durante a fase final do amadurecimento da semente, resultando na formação de um canal oco vazio conhecido como lúmen. Isso significa que a fibra não possui uma forma circular, mas sim um diâmetro que varia entre 12 e 22  $\mu\text{m}$ . A espessura da parede celular depende da qualidade da fibra e do estágio de maturação, a camada externa é a cutícula, composta por ceras e pectina, seguida pela parede primária e secundária, ambas feitas de fibrilas de celulose, formando a estrutura básica da fibra (Ahmad; Hasanuzzaman, 2020), como pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 — Estrutura hierárquica da celulose vegetal



Fonte: Adaptado de Croplifebrasil (2024).

As ceras e sujidades em sua forma crua são componentes que fazem com que o algodão tenha defeitos de qualidade quando submetidos a alguns processos químicos, tais como o tingimento e outras funcionalizações de sua superfície. Para superar este obstáculo, necessário que se faça uma retirada destes componentes, usualmente são utilizados processos de purga, pré-alvejamento e alvejamento (Lange, 2022).

### 2.2.1 Mecanismo da queima de fibras celulósicas

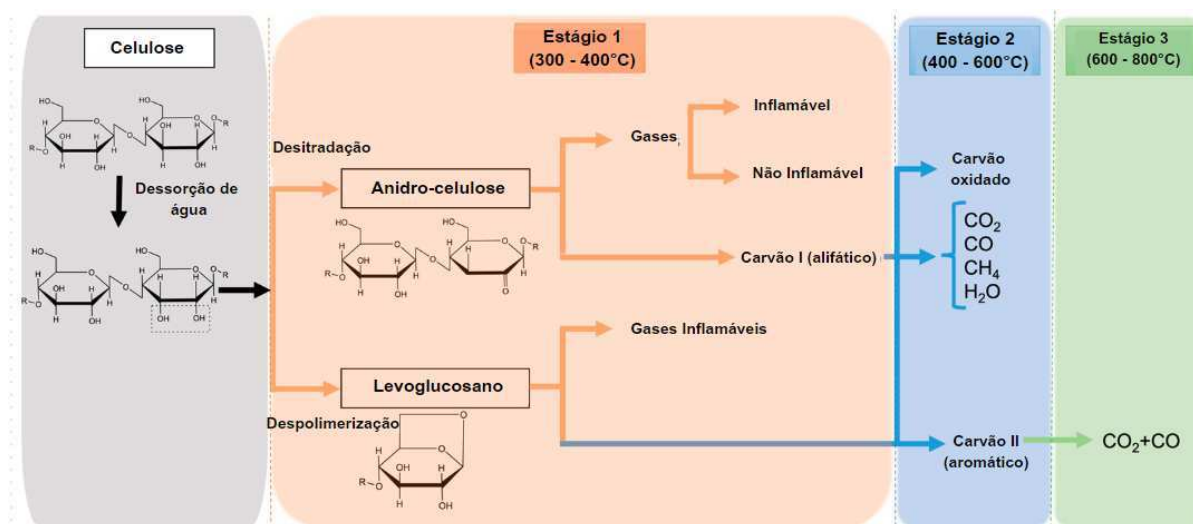
O processo de queima das fibras celulósicas, como o algodão e o linho, é um

fenômeno complexo que ocorre em várias etapas influenciadas por suas propriedades químicas e físicas. A celulose, principal componente dessas fibras naturais, é um polímero de glicose que se organiza em cadeias longas e lineares (Poletto; Jr., 2015). Quando expostas a altas temperaturas, as fibras celulósicas passam por um processo de decomposição térmica sequencial (Choudhury, 2020).

Inicialmente, a queima começa com a ignição, que pode ser iniciada por uma fonte de calor como uma chama aberta ou faíscas. A temperatura necessária para iniciar a decomposição térmica da celulose é relativamente baixa. Nesta fase inicial, a celulose passa por desidratação, onde as moléculas de água presentes na estrutura da fibra são liberadas, ocorrendo tipicamente entre 100°C e 150°C (Bechtold; Pham, 2023; Nawab; Shaker, 2023; Choudhury, 2020).

Posteriormente, ocorre a pirólise, que é o processo de decomposição química da celulose em gases voláteis, sem a presença de oxigênio suficiente para sustentar a combustão completa. Isso acontece em uma faixa de temperatura entre 300°C e 400°C (Estágio 1), como pode ser observado na Figura 2. Durante a pirólise, ocorre a quebra das ligações glicosídicas. Este estágio é caracterizado pela formação de gases voláteis como monóxido de carbono, dióxido de carbono, metanol, além da formação de alcatrão (como levoglucosano e glicolaldeído) e formação inicial de carvão alifático (char I) (Choudhury, 2020).

Figura 2 — Processo esquemático de degradação térmica da celulose.



Fonte: Adaptado de Trovato *et al.* (2023).

Se houver oxigênio disponível em quantidade suficiente, os gases voláteis liberados na pirólise podem inflamar-se, iniciando assim o processo de combustão da celulose. A temperatura de combustão da celulose varia entre 400°C e 600°C (Estágio 2), dependendo das condições específicas de queima (Trovato *et al.*, 2023).

Durante a combustão, os gases e vapores formados na pirólise reagem com o oxigênio atmosférico, gerando calor e chamas visíveis (Choudhury, 2020; Bechtold; Pham, 2023). Neste estágio, há a conversão competitiva do carvão alifático em carvão aromático (carvão II) e a oxidação do alcatrão em moléculas voláteis menores e carvão aromático.

Finalmente, entre 600°C e 800°C (Estágio 3), ocorre a decomposição adicional do carvão para produzir acetileno, CO e CO<sub>2</sub>, juntamente com outros produtos pirolíticos da celulose (Estágio 3) (Trovato *et al.*, 2023).

Vários fatores influenciam o processo de queima das fibras celulósicas, incluindo o teor de umidade das fibras, a densidade da fibra, a estrutura microscópica, sua morfologia e tratamentos de superfície aplicados (Choudhury, 2020). Estes fatores não apenas afetam a velocidade e a intensidade da queima, mas também são considerações importantes no desenvolvimento de materiais retardadores de chama eficazes para aplicações industriais e de segurança, como em uniformes de proteção e estofados.

### 2.3 MATERIAIS TÊXTEIS

Materiais têxteis são estruturas feitas a partir de fibras naturais, artificiais, sintéticas ou ainda uma combinação dessas, utilizados na fabricação de roupas, acessórios, tecidos de decoração, entre outros. As fibras naturais, como algodão, lã e seda, são obtidas de fontes vegetais ou animais e possuem como principal característica a hidrofiliidade, que confere aos produtos derivados delas maior conforto. Por outro lado, as fibras sintéticas, como poliéster, nylon e acrílico, são produzidas quimicamente e oferecem maior resistência e durabilidade (Lange, 2022; Adak; Mukhopadhyay, 2023).

A produção de materiais têxteis pode envolver várias etapas, incluindo a fiação de fibras para formar fios, as tecelagens que utilizam esses fios para a obtenção de tecidos planos e tecidos de malha seguido de limpeza e enobrecimento de fios e tecidos por meio dos processos de pré-tratamento, tingimento, estamparia e acabamento (Haudek; Viti, 1980). Este último processo confere características adicionais aos substratos têxteis, como resistência à água, proteção ultravioleta, propriedades antibacterianas, com também retardância de chamas (Lange, 2022; Nawab; Shaker, 2023).

Com a constante inovação tecnológica, novos materiais têxteis funcionais estão sendo desenvolvidos para atender a demandas específicas, como resistência ao fogo, regulação térmica avançada, e sustentabilidade ambiental.

### 2.3.1 Têxteis funcionais

Têxteis funcionais representam uma categoria inovadora na indústria têxtil, onde os materiais são projetados não apenas para vestir, mas também para oferecer funcionalidades específicas que atendem a necessidades variadas. Esses tecidos são desenvolvidos com base em avançadas tecnologias de materiais, como fibras sintéticas de alto desempenho e tratamentos especializados, que conferem propriedades como resistência ao fogo, repelência à água, regulação térmica, controle de odor e proteção antibacteriana (Nawab; Shaker, 2023; Rabia *et al.*, 2024).

A aplicação dos têxteis funcionais abrange uma ampla gama de setores, desde o vestuário esportivo e de proteção pessoal até materiais médicos, industriais e até mesmo residenciais. No vestuário esportivo, por exemplo, esses tecidos oferecem conforto, respirabilidade e gestão de umidade, ajudando os atletas a performarem melhor em diversas condições climáticas. Para roupas de proteção pessoal, uniformes para trabalhadores de redes elétricas, soldadores, operadores em metalúrgicas, os tecidos com retardantes de chama e tecidos resistentes à abrasão são fundamentais para garantir a segurança em ambientes de alto risco, expandindo as fronteiras do que os tecidos tradicionais podem oferecer em termos de funcionalidade e conforto, mas também desempenham um papel crucial na inovação dentro da indústria têxtil, respondendo às necessidades específicas dos consumidores modernos e dos diversos setores industriais (Adak; Mukhopadhyay, 2023; Nawab; Shaker, 2023).

Segundo a norma NFPA 701, para que um tecido com tratamento de retardância à chama seja certificado, é necessário que após uma exposição de 12 segundos sob uma chama, a determinada altura, não haja uma propagação da chama maior que 2.0 segundos, que o comprimento carbonizado seja menor que 16,5 centímetros.

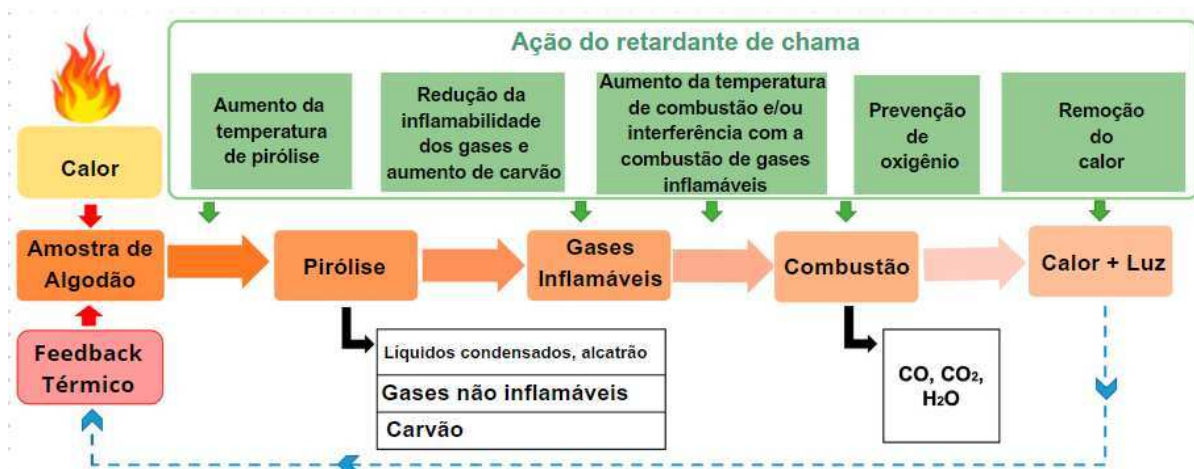
### 2.3.2 Retardante de chamas

Os retardantes de chama são substâncias químicas aplicadas a têxteis para reduzir sua inflamabilidade e retardar a propagação do fogo. Eles funcionam interferindo na reação em cadeia da combustão ou formando uma camada protetora sobre as fibras, minimizando assim os riscos de queimaduras e aumentando o tempo de reação em caso de incêndio (Choudhury, 2020; Bechtold; Pham, 2023).

Os tipos mais comuns de retardantes de chama incluem compostos halogenados, fosfatos e compostos de amônio. Os retardantes halogenados, como o cloro e o bromo, atuam liberando gases que interferem na combustão. Já os fosfatos

e compostos de amônio funcionam principalmente como agentes de gás inerte, reduzindo a disponibilidade de oxigênio e diminuindo a temperatura de ignição do material têxtil (Adak; Mukhopadhyay, 2023; Choudhury, 2020). Outro mecanismo de retardância atua na fase sólida, formando uma camada de carvão ou uma barreira protetora na superfície do material, isolando-o da chama e reduzindo a liberação de gases inflamáveis (Kilinc, 2013). Na Figura 3 é exemplificado como funciona um tecido que foi tratado com um retardante de chamas.

Figura 3 — Mecanismo de combustão do algodão, juntamente com o efeito retardante de chama.



Fonte: Adaptado de Trovato *et al.* (2023).

Porém, quando esses retardantes são degradados termicamente, podem liberar substâncias tóxicas. A decomposição de certos compostos, especialmente aqueles à base de bromo e fósforo, pode resultar na formação de gases prejudiciais à saúde, como ácido bromídrico e fósforo reativo (Choudhury, 2020; Maity; Singha; Pandit, 2023). Essa liberação de substâncias tóxicas durante a queima ou a degradação é uma preocupação significativa, reforçando a importância de se escolher retardantes que sejam eficazes, mas que também apresentem um perfil de segurança mais favorável e sustentável.

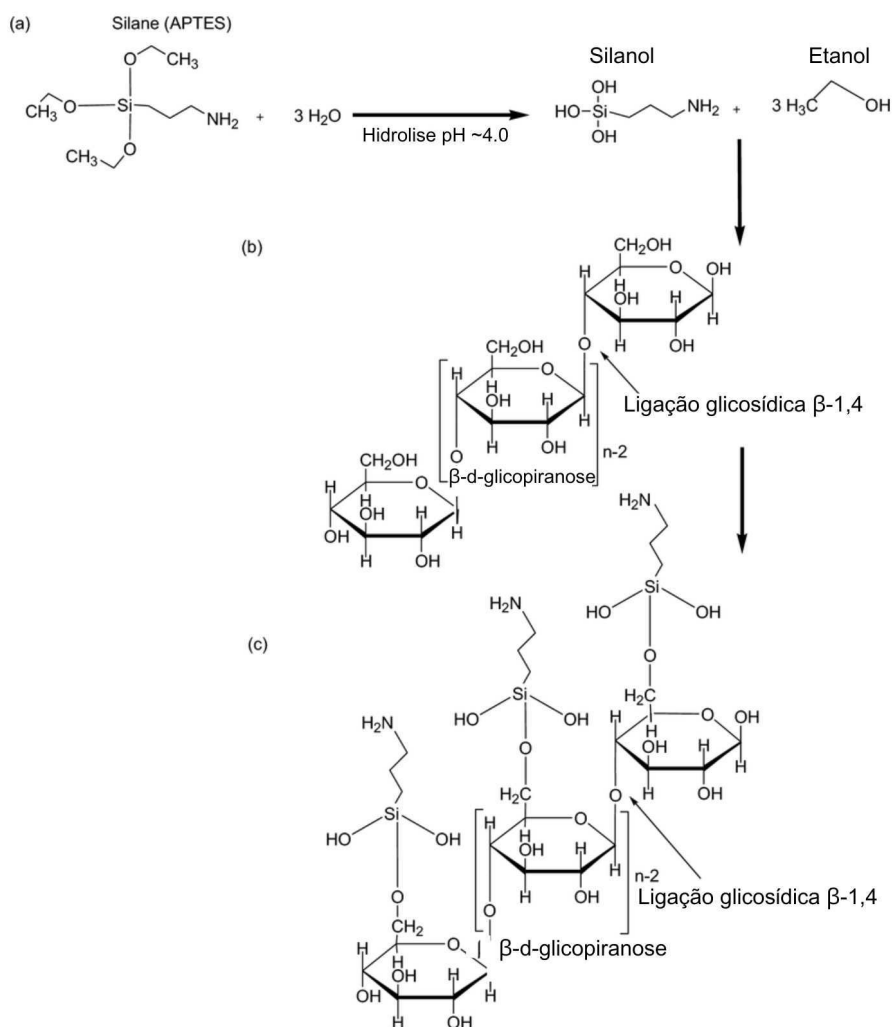
### 2.3.2.1 (3-Aminopropil)triétoxissilano (APTES)

O APTES é um composto químico amplamente utilizado na indústria como agente de acoplamento em diversas aplicações. Sua estrutura molecular inclui um grupo amino reativo (NH<sub>2</sub>), uma cadeia de três átomos de carbono ligada a um átomo de silício (Si), e três grupos metoxi (-OCH<sub>3</sub>) que conferem solubilidade em solventes orgânicos (Sypabekova *et al.*, 2022).

A principal função do APTES é melhorar a adesão entre superfícies

diferentes, como vidro, metais e fibras naturais como o algodão. Segundo Taib *et al.* (2023) quando solubilizado em água, o APTES hidrolisa e forma silanol e etanol. Este silanol quando aplicado no algodão, reage com os grupos hidroxila (-OH) presentes nas fibras de celulose, formando ligações químicas covalentes, como pode ser observado na Figura 4. Essas ligações modificam a superfície do algodão de maneira que favorece a aderência de outros materiais, como retardantes de chama.

Figura 4 — Mecanismo de modificação do APTES na celulose



Fonte: Adaptado de Taib *et al.* (2023).

No tratamento de chama, o APTES desempenha um papel crucial ao preparar o algodão para receber retardantes de chama adicionais (Liu *et al.*, 2018). A modificação da superfície do algodão com APTES permite que retardantes de chama, como fosfatos ou compostos halogenados, adiram mais eficientemente. Isso resulta em tecidos que são mais resistentes ao fogo, oferecendo maior segurança

em aplicações industriais, como em roupas de proteção, uniformes industriais e materiais para decoração (Li *et al.*, 2017; Liu *et al.*, 2018).

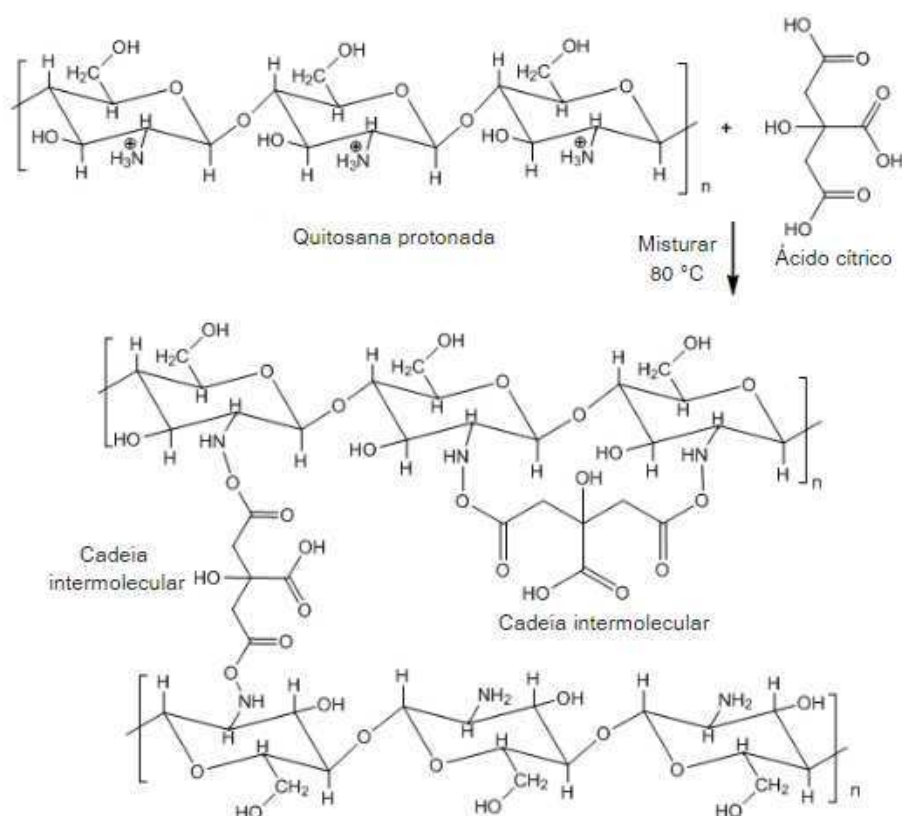
### 2.3.2.2 Quitosana

A quitosana é um biopolímero derivado da quitina, o segundo polímero mais abundante na natureza, encontrado principalmente nas carapaças de crustáceos como camarões, caranguejos e lagostas, bem como nas paredes celulares de fungos (Ahmed; Ikram, 2017). A quitina é transformada em quitosana através de um processo de desacetilação, que envolve a remoção de grupos acetil da molécula. Esse biopolímero é altamente valorizado por suas propriedades únicas, incluindo biocompatibilidade, biodegradabilidade, não toxicidade e atividade antimicrobiana. Essas características fazem da quitosana um material versátil com uma ampla gama de aplicações em diversas indústrias (Hsieh *et al.*, 2004).

A quitosana é insolúvel em água e soluções neutras, mas pode ser solubilizada em ácidos diluídos. O ácido cítrico é particularmente eficaz devido às suas propriedades ácidas suaves e não tóxicas (Lusiana; Siswanta; Mudasir, 2016). Na Figura 5, é possível observar o mecanismo de reação da quitosana em ácido cítrico envolve a protonação dos grupos amino da quitosana, tornando-a solúvel em soluções aquosas ácidas.



Figura 5 — Mecanismo de reação de crosslink



Fonte: Adapto de Lusiana, Siswanta e Mudasir (2016).

### 2.3.2.3 Ácido Cítrico

O ácido cítrico é um ácido orgânico fraco, amplamente encontrado na natureza, particularmente em frutas cítricas como limões, laranjas e limas. Sua fórmula química é  $C_6H_8O_7$  e é conhecido por suas propriedades ácidas e quelantes. Na indústria, o ácido cítrico é produzido principalmente por fermentação de açúcares usando o fungo da família *Aspergillus* (Bossa, 2019). Devido à sua versatilidade, segurança e compatibilidade com muitos processos, o ácido cítrico é utilizado em uma variedade de aplicações industriais.

### 2.3.2.4 Ureia

A ureia é uma substância química orgânica comum, cuja fórmula molecular é  $CO(NH_2)_2$ . Ela é encontrada naturalmente na urina de mamíferos e em pequenas quantidades em plantas e algumas águas naturais. No contexto de retardantes de chama, a ureia é utilizada principalmente como parte de formulações específicas para melhorar as propriedades de resistência ao fogo de materiais diversos, como tecidos e polímeros (Nam *et al.*, 2012; Oliveira, 2020).

Ela funciona como um agente retardante de chama principalmente devido à sua capacidade de liberar amônia quando aquecida. A amônia liberada atua de várias maneiras para interromper a reação em cadeia da combustão. Ela dilui a atmosfera de oxigênio ao redor do material em chamas, retardando assim a propagação do fogo.

Segundo Liu *et al.* (2023) e Oliveira (2020), quando utilizada em artigos têxteis usando o método de Layer-by-Layer (camada por camada) com outros agentes, tais como o ácido fítico, sua eficiência na retardancia de chamas aumenta exponencialmente.

#### 2.3.2.5 Ácido fítico

O ácido fítico, ou inositol hexafosfato (IP6), é um composto natural encontrado em cereais, sementes e leguminosas, reconhecido por suas propriedades como retardante de chamas. Sua estrutura química consiste em um inositol com seis grupos fosfato ligados, proporcionando múltiplos sítios de coordenação para íons metálicos. Essa característica fundamental permite ao ácido fítico formar complexos estáveis com metais, o que é crucial para retardar a ignição e a propagação das chamas, além de facilitar o resfriamento da superfície em combustão (Cheng *et al.*, 2019).

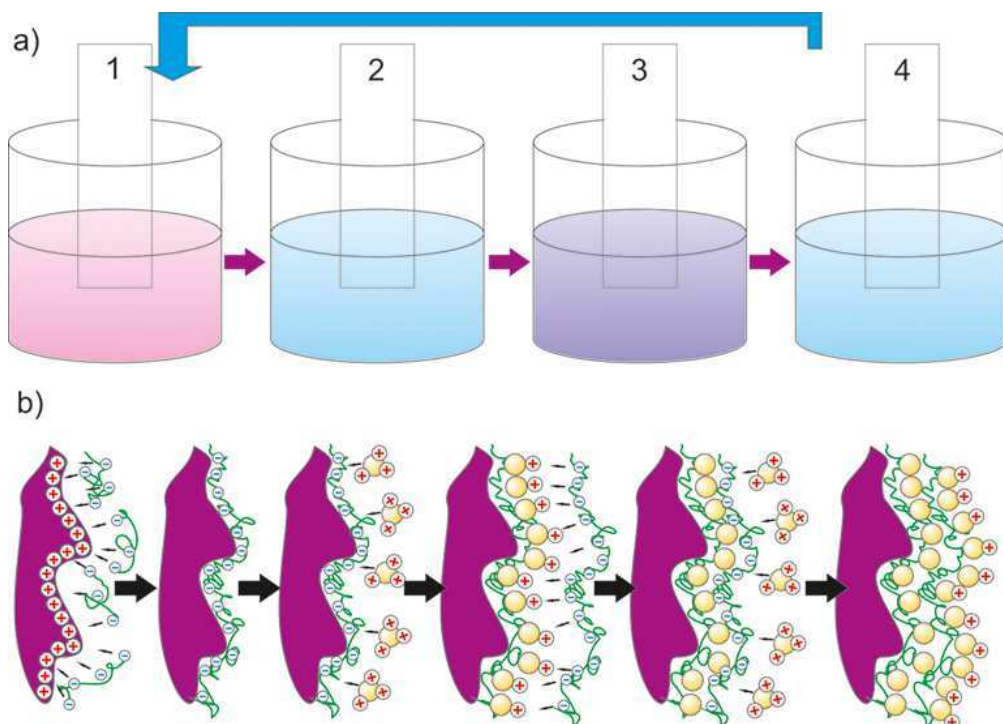
Na indústria, o ácido fítico é aplicado amplamente como aditivo em materiais poliméricos, têxteis e produtos de construção (Sykam *et al.*, 2021). Em materiais poliméricos, como plásticos e resinas, ele atua inibindo a pirólise e reduzindo a liberação de gases inflamáveis, melhorando assim a resistência ao fogo dos materiais. Segundo Cheng *et al.* (2019), o ácido fítico é utilizado no tratamento de tecidos para conferir propriedades retardantes de chama, tornando-os mais seguros em situações de incêndio. Além disso, sua origem natural oferece vantagens ambientais significativas em comparação aos retardantes de chama sintéticos, contribuindo para práticas mais sustentáveis na indústria.

## 2.4 DEPOSIÇÃO CAMADA POR CAMADA

O método de deposição camada por camada é uma técnica amplamente adotada na aplicação de nanopartículas em substratos têxteis, sendo destacado pela sua capacidade de controlar com precisão a espessura da camada em uma escala nanométrica (Li *et al.*, 2017). Este método apresenta diversas variações, que variam dependendo do material empregado, e possui a versatilidade de ser aplicado em uma ampla gama de substratos. No processo camada por camada, cargas

opostas ou agentes de ligação são alternadamente utilizados para construir camadas sequenciais, como é possível ser observado na Figura 6. As camadas são fabricadas pela deposição alternada de materiais catiônicos e aniônicos na superfície do substrato têxtil. Destaca-se que este método é economicamente viável, de execução simples, e pode ser ajustado de acordo com as necessidades específicas do projeto (Kudaibergenov *et al.*, 2017; Adak; Mukhopadhyay, 2023).

Figura 6 — Ilustração esquemática do processo de montagem por Camada por Camada através da imersão alternada de um substrato com carga positiva em soluções de um polieletrólito com carga oposta (a) e formação de uma estrutura de casca em superfícies curvas (b).



Fonte: Adaptado de Kudaibergenov *et al.* (2017).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Os reagentes utilizados nesta pesquisa são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 — Reagentes utilizados

Reagente	Origem
Casca de ovo	Comércio local
APTES	Sigma
Quitosana	Sigma
Ácido cítrico	Neon
Ácido fítico	Sigma

Fonte: O Autor (2024).

#### 3.2 METODOLOGIA

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Beneficiamento (Labene) da Universidade Federal de Santa Catarina, no Campus de Blumenau.

##### 3.2.1 Preparação da casca de ovo

Para a remoção de quaisquer resíduos orgânicos presentes na casca de ovo e sua completa desidratação pré-moagem, foi seguido o método de Proença *et al.* (2021). Dessa forma, as cascas de ovo foram então colocadas na mufla a  $500^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$  durante uma hora para a decomposição de material orgânico, após isto, as cascas foram lavadas em água destilada e secas em estufa a  $120^{\circ}\text{C}$  por uma hora.

Após as cascas estarem secas, estas foram submetidas a moagem com auxílio de um pistilo, após a moagem, utilizou-se uma peneira de 45 micrometros para separação dos particulados, utilizando apenas os particulados que passaram da peneira.

##### 3.2.2 Tratamento com Ureia

Primeiramente, 12 amostras de algodão pré-alvejado de 15 g foram pesadas e separadas, sendo colocadas nos canecos da máquina de tingir por esgotamento, com rampa de aquecimento por infravermelho. Após isto, uma solução com 1 g/L de ureia foi adicionada aos canecos, levando em conta uma relação de banho de 1:10.

Em seguida, os canecos foram submetidos a 130°C, com uma rampa de aquecimento de 3°C/minuto durante 30 minutos.

Após o fim do processo de esgotamento, as amostras foram espremidas em foulard para a retirada do excesso de solução a uma pressão de 1,5 bar e uma velocidade de 3 m/min, seguido de uma secagem por 5 minutos a 90°C na estufa.

### **3.2.3 Deposição camada por camada**

Uma solução foi preparada adicionando 2% (m/v) de quitosana em uma solução aquosa contendo ácido acético 10% (m/v), e mantido por agitação magnética por 12 horas para uma melhor solubilização, com um pH em torno de 5. Após isto, foram incorporados, 2% e 4% das micropartículas de casca de ovo em 250 mL dessa solução.

As amostras previamente tratadas com ureia primeiramente foram mergulhadas nessa solução de quitosana com a respectiva porcentagem de nanopartículas por 5 minutos, sob agitação, com o emprego de um bastão de vidro. Após este tempo, as amostras seguiram para impregnação por foulard, a 1,5 bar à 2 m/min, e posterior secagem em estufa por 5 minutos a 100°C.

Após a secagem, as amostras então foram mergulhadas em uma solução de 0,1% (m/v) de APTES, por 5 minutos sob agitação utilizando um bastão de vidro. Então seguidos para impregnação por foulard a 1,5 bar e 2 m/min, e secagem em estufa por 5 minutos a 100°C. Posteriormente, as amostras foram mergulhadas em uma solução de ácido fítico 10% (v/v), por 5 minutos sob agitação utilizando um bastão de vidro. Então seguidos para impregnação por foulard, a 1,5 bar e 2 m/min, e posterior secagem em estufa por 5 minutos a 100°C.

As amostras foram então separadas e pesadas para posterior análise. Vale ressaltar que a sequência anterior de aplicações dos reagentes constitui um ciclo, podendo esse ciclo ser repetido, com isso foram obtidas amostras com 1 ciclo (1 passada) e 2 ciclos (2 passadas), a fim de investigar se maior deposição de reagentes na amostras resultaria em alterações importantes no desempenho final de retardância e nas características visuais do tecido.

### **3.2.4 Ensaio de resistência a tração mecânica**

Os testes de resistência à tração das amostras foram realizados antes e depois da aplicação do tratamento de retardância de chama, conforme especificado pela norma ISO 13934-1:2016. O objetivo foi verificar se houve alterações nas propriedades mecânicas do substrato após a funcionalização. Foi utilizado o equipamento de ensaios universal da marca Instron, localizada no Laboratório de

Ensaio Mecânicos (LEM) da UFSC, campus Blumenau. Cada amostra possuía dimensões de 50x100 mm, com espessura de 0,77 mm e foram testadas a uma velocidade de 100 mm/min, sendo uma garra fixada a 30 mm da base inferior, e a outra garra a 30 mm da base superior.

### **3.2.5 Ensaio de retardância à chama**

A norma ASTM-D 6413:2008, intitulada “Método padrão de teste para resistência à chamas de têxteis (teste vertical)”, foi utilizada para avaliar as amostras, cada uma medindo 30 x 7,6 cm. Os testes de combustão foram conduzidos dentro de uma capela com sistema de exaustão controlada. Conforme Oliveira (2020), um gabarito de aço galvanizado foi projetado para acomodar as amostras de tecido de acordo com as especificações da norma, posicionado verticalmente e suspenso por um suporte universal. Cada amostra foi fixada no gabarito de modo que um bico de Bunsen pudesse ser posicionado a 1 cm abaixo da base do tecido.

A altura da chama foi ajustada variando a abertura do gás em aproximadamente 4 cm, e colocando o tecido a 1 cm do bico. Com o bico de Bunsen aceso e utilizando um cronômetro, as amostras foram expostas diretamente à chama por um período de 12 segundos. Após esse tempo, o bico de Bunsen foi afastado e o tempo de combustão foi registrado para cada amostra. Ao final do teste, foram determinados o tempo de queima e o comprimento carbonizado da amostra.

### **3.2.6 Análise de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

A análise de FTIR foi realizada no Laboratório de Análises Térmicas e Espectroscopia (LTE) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Campus Blumenau, utilizando o Frontier FTIR, da Perkin Elmer®.

### **3.2.7 Análise Termogravimétrica (TGA)**

As análises de TGA foram realizadas na Fundação Universidade Regional de Blumenau (FURB), utilizando o equipamento de Análises térmicas e termogravimétricas (TGA)..

### **3.2.8 Análise de cor**

As análises da coloração das amostras foram realizadas no Laboratório

Integrado Têxtil (LINTEX), no campus Blumenau, da UFSC. Foi utilizado o Espectrofotômetro Visível, Datacolor 500 para a leitura das amostras.

### **3.2.9 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria de Raios X Dispersiva por Energia (EDS)**

As análises de MEV e EDS foram realizadas na Fundação Universidade Regional de Blumenau (FURB), utilizando o equipamento de Análises de Microscopia eletrônica de Varredura com o acoplamento de EDS.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

As análises preliminares de retardância à chama se mostraram inconclusivas, pois as amostras padronizadas e separadas exclusivamente para a queima não exibiram o comportamento esperado, propagando a chama e carbonizando por inteiro, como mostrado nas Figuras 7 e 8.

Um possível fator que pode ter contribuído para que a primeira leva de amostras não atingisse o resultado experimental desejado pode ter sido um erro durante a parte experimental. Portanto, será realizado um novo teste utilizando um novo lote de amostras para obter um resultado mais conclusivo, que será apresentado no dia da defesa.

Contudo, foi realizada a queima de outro lote de amostras, destinadas às análises FTIR, espectrofotômetro e tração mecânica. Estas, no entanto, apresentaram o comportamento esperado de queima, corroborando a hipótese de um erro operacional nas amostras preparadas exclusivamente para a análise de queima.

### 4.1 MASSA DAS AMOSTRAS APÓS FUNCIONALIZAÇÃO

Após cada processo, as amostras então foram devidamente pesadas, e calculado também a porcentagem de ganho de massa em relação a sua massa inicial, com pode ser observado na Tabela 3.

Tabela 3 — Massa das amostras após cada etapa do processo. (continua)

Amostra	Massa inicial (g)	Pós ureia (g)	Pós ureia (%)	Pós tratamento (g)	Pós tratamento (%)
Sem tratamento	7,02	-----	-----	-----	-----
Sem tratamento Duplicata	7,04	-----	-----	-----	-----
2% ES – 1 Ciclo	7,64	7,80	2,09	8,96	17,28
2% ES – 1 Ciclo Duplicata	7,52	7,87	4,64	8,96	19,15
2% ES – 2 Ciclo	7,88	8,15	3,43	9,71	23,22
2% ES – 2 Ciclo , Duplicata	8,13	8,48	4,31	9,78	20,30



Tabela 3 — Massa das amostras após cada etapa do processo. (conclusão)

Amostra	Massa inicial (g)	Pós ureia (g)	Pós ureia (%)	Pós tratamento (g)	Pós tratamento (%)
4% ES – 1 Ciclo	7,66	7,89	3,00	8,78	14,62
4% ES – 1 Ciclo Duplicata	7,91	8,03	1,52	9,05	14,41
4% ES – 2 Ciclo	8,22	8,69	5,72	9,50	15,57
4% ES – 2 Ciclo Duplicata	7,72	8,10	4,92	8,96	16,06

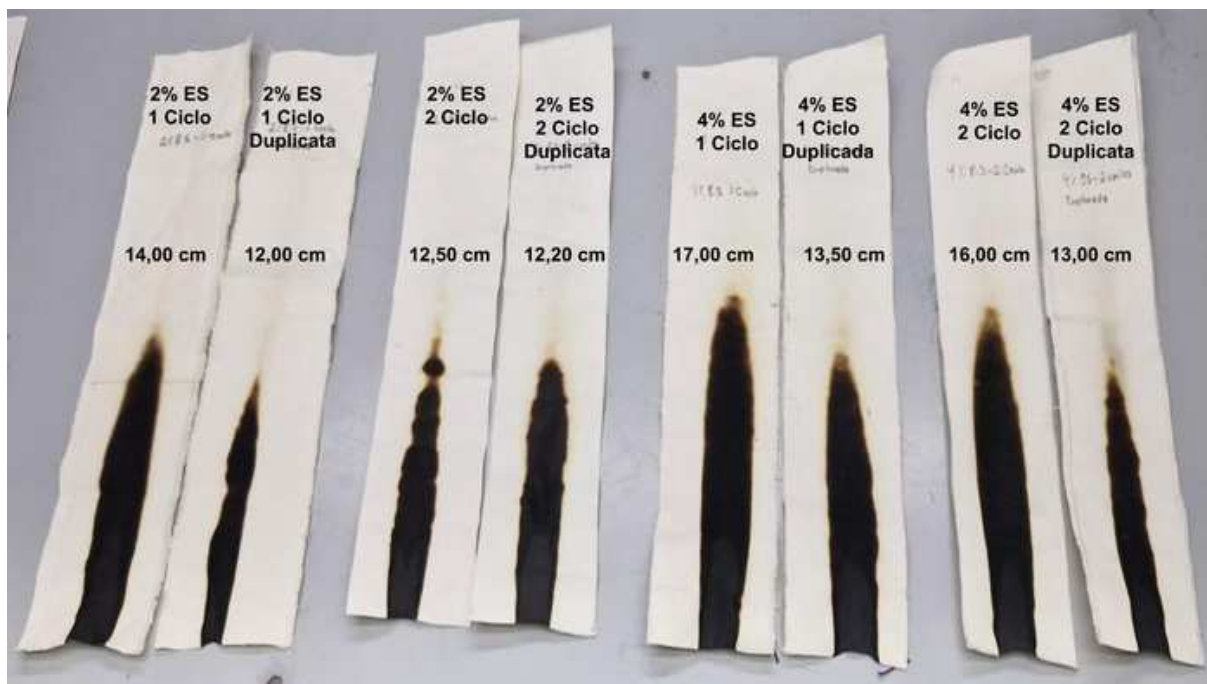
Fonte: O autor (2024).

Com os dados, é possível notar que com o aumento dos ciclos, a massa das amostras aumentaram, porém as amostras contendo apenas 2% de casca de ovo, obtiveram um valor de massa superior as amostras com 4% de casca de ovo. Um fator que pode ser atribuído para este fato, pode ser devido à uma saturação da concentração da casca de ovo.

#### 4.2 RETARDÂNCIA À CHAMA

As amostras com 2% de casca de ovo mostraram ter resultados melhores de resistência a chamas em comparação as amostras com 4% de casca de ovo, como pode ser observado na Figura 7.

Figura 7 — Amostras tratadas pós queima



Fonte: O autor (2024).

Ao analisar-se as imagens da Figura 7 com a Tabela 4, pode-se notar os comportamentos distintos entre as amostras sem tratamento e as tratadas com 2% e 4% de casca de ovo, conforme os critérios de resistência ao fogo da norma NFPA 701. A norma especifica que a propagação de chamas em materiais têxteis deve ser minimizada, e a forma como as amostras se comportaram ao fogo oferece insights importantes sobre a eficácia do tratamento.

Nas amostras sem tratamento, tanto a amostra principal quanto a duplicata sofreram carbonização total, o que significa que foram completamente consumidas pelo fogo. Além disso, o tempo de queima prolongado, entre 65 e 70 segundos, demonstra que o material continuou queimando mesmo após a remoção da chama, o que desqualifica essas amostras segundo os critérios da NFPA 701. A carbonização total observada indica que o material não oferece resistência ao fogo, falhando em atender aos requisitos mínimos da norma.

Por outro lado, as amostras tratadas com 2% de casca de ovo, no primeiro e segundo ciclos apresentaram um desempenho muito mais favorável. O tempo de exposição à chama foi de 12 segundos para todas essas amostras. Após esse período, a chama foi removida, e não houve propagação adicional do fogo, o que já indica um cumprimento dos requisitos de contenção de chama da norma. A variação de massa foi controlada, com perdas de massa entre 0,10g e 0,38g, e o comprimento carbonizado variou entre 12,00 e 14,00 cm, ambos dentro dos limites estabelecidos pela NFPA 701. Portanto, o tratamento com 2% ES não apenas

impediu a propagação da chama, mas também manteve o comprimento carbonizado abaixo do limite de 16,5 cm, cumprindo os critérios de segurança da norma.

As amostras tratadas com 4% de casca de ovo também não apresentaram propagação de chamas após os 12 segundos de exposição ao fogo, confirmando que o tratamento é eficaz em interromper a combustão. No entanto, algumas amostras tratadas com 4% ES mostraram comprimentos carbonizados superiores, com a amostra de apenas um ciclo atingindo 17,00 cm, o que ultrapassa o limite máximo de 16,5 cm definido pela NFPA 701. Isso sugere que, apesar do controle sobre a propagação de chamas, a concentração mais alta de ES pode ter provocado um aumento na extensão da carbonização em certas situações. A variação de massa dessas amostras foi ligeiramente maior, variando de 0,32g a 0,45g, indicando um pouco mais de combustão em comparação às amostras tratadas com 2%.

Tabela 4 — Tempo de queima das amostras

Amostra	Massa inicial (g)	Massa Pós Queima (g)	Varição da massa (g)	Tempo de Queima (s)	Comprimento carbonizado (cm)
Sem tratamento	7,02	Carbonização total	Carbonização total	70	Carbonização total
Sem tratamento Duplicata	7,04	Carbonização total	Carbonização total	65	Carbonização total
2% ES – 1 Ciclo	7,79	7,41	0,38	12	14,00
2% ES – 1 Ciclo Duplicata	7,89	7,79	0,10	12	12,00
2% ES – 2 Ciclo	7,58	7,38	0,20	12	12,50
2% ES – 2 Ciclo Duplicata	7,70	7,39	0,31	12	12,20
4% ES – 1 Ciclo	7,90	7,45	0,45	12	17,00
4% ES – 1 Ciclo Duplicata	7,81	7,49	0,32	12	13,50
4% ES – 2 Ciclo	7,22	6,83	0,39	12	16,00
4% ES – 2 Ciclo Duplicata	7,75	7,41	0,34	12	13,00

Fonte: O autor (2024).

Segundo a norma NFPA 701, todas as amostras estariam passadas em relação ao tempo de queima, porém quando se observa o comprimento carbonizado a amostra de 4%ES - 1 Ciclo já estaria reprovado, e a contendo 2 ciclos estaria bem próximo do limite aceitável, que é 16,50 centímetros de comprimento carbonizado. O que se faz corrobora com os fatos anteriores de que as amostras contendo 2% de casca de ovo seriam as melhores escolhas.

#### 4.3 ENSAIO DE TRAÇÃO MECÂNICA

Na figura 8, é possível observar as amostras sem tratamento pós teste de tração. Com pouco menos de 8 KPa, elas obtiveram um valor de deformação em torno de 2,5%, e seu rompimento aconteceu bem próximo a garra.

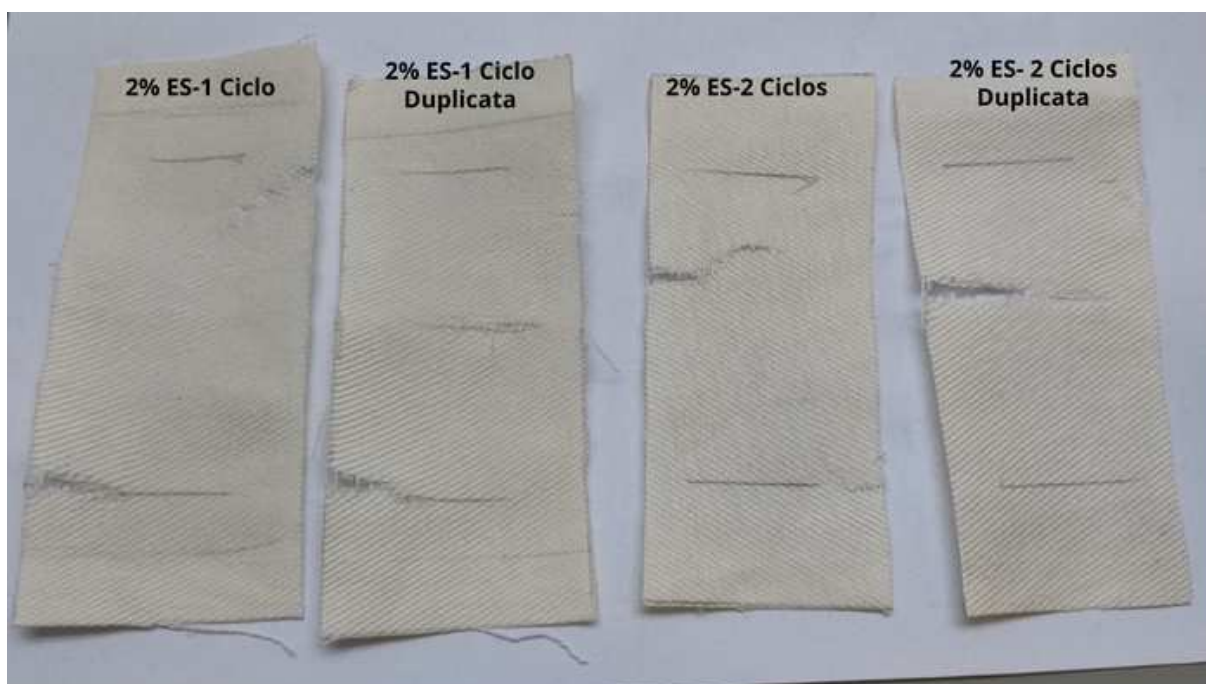
Figura 8 — Amostra sem tratamento com duplicata pós teste de tração mecânica



Fonte: O autor (2024).

Na Figura 9, é possível observar as amostras pós ensaio. As amostras contendo 2% de casca de ovo em um ciclo, obtiveram um resultado de rompimento próximo ao meio do amostra, mostrando uma uniformidade melhor em sua estrutura, se comparado com as amostras com 2 ciclos, que tiveram seu rompimento próximos a marcação da garra, como aconteceu com as amostras sem tratamento.

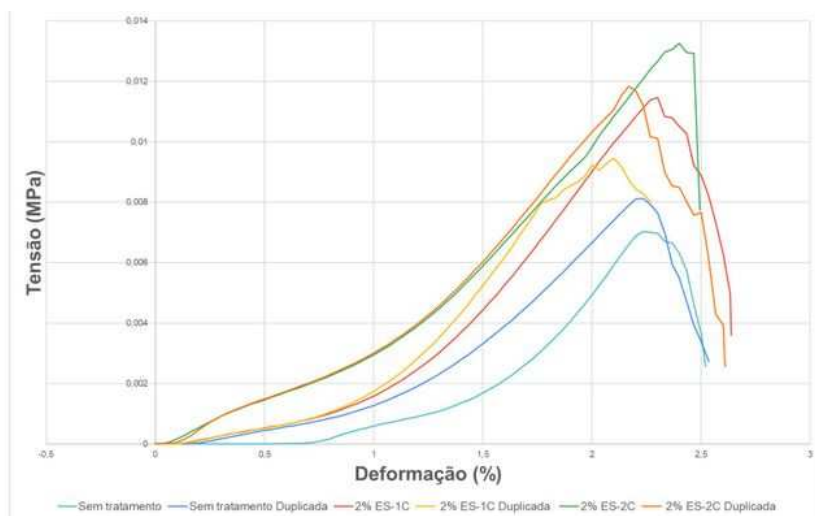
Figura 9 — Amostras contendo 2% de casca de ovo com 1 e 2 Ciclos e suas duplicadas



Fonte: O autor (2024).

Analisando a Figura 10, observa-se que as amostras sem tratamento necessitaram de uma tensão máxima em torno de 0,008 MPa, enquanto as amostras tratadas apresentaram valores superiores a 0,01 MPa. Uma exceção foi a amostra duplicada com 2% de casca de ovo e 1 ciclo, possivelmente devido a uma falta de homogeneidade ou eficácia nas deposições de camadas. Notou-se que a amostra tratada com 2% ES-1 Ciclo necessitou de uma tensão superior a 0,0115 MPa para seu rompimento. Além disso, foi possível observar que com o aumento do número de ciclos, maior foi a tensão necessária para o rompimento das amostras.

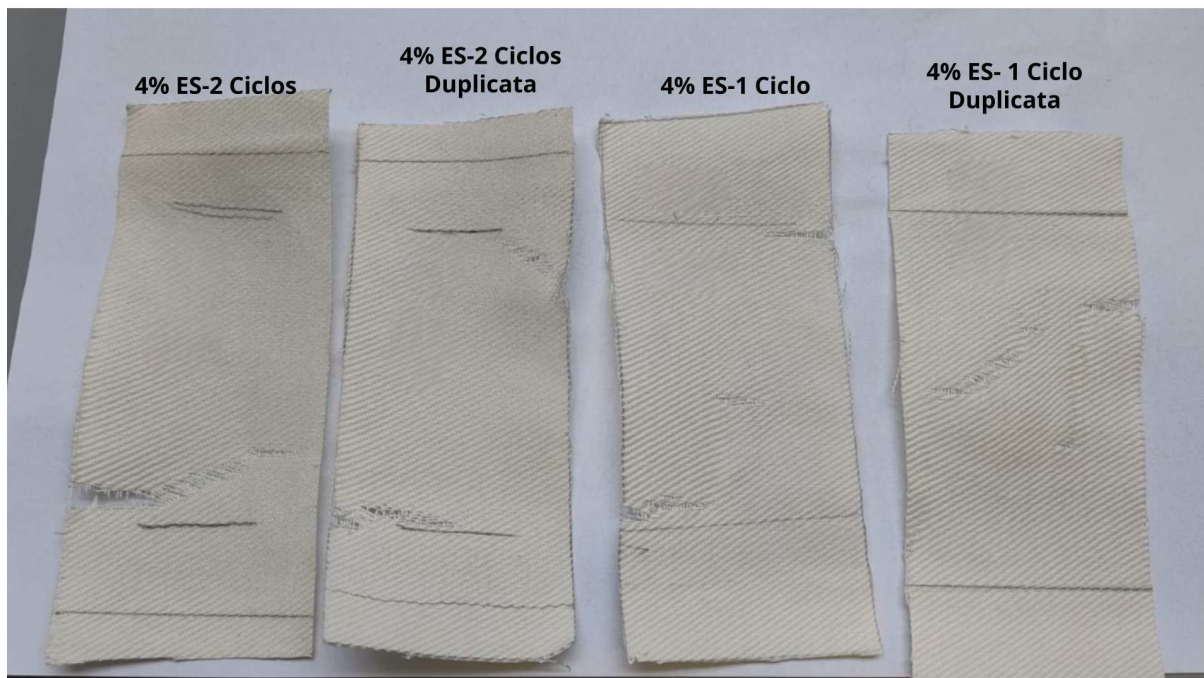
Figura 10 — Diagrama tensão x deformação pós teste de tração mecânica das amostras: Sem tratamento, sem tratamento duplicada 2% ES-1Ciclo, 2% ES-1Ciclo duplicata, 2% ES-2Ciclo e 2% ES-2Ciclo duplicata.



Fonte: O autor (2024).

Em relação às amostras contendo 4% de casca de ovo, é possível notar na Figura 11 que elas tiveram um rompimento mais próximo às garras.

Figura 11 — Amostras contendo 4% de casca de ovo com 1 e 2 Ciclos e suas duplicadas

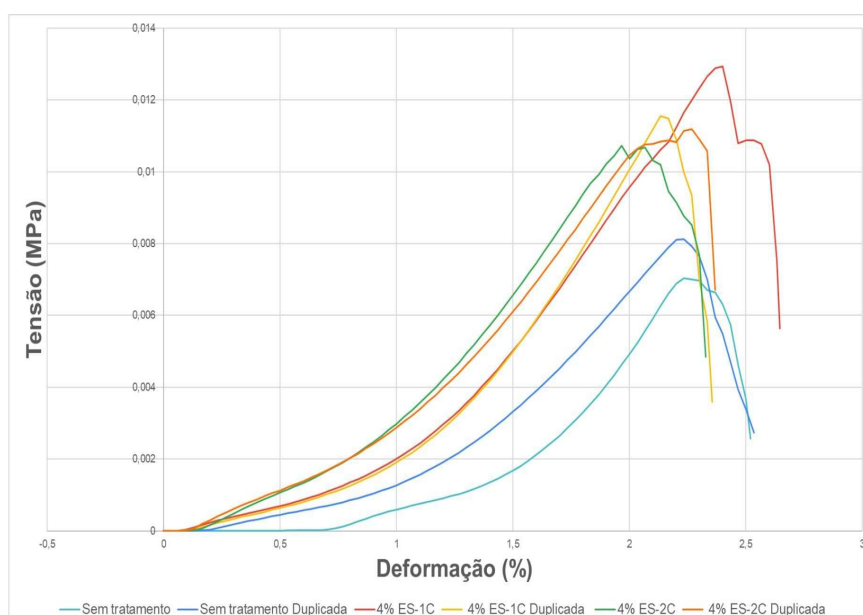


Fonte: O autor (2024).

Ao compararmos as Figuras 10 e 11, é possível notar que não houve um aumento em relação às amostras com 2% de casca de ovo em relação a tensão, já em relação a deformação é possível notar que houve uma ligeira diminuição em sua

porcentagem de deformação, principalmente ao se comparar as amostras com 4% ES - 1 Ciclo com as amostras de 4% ES - 2 Ciclos, apresentadas na Figura 12. Tal fato pode ser atrelado a maior deposição de casca de ovo nas amostras com 4%, que torna diminui a maleabilidade da fibra, sendo necessário uma menor tensão para seu rompimento.

Figura 12 — Diagrama tensão x deformação pós teste de tração mecânica das amostras: Sem tratamento, sem tratamento duplicada 4% ES-1Ciclo, 4% ES-1Ciclo duplicata, 4% ES-2Ciclo e 4% ES-2Ciclo duplicata.



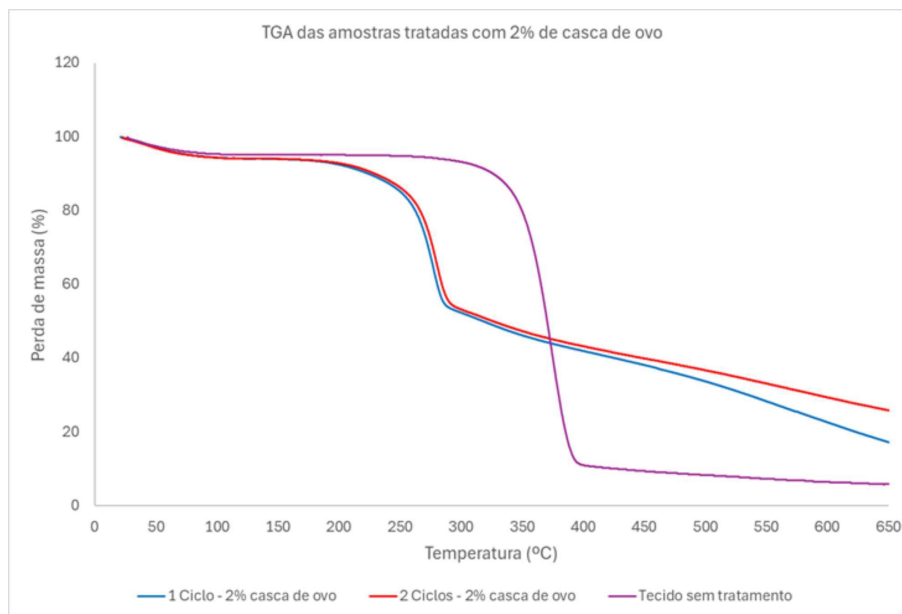
Fonte: O autor (2024).

## 4.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

### 4.4.1 Tecido tratado com 2% de casca de ovo

Como pode ser observado na Figura 7, a amostra sem tratamento apresenta inicialmente uma perda de massa de cerca de 7% referente a secagem e desidratação do algodão, que devido ao aumento progressivo de temperatura perde a água livre e estrutural naturalmente presentes nas fibras. Foi observado uma única queda acentuada de perda mássica ao redor de 350 e 400°C. Este comportamento é típico da degradação térmica do algodão puro, que ocorre em uma etapa principal devido à decomposição da celulose. Em 650 °C a perda mássica da amostra não tratada foi de cerca de 96%, deixando um residual de cerca de 4%.

Figura 13 — TGA das amostras tratadas com 2% de casca de ovo e sem tratamento



Fonte: O autor (2024).

A amostra tratada com apenas 1 ciclo de aplicação contendo 2% de casca de ovo apresentou também uma perda inicial de 7% de umidade natural da fibra. Nesse caso, a curva apresentou uma degradação em múltiplas etapas, com uma perda inicial mais gradual seguida de uma queda mais acentuada próxima a 300-350°C, e uma continuação mais lenta de perda de massa até próximo de 600°C. A presença de casca de ovo e outros compostos introduzidos pelo tratamento contribui para a formação de uma barreira protetora que retarda a degradação térmica. A casca de ovo, composta principalmente de carbonato de cálcio, pode decompor-se a temperaturas mais baixas, liberando CO<sub>2</sub> e formando uma camada de carbonato que oferece uma proteção adicional na superfície das fibras. Em 650 °C a perda mássica da amostra tratada foi de cerca de 83%, deixando um resíduo carbonoso final de cerca de 17%.

A amostra tratada com 2 ciclos de aplicação contendo 2% de casca de ovo mostrou um perfil de degradação similar ao tratamento com 1 ciclo, porém a perda de massa inicial é ainda mais gradual. O aumento da concentração de casca de ovo e dos demais componentes da formulação na amostra aumenta ainda mais sua resistência térmica. A maior quantidade de materiais retardantes de chama proporciona uma proteção térmica mais eficaz, retardando a decomposição do algodão e aumentando a estabilidade térmica global do tecido. Ambos os tratamentos (1 e 2 ciclos) aumentam significativamente a resistência térmica do tecido de algodão em comparação com o tecido não tratado. No entanto, 2 ciclos de aplicação oferecem uma proteção adicional, como mostrado pela curva de degradação mais prolongada. Em 650 °C a perda mássica da amostra tratada foi de



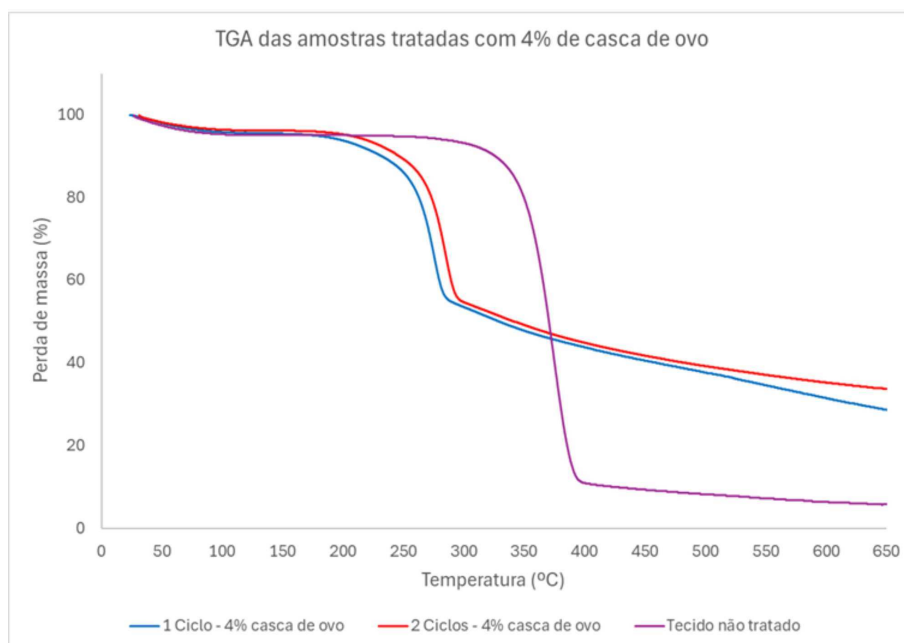
cerca de 74%, deixando um resíduo carbonoso final de cerca de 26%.

#### **4.4.2 Tecido tratado com 4% de casca de ovo**

Uma perda mássica inicial até 150°C também foi observada na Figura 8 para as amostras tratadas com a formulação contendo 4% de casca de ovo. Pelas mesmas razões abordadas na análise anterior, o aumento progressivo da temperatura promove uma desidratação da fibra antes do início da degradação. Para a amostra tratada com 1 ciclo de aplicação camada por camada, a curva apresenta uma degradação em múltiplas etapas, com uma perda inicial mais gradual seguida de uma queda mais acentuada próxima a 300-350°C, e uma continuação mais lenta de perda de massa até 600°C. A presença de casca de ovo e outros compostos como o ácido fítico, a ureia e o composto silano contribuem para a formação de uma barreira protetora que retarda a degradação térmica das fibras. Em 650 °C a perda mássica da amostra tratada com 1 ciclo contendo 4% de casca foi de cerca de 71%, deixando um resíduo carbonoso final de cerca de 29%.

A amostra tratada com 2 ciclos de aplicação contendo 4% de casca de ovo apresentou um perfil de degradação similar ao tratamento com 1 ciclo de 4% de casca de ovo, mas a perda de massa inicial é ainda mais gradual, e a degradação completa se estende até temperaturas mais altas. O aumento do número de ciclos de aplicação do tratamento com casca de ovo e outros compostos aumenta ainda mais a resistência térmica do tecido. A maior quantidade de materiais retardantes de chama proporciona uma proteção térmica mais eficaz, retardando a decomposição do algodão e aumentando a estabilidade térmica global do tecido. Em 650 °C a perda mássica da amostra tratada com 2 ciclos contendo 4% de casca foi de cerca de 66%, deixando um resíduo carbonoso final de cerca de 34%.

Figura 14 — TGA das amostras tratadas com 4% de casca de ovo e sem tratamento



Fonte: o autor (2024).

#### 4.5 ANÁLISE DE COR POR MEIO DE ESPECTROFOTOMETRIA

A Tabela 5 mostra os dados da análise de cor em comparação à amostra padrão, que é a amostra sem tratamento. A coordenada L indica a luminosidade, que indica o quão claro ou escuro é um determinado tom de cor; a coordenada a indica tonalidades de vermelho (se positivo) e tonalidades de verde (se negativo); e a coordenada b indica tonalidades de amarelo (se positivo) e tonalidades de azul (se negativo) (Salem, 2020; Lange, 2022).

É possível notar que todas as amostras apresentaram tonalidades mais escuras em relação ao padrão, o que indica o depósito das camadas de casca de ovo. Quanto maior a concentração de casca de ovo e o número de passadas, mais amareladas as amostras ficaram. Esse efeito pode ser explicado pelo fato de o ácido fítico e a quitosana apresentarem uma coloração amarelada, indicando seu depósito sobre a fibra.

Em relação à cor avermelhada, houve uma diminuição dessa coordenada com o aumento das passadas e da concentração da casca do ovo.

Quanto à força colorística, esta refere-se à intensidade ou saturação de uma cor, medindo quão vibrante ou forte ela aparece. No espaço de cores CIELAB, está relacionada à saturação e luminosidade, onde cores altamente saturadas são mais intensas e puras, enquanto cores menos saturadas são mais desbotadas (Salem, 2020; Bechtold; Pham, 2023). Nas amostras analisadas, observou-se um aumento proporcional ao aumento das passadas e da concentração, o que faz sentido,

considerando que houve um maior depósito de casca de ovo, intensificando a coloração e, conseqüentemente, aumentando a força colorística.

Tabela 5 — Dados do espaço CieLab e Força Colorística (K/S) das amostras

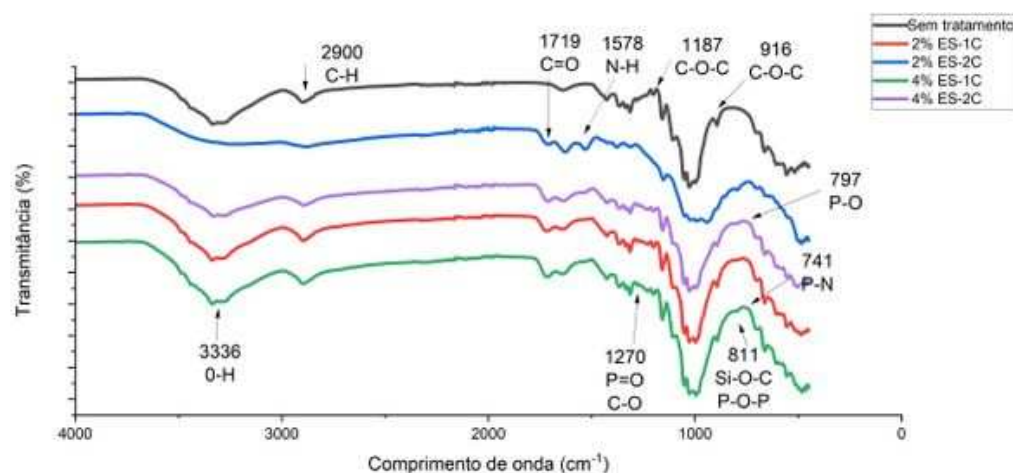
Amostra	Cie L	CIE a	CIE b	Força Colorística (K/S)
Sem tratamento	92,62	-0,37	11,72	-----
Sem tratamento - Duplicata	92,44	-0,29	12,26	104,60
2% ES – 1 Ciclo	87,32	1,07	15,52	227,46
2% ES – 1 Ciclo - Duplicata	88,22	1,37	15,56	204,40
2% ES – 2 Ciclo	87,80	0,55	15,93	219,16
2% ES – 2 Ciclo - Duplicata	89,98	0,39	15,91	241,07
4% ES – 1 Ciclo	87,52	0,98	16,11	227,21
4% ES – 1 Ciclo - Duplicata	87,34	0,91	15,27	224,21
4% ES – 2 Ciclo	87,00	0,60	16,22	223,75
4% ES – 2 Ciclo - Duplicata	87,65	0,77	16,08	224,29

Fonte: O autor (2024).

#### 4.6 ANÁLISE DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Como pode ser observado na Figura 17, vários picos foram observados tanto na amostra sem tratamento quanto nas amostras tratadas, indicando a presença de estruturas básicas de celulose. O pico em  $3336\text{ cm}^{-1}$ , relacionado ao estiramento de O-H, indicou a presença de grupos hidroxila característicos da celulose do algodão (He, 2014; Oliveira, 2020). O pico em  $2900\text{ cm}^{-1}$ , correspondente ao estiramento de C-H, é comum nas cadeias de celulose do algodão, enquanto o pico em  $1187\text{ cm}^{-1}$  é atribuído ao estiramento de C-O-C ou C-O, que é típico das ligações éter e hidroxila na estrutura de celulose (He, 2014; Oliveira, 2020).

Figura 15 — Espectros FTIR da amostra sem tratamento em comparação com as amostras tratadas.



Fonte: O autor (2024).

No espectro das amostras que foram tratadas, foram observados picos específicos que não estavam presentes no espectro da amostra sem tratamento. O pico em  $1719\text{ cm}^{-1}$  foi atribuído ao estiramento do grupo carbonila (C=O), sugerindo a presença de compostos carbonilados possivelmente derivados da oxidação dos grupos hidroxila ou da incorporação de grupos amídicos e carboxílicos (Liu *et al.*, 2023; Ma *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2020). O pico em  $1578\text{ cm}^{-1}$  foi associado à deformação de ligações N-H ou C=N, indicando a incorporação de compostos nitrogenados, possivelmente provenientes da quitosana ou de interações com o APTES (Li *et al.*, 2020; Oliveira, 2020). O pico em  $1270\text{ cm}^{-1}$  foi atribuído ao estiramento da ligação P=O ou C-O, indicando a presença de grupos fosforados ou ésteres (Fang *et al.*, 2021). O pico em  $916\text{ cm}^{-1}$  foi associado a vibrações de estiramento de ligações Si-O ou deformações fora do plano, sugerindo a presença de sílica na modificação do substrato (Cheng, 2014). O pico em  $811\text{ cm}^{-1}$  corresponde a vibrações de estiramento de ligações Si-O-Si ou P-O-P, indicando a presença de compostos silano ou fosforados na amostra tratada, enquanto o pico em  $797\text{ cm}^{-1}$  foi relacionado ao estiramento de ligações P-O ou deformações de C-H, sugere a presença de fósforo ou hidrocarbonetos modificados (Lu *et al.*, 2018; Oliveira, 2020). Finalmente, o pico em  $741\text{ cm}^{-1}$  foi atribuído às deformações fora do plano de C-H em anéis aromáticos, indicando a possível presença de compostos aromáticos (Lu *et al.*, 2018).

As amostras tratadas apresentaram um comportamento semelhante em relação aos seus picos, com exceção da amostra com 2% ES-2C, que se destacou por não formar picos acentuados em  $3336$  e  $2900\text{ cm}^{-1}$ . Isso pode ser atribuído a uma interação química com os grupos O-H e C-H da celulose, alterando esses picos. Essa interação é corroborada pela presença de um pico bem definido em  $1578\text{ cm}^{-1}$ ,

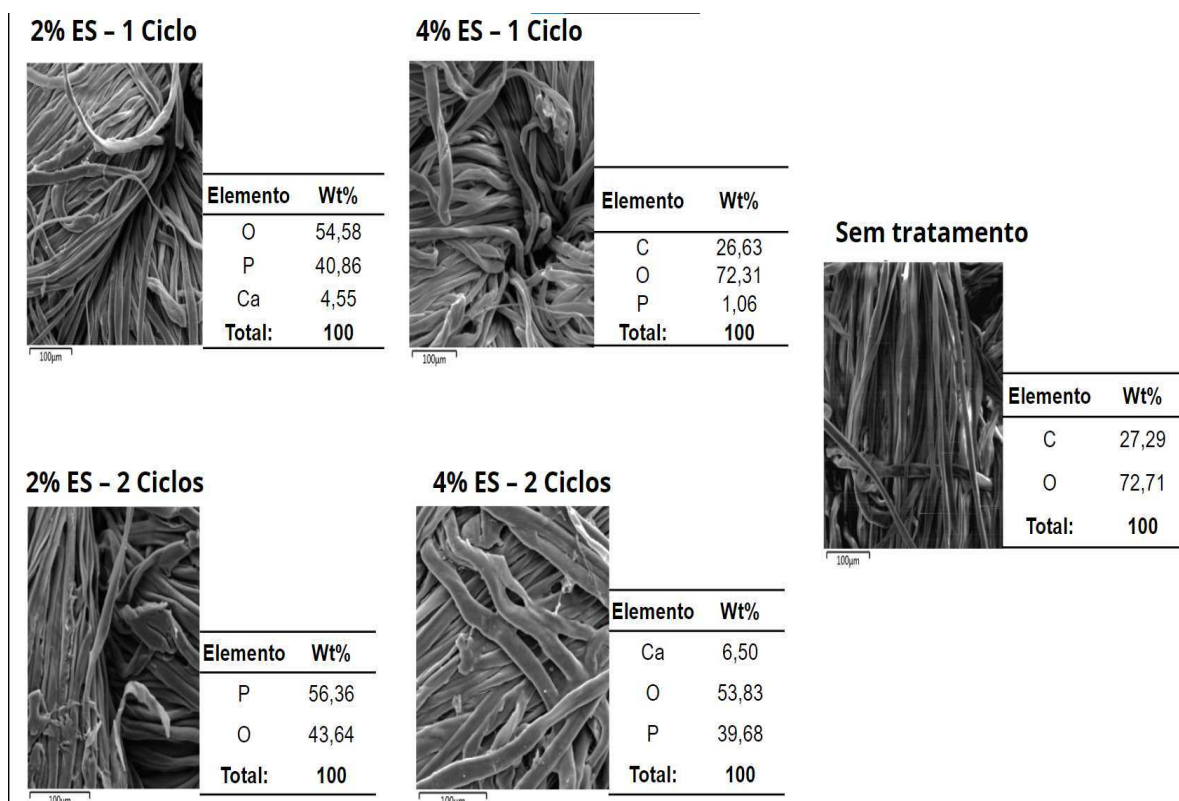
indicando uma incorporação mais eficiente de compostos nitrogenados, sugerindo uma interação mais eficiente com as camadas aplicadas

#### 4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROMETRIA DE RAIOS X DISPERSIVA POR ENERGIA (EDS)

Para avaliar as amostras sobre sua morfologia e composição, utilizou-se as técnicas de MEV e EDS, a primeira permite a visualização de detalhes em escala nanométrica e oferece uma grande profundidade de campo, enquanto a segunda analisa a composição elemental das amostras.

A Figura 16 mostra a análise de todas as amostras, Nesta imagem, comparando as amostras com tratamento com a sem tratamento, é possível ver uma ligeira mudança em seu aspecto, porém é na amostra de 4% ES - 2 Ciclos onde pode-se ver alguns aglomerados mais facilmente, isso pode ser devido a uma maior concentração casca de ovo, o que pode ter gerado essa estrutura mais visível, o que corrobora para esta afirmação, é o fato desta amostra apresentar a maior concentração de cálcio entre as outras.

Figura 16 — Análise de MEV e EDS das amostras com e sem tratamento



Fonte: O autor (2024).

Em relação as amostras tratadas, é notório ver que o tratamento foi eficaz,

pela alta presença do fósforo em todas as amostras, elemento na qual, a amostra sem tratamento não apresentou. As amostras contendo 2% de casca de ovo, obtiveram os maiores resultados de fosforo, o que corrobora com os dados anteriormente analisados, sobre como estas amostras obtiveram resultados superiores em relação as amostras contendo 4% de casca de ovo. Além disso, é importante ressaltar que a amostra contendo 2% ES - 2 Ciclos, foi a amostra que obtive o maior resultado de fósforo, e juntamente, a melhor eficiência no retardamento de chama em comparação com as outras amostras.

## 5 CONCLUSÃO

É possível concluir que, segundo os critérios da NFPA 701, o tratamento com 2% de casca de ovo é mais eficaz na prevenção da propagação de chamas e na manutenção do comprimento carbonizado dentro do limite de 16,5 cm. O aumento do número de ciclos também demonstrou melhorar as propriedades das amostras. Embora o tratamento com 4% de casca de ovo tenha sido eficaz em interromper a propagação de chamas, algumas amostras apresentaram extensões de carbonização que excederam o limite permitido pela norma. Isso evidencia que a concentração de 2% de casca de ovo é mais apropriada para atender aos requisitos de resistência ao fogo e segurança estabelecidos pela NFPA 701, sendo a escolha ideal para aplicações que exigem controle da propagação do fogo e da extensão da carbonização.

A análise de tração mecânica revelou que as amostras com 2% de casca de ovo em um ciclo romperam-se de maneira mais uniforme, enquanto as amostras com 2 ciclos e as não tratadas romperam próximas à marcação da garra. As amostras não tratadas exigiram uma tensão máxima de cerca de 0,008 MPa, enquanto as tratadas apresentaram valores superiores a 0,01 MPa, com exceção de uma amostra duplicada que pode ter sofrido de falta de homogeneidade. Observou-se que, com o aumento do número de ciclos, a tensão necessária para o rompimento também aumentou, enquanto as amostras com 4% de casca de ovo apresentaram rompimentos mais próximos das garras.

A análise térmica mostrou que as amostras não tratadas de algodão degradaram-se significativamente a 650 °C, com perdas de massa de até 96%, enquanto as amostras tratadas com 2% de casca de ovo apresentaram uma degradação mais lenta, com uma perda de massa de 83% a 650 °C. Aumentar a concentração para 4% de casca de ovo resultou em perdas iniciais de massa até 150 °C, seguidas por uma degradação mais gradual. As amostras com 4% em 2 ciclos mostraram uma perda de massa de 66% a 650 °C, evidenciando que a casca de ovo forma uma barreira protetora, retardando a decomposição do algodão em altas temperaturas.

A análise de cor indicou que todas as amostras tratadas tornaram-se mais escuras e amareladas, possivelmente devido ao depósito de ácido fítico e quitosana, com um aumento na força colorística associado ao número de passadas e à concentração de casca de ovo. A análise FTIR demonstrou mudanças significativas nos picos de absorção, indicando modificações químicas resultantes do tratamento. As amostras tratadas mostraram novos picos, como em 1719, 1578 e 1270  $\text{cm}^{-1}$ , sugerindo a incorporação de grupos funcionais adicionais, como carbonilas e

compostos nitrogenados.

Destaca-se que a amostra com 2% ES - 2 Ciclos não apresentou picos acentuados em 3336 e 2900  $\text{cm}^{-1}$ , mas teve um pico bem definido em 1578  $\text{cm}^{-1}$ , indicando uma incorporação eficiente de compostos nitrogenados, o que se refletiu em seu desempenho no teste de resistência a chamas. Esses resultados confirmam que o tratamento alterou com sucesso a superfície do algodão, incorporando novos grupos funcionais e modificando suas propriedades químicas.

Por fim, a avaliação das amostras quanto à morfologia e composição, utilizando MEV e EDS, mostrou que as amostras tratadas apresentaram alterações visíveis, especialmente na amostra 4% ES - 2 Ciclos, que revelou aglomerados mais evidentes, possivelmente devido à maior concentração de casca de ovo e à sua quantidade de cálcio. As amostras tratadas exibiram alta presença de fósforo, ausente nas amostras não tratadas, confirmando a eficácia do tratamento. As amostras com 2% de casca de ovo demonstraram os maiores resultados de fósforo, e a amostra 2% ES - 2 Ciclos destacou-se pela melhor eficiência no retardamento de chamas, apresentando uma melhor fixação em comparação com as amostras de 4%. Esses resultados sugerem que a aplicação de casca de ovo em concentrações adequadas, combinada ao número apropriado de passadas, pode aprimorar a resistência pós-chamas, bem como as propriedades mecânicas e térmicas dos tecidos de algodão.



## REFERÊNCIAS

- ADAK, Bapan; MUKHOPADHYAY, Samrat. **Smart and Functional Textiles**. Walter de Gruyter , v. 3, f. 476, 2023, p. 343-494.
- AHMAD, Shakeel; HASANUZZAMAN, Mirza. **Cotton Production and Uses**:: Agronomy, Crop Protection, and Postharvest Technologies. Springer Nature, v. 3, f. 326, 2020, p. 1-7.
- AHMED, Naziha Sultan *et al.* Calcium carbonate nanoparticles of quail's egg shells: Synthesis and Chacarterizations. **Journal of the Mechanical Behavior of Materials**. vol. 3, p. 1-7, 2022. <https://doi.org/10.1515/jmbm-2022-0001>.
- AHMED, Shakeel; IKRAM, Saiqa. **Chitosan: Derivatives, Composites and Applications**. John Wiley & Sons, f. 258, 2017. 516 p.
- ALMEIDA, M.; ROCHA, H.; MATEUS, T. L.. **RISCOS E BENEFÍCIOS DO CONSUMO DE OVOS**. CONSUMO TECNOALIMENTAR. 2016. Disponível em: <http://www.tecnoalimentar.pt>. Acesso em: 18 nov. 2024.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PROTEÍNA ANIMA. **Relatório ABPA 2022**. ABPA. Disponível em: <https://abpa-br.org/>. Acesso em: 20 dez. 2022.
- ASSOCIAÇÃO PAULISTA DE MEDICINA. **Brasil registra quase 20 mil mortes por queimaduras em cinco anos**. APM. 2023. Disponível em: <https://www.apm.org.br/>. Acesso em: 15 ago. 2024.
- BECHTOLD, Thomas; PHAM, Tung. **Textile Chemistry**. Walter de Gruyter, v. 3, f. 386, 2023.
- BOSSA, Letícia Fernanda. *In*: VII SIMPÓSIO DE BIOQUÍMICA E BIOTECNOLOGIA. 2019. 2 ed, Campinas: Galoá, 2019.
- CHAWLA, Krishan K.. **Composite Materials: Science and Engineering**. 3 ed. University of Alabama at Birmingham: Springer New York Heidelberg Dordrecht London, 2012.
- CHENG, X. W. *et al.* A bio-resourced phytic acid/chitosan polyelectrolyte complex for the flame retardant treatment of wool fabric. **Journal of Cleaner Production**. 223, p. 342-349, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.03.157>.
- CHENG, X. W. *et al.* Preparation and Evaluation of an eco-friendly, reactive, and phytic acid-based flame retardant for wool. **Reactive and Functional Polymers**. 134, p. 58-66, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2018.11.006>.
- CHENG, X.. Antimicrobial coating of modified chitosan onto cotton fabrics. **Applied Surface Science**, vol. 309, p. 138-143, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.04.206>.
- CHOUDHURY, A. K. R.. **Flame Retardants for Textile Materials**. New York: CRC Press, v. 1, f. 214, 2020. 427 p. (Textile Institute Professional Publications).

COUNCIL, National Research *et al.* **Toxicological Risks of Selected Flame-Retardant Chemicals**. National Academies Press, v. 2, f. 267, 2000. 534 p.

DABNEY JR, C. W.. **The Cotton Plant: Its History, Botany, Chemistry, Culture, Enemies, And Uses**. Kessinger Publishing, 1896. 442 p.

FANG, Y. *et al.* Eco-friendly flame retardant and dripping-resistant of polyester/cotton blend fabrics through layer-by-layer assembly fully bio-based chitosan/phytic acid coating. **International Journal of Biological Macromolecules**, vol. 175, p. 140-146, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.02.023>.

HAMIDEH, Faridi *et al.* Application of eggshell wastes as valuable and utilizable products: A review: A review. **Research in Agricultural Engineering**. Czech Academy of Agricultural Sciences, col. 64(2), p. 104-114, 2018. DOI: 10.17221/6/2017-RAE.

HAUDEK, H. W.; VITI, Erna. **Textilfasern: Herkunft, Herstellung, Aufbau, Eigenschaften, Verwendung**. Heidelberg, Alemanha: Melliand Textilberichte, f. 361, 1980. (ISBN 3-87529-018-6).

HE, X.. Structure and properties of cotton fabrics treated with functionalized dialdehyde chitosan. **Carbohydrate Polymers**, vo. 103, p. 558-565, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.12.076>.

HSIEH, S. H. *et al.* Antimicrobial and physical properties of woolen fabrics. **Journal of Applied Polymer Science**. 94(5), p. 1999-2007, 2004. <https://doi.org/10.1002/app.21104>.

KILINC, F. S.. **Handbook of Fire Resistant Textiles**. Philadelphia: Elsevier, v. 3, f. 352, 2013. 704 p.

KUDAIBERGENOV, S. *et al.* **Thin Film Processes : Artifacts on Surface Phenomena and Technological Facets**. Thanjavur, India: IntechopenIntechopen, 2017, p. 147-149. (DOI: 10.5772/67215).

LANGE, C.. **Engenharia Têxtil: Uma abordagem simplificada**. Florianópolis, Brasil: editora UFSC, 2022.

LI, P. *et al.* Fully bio-based coating from chitosan and phytate for fire-safety and antibacterial cotton fabrics. **Carbohydrate Polymers**, vol. 237, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116173>.

LI, Z.F. *et al.* Fire retardant and thermal degradation properties of cotton fabrics based on APTES and sodium phytate through layer-by-layer assembly. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**. Vol. 123, p. 216-223, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2016.11.026>.

LIU, Y. *et al.* Effect of chitosan on the fire retardancy and thermal degradation properties of coated cotton fabrics with sodium phytate and APTES by LBL assembly. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**. Vol. 135, p. 289-298, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2018.08.024>.

LIU, Z. *et al.* Bio-based phytic acid and urea interfacial layer by layer assembly for flame-retardant cotton. **Polymer Degradation and Stability**. 216, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2023.110479>.

LU, Y. *et al.* An eco-friendly intumescent flame retardant with high efficiency and durability for cotton fabric. **Cellulose**, vol. 25, p. 5389-5404, 2018. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1930-0>.

LUSIANA, R. A.; SISWANTA, D.; MUDASIR, M.. Preparation of citric acid crosslinked chitosan/poly(Vinyl alcohol) blend membranes for creatinine transport. **Indonesian Journal of Chemistry**. Vol. 16(2), p. 144-150, 2016. DOI:10.14499/ijc-v16i2p144-150.

MA, Y. *et al.* Eco-friendly, efficient and durable fireproof cotton fabric prepared by a feasible phytic acid grafting route. **Cellulose**, v. 28, p. 3887-3899, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03767-0>.

MAITY, Subhankar; SINGHA, Kunal; PANDIT, Pintu. **Functional and Technical Textiles**. Elsevier, v. 3, f. 431, 2023. 862 p.

NAM, S. *et al.* Effect of urea additive on the thermal decomposition kinetics of flame retardant greige cotton nonwoven fabric. **Polymer Degradation and Stability**. 97(5), p. 738-746, 2012. DOI:10.1016/j.polymdegradstab.2012.02.008.

NAWAB, Y.; SHAKER, K.. **Textile Engineering**: Uma introdução. Walter de Gruyter GmbH & Co KG, v. 3, f. 174, 2023, p. 1-22, 83-88, 102-104.

O QUE É CELULOSE? Da extração à produção de papel. Croplifebrasil. 2024. Disponível em: <https://croplifebrasil.org/>. Acesso em: 23 ago. 2024.

OLIVEIRA, Carlos. **ACABAMENTO RETARDANTE DE CHAMAS EM TECIDO DE ALGODÃO A PARTIR DA INCORPORAÇÃO DE UM COMPÓSITO NANO-HÍBRIDO CAULINITA-TiO<sub>2</sub> VIA PROCESSO SOLVOTERMAL**. Florianópolis, 2020 Tese (PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA - PósENQ) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020.

OLIVEIRA, D. A. ; BENELLI, P.; AMANTE, E. R.. Green Bio-Based CaO from Guinea Fowl Eggshells. **International Workshop Advances in Cleaner Production**, 2009.

POLETTI, M.; JR., H.O.. **Cellulose**: Fundamental Aspects and Current Trends . BoD – Books on Demand, f. 143, 2015, p. 194-195.

PROENÇA, B. S. G. *et al.* Obtention of methyl esters from macauba oil using egg shell catalyst. **Chemical Engineering Research and Design**. 169, p. 288-296, 2021. DOI:10.1016/j.cherd.2021.03.015.

PUSPITASARI, P. *et al.* Physicochemical Determination of Calcium Carbonate (CaCO<sub>3</sub>) from Chicken Eggshell. **Key Engineering Materials**, p. 478-483. 2020. Doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.840.478.

RABIA, S. *et al.* One pot application of a green chemistry-based finish for cotton fabric, providing hydrophobic, flame retardant, and antimicrobial properties. **RSC Adv**

. ,14(9), p. 6146-6155, 2024. DOI:10.1039/d3ra07931g.

RATH, H. **Lehrbuch der Textilchemie**: einschließlich der textilchemischen Technologie. 3 ed. Heidelberg, Alemanha: Springer Verlag, 1972. (ISBN 3-540-05587-8).

SALEM, V.. **Tingimento Têxtil**: Fibras, Conceitos e Tecnologias. Editora Blucher, v. 1, f. 8, 2020. 15 p.

SANTOS, S. T. S. *et al.* **Análise dos constituintes inorgânicos da casca do ovo**. Scientia Plena, 8(3(a)). 2012. Disponível em: <https://www.scientiaplena.org.br/sp/article/view/896>. Acesso em: 18 nov. 2024.

SBQ. **Em 10 anos, quase 180 mil pessoas sofreram queimaduras em acidentes de trabalho**. Sociedade Brasileira de Queimaduras. 2024. Disponível em: <https://www.sbqueimaduras.org.br/>. Acesso em: 10 jul. 2024.

SYKAM, K. *et al.* Phytic acid: A bio-based flame retardant for cotton and wool fabrics. **Industrial Crops and Products**, 160 (10), 2021. DOI:10.1016/j.indcrop.2021.113349.

SYPABEKOVA , M. *et al.* Review: 3-Aminopropyltriethoxysilane (APTES) Deposition Methods on Oxide Surfaces in Solution and Vapor Phases for Biosensing Applications. **Biosensors**. Vol. 13(1), 2022. <https://doi.org/10.3390/bios13010036>.

TAIB, M. N. A. M. *et al.* Modification on nanocellulose extracted from kenaf (*Hibiscus cannabinus*) with 3-aminopropyltriethoxysilane for thermal stability in poly (vinyl alcohol) thin film composites. **Cellulose**. Vol. 31(2), p. 1-19, 2023. DOI:10.1007/s10570-023-05671-1.

TROVATO, V. *et al.* How to Address Flame-Retardant Technology on Cotton Fabrics by Using Functional Inorganic Sol–Gel Precursors and Nanofillers: Flammability Insights, Research Advances, and Sustainability Challenges. **Inorganics**. 11(7), 2023. <https://doi.org/10.3390/inorganics11070306>.

TSEGHAJ, G. B.; BERHE, B.; WAKHIRA, Y. T.. Producing fire retardant cotton fabric using chicken eggshell. **Materials Science**, 2019. DOI:10.4172/2165-8064.1000396.