

João Miguel Fernandes Ferreira

Obtenção de Fibras Têxteis Alternativas Usando Resíduos de Fontes Renováveis



João Miguel Fernandes Ferreira

**Obtenção de Fibras Têxteis Alternativas Usando Resíduos de Fontes Renováveis**







**Universidade do Minho**

Escola de Engenharia

João Miguel Fernandes Ferreira

**Obtenção de Fibras Têxteis Alternativas Usando  
Resíduos de Fontes Renováveis**

Dissertação de Mestrado

Mestrado Integrado em Engenharia Biológica

Trabalho realizado sob a orientação da

**Professora Doutora Mariana Henriques**

e da

**Doutora Catarina Guise**

Dezembro de 2021

## Direitos de autor e condições de utilização do trabalho por terceiros

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

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

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

*Licença concedida aos utilizadores deste trabalho.*



**Atribuição Não Comercial**

**CC BY-NC**

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

## Agradecimentos

Terminada a última etapa da minha formação académica quero expressar a minha gratidão a todos aqueles que contribuíram para que este projeto de dissertação fosse possível e aqueles com quem me cruzei durante os 5 anos vividos na Universidade do Minho.

Deixo um agradecimento especial:

À professora Mariana Henriques por ter aceitado o convite para ser minha orientadora, por todos os conhecimentos que me transmitiu e por todas as horas que dedicou a orientar-me.

À Dr.<sup>a</sup> Catarina Guise, do CITEVE, por todo o apoio, orientação e disponibilidade mostrados ao longo destes meses. Agradeço também todo o esforço por ela dedicado à elaboração deste projeto.

A todos os colaboradores do Departamento de Química e Biotecnologia do CITEVE, especialmente à Dr.<sup>a</sup> Carla, à Dr.<sup>a</sup> Rosa, ao Sr. Manuel e à Margarida, pela ajuda prestada e pelo bom ambiente de trabalho.

À Universidade do Minho pelos 5 anos de aprendizagem contínua e ao CITEVE pela oportunidade de realizar o estágio.

A todos os meus amigos pelos momentos de descontração e entreajuda.

À minha família pelo apoio que sempre me deram.

A todos, o meu obrigado!

## 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.

## Resumo

O presente trabalho teve como objetivo o estudo da possibilidade de obtenção de fibras têxteis alternativas, utilizando-se como fontes de biomassa resíduos de fontes renováveis. A indústria têxtil é das indústrias mais poluentes em todo o mundo e, conseqüentemente, o seu futuro depende da minimização do impacto associado aos seus produtos. É neste sentido que as fibras naturais desempenham um papel importante, principalmente as fibras provenientes de resíduos. O fabrico de fibras têxteis a partir destes resíduos apresenta vantagens, tais como, sustentabilidade, reciclabilidade, e baixo custo da matéria-prima.

Os substratos estudados foram folhas de atadeiras (*Cordyline australis*), também conhecidas como fiteiras, folhas de milho (*Zea mays*) e folhas de bananeira (*Musa sp.*). Na produção das fibras com base nestas matérias-primas foram utilizados processos biotecnológicos e técnicas de química verde, com o intuito de diminuir a pegada ambiental do produto final.

Os substratos utilizados na investigação foram submetidos a um pré-tratamento hidrotérmico, com diferentes durações, para potenciar a degradação microbiana dos componentes não celulósicos. Depois de extraídas, as fibras foram submetidas a um tratamento enzimático com pectinase e celulase, individualmente, e em *cocktail* enzimático. As fibras obtidas foram caracterizadas a nível físico, químico e mecânico, em termos de peso, densidade linear, tenacidade e alongamento, coordenadas de cor e composição química.

Como o alvo de estudo foram fibras naturais, os resultados apresentaram uma elevada variabilidade, associada ao tipo de fibras em questão. O pré-tratamento de 7 dias mostrou ser insuficiente para todos os substratos estudados. Na generalidade verificou-se que um maior tempo de pré-tratamento potenciou uma maior remoção dos compostos não-celulósicos e uma conseqüente melhoria na tenacidade das fibras. Através da análise FTIR de todas as amostras e tipos de substrato analisados, concluiu-se, também, que os tratamentos em estudo não provocaram alterações qualitativas na composição química das fibras. Contudo, apesar de não ter sido possível quantificar-se cada composto nas amostras, verificou-se que ocorreram diminuições nas concentrações dos mesmos.

**PALAVRAS-CHAVE:** Fibras alternativas; Sustentabilidade; Resíduos; Tratamentos enzimáticos; Química verde

## Abstract

The aim of the present work was to study the possibility of obtaining alternative textile fibers using residues from renewable sources as biomass sources. The textile industry is one of the most polluting industries in the world and, consequently, its future depends on minimizing the impact of its products. It is in this sense that natural fibers can play an important role, especially fibers derived from waste. The production of textile fibers from these residues has advantages such as sustainability, recyclability, and low raw material cost.

The substrates studied were *Cordyline australis* leaves, corn leaves (*Zea mays*) and banana leaves (*Musa sp.*). In the production of the fibers from these raw materials, biotechnological processes and green chemistry techniques were used, in order to reduce the environmental footprint of the final product.

The substrates used in this investigation were submitted to an hydrothermal pre-treatment, with different durations, to enhance the microbial degradation of non-cellulosic components. After being extracted, the fibers were submitted to an enzymatic treatment with pectinase and cellulase, individually, and in *cocktail*. The fibers obtained were characterized physically, chemically and mechanically, in terms of weight, linear density, tenacity and elongation, color coordinates and chemical composition.

As the study target was natural fibers, the results showed a high variability in the results, associated with the type of fibers in question. The 7-day pre-treatment proved to be insufficient for all the substrates. In general, it was found that a longer pre-treatment time enhanced a greater removal of non-cellulosic compounds and a consequent improvement in fiber tenacity. Through the FTIR analysis of all samples and types of substrate analyzed, it was also concluded that the treatments applied do not cause qualitative changes in the chemical composition of the fibers. However, although it was not possible to quantify the amount of each compound in the samples, it appears that there were decreases in their concentrations.

**KEYWORDS:** Alternative fibers; Sustainability; Wastes; Enzymatic treatments; Green chemistry



# Índice

Direitos de autor e condições de utilização do trabalho por terceiros.....	ii
Agradecimentos .....	iii
Declaração de Integridade .....	iv
Resumo.....	v
Abstract.....	vi
Índice.....	vii
Índice de Figuras.....	x
Índice de Tabelas .....	xii
<b>1. Introdução.....</b>	<b>1</b>
1.1. Motivação e enquadramento .....	1
1.2. Objetivos.....	3
1.3. Entidade de acolhimento.....	4
<b>2. Enquadramento teórico.....</b>	<b>5</b>
2.1. Fibras Têxteis .....	5
2.1.1. Fibras naturais de origem vegetal.....	8
2.1.2. Fibras alternativas .....	11
2.1.2.1. Tratamentos das fibras .....	14
2.1.2.2. Exemplos de Fibras Alternativas.....	16
2.1.2.2.1. Fibras provenientes de folhas de bananeira .....	17
2.1.2.2.2. Fibras provenientes de folhas de milho.....	18
2.1.2.2.3. Fibras provenientes de folhas de atadeiras .....	19
<b>3. Desenvolvimento Experimental .....</b>	<b>21</b>

3.1.	Materiais e Métodos.....	21
3.1.1.	Pré-tratamento e Hidrólise enzimática .....	23
3.1.1.1.	Fibras de folhas de atadeiras.....	23
3.1.1.2.	Fibras de folhas de milho .....	27
3.1.1.3.	Fibras de folhas de bananeira.....	27
3.1.2.	Caraterização das fibras.....	29
3.1.2.1.	Densidade linear.....	29
3.1.2.2.	Tenacidade e alongamento.....	29
3.1.2.3.	Coordenadas de cor.....	30
3.1.2.4.	Fourier Transform Infrared Analysis (FTIR).....	32
<b>4.</b>	<b>Resultados e Discussão .....</b>	<b>33</b>
4.1.	Fibras de folhas de atadeiras.....	33
4.1.1.	Perda de peso .....	33
4.1.2.	Densidade linear.....	35
4.1.3.	Tenacidade e alongamento.....	37
4.1.4.	Coordenadas de cor e grau de branco.....	40
4.1.5.	FTIR .....	43
4.2.	Fibras de folhas de milho .....	46
4.2.1.	Perda de peso .....	46
4.2.2.	Densidade linear.....	47
4.2.3.	Tenacidade e alongamento.....	48
4.2.4.	Coordenadas de cor e grau de branco.....	50
4.2.5.	FTIR .....	51
4.3.	Fibras da Folha de Bananeira .....	52

4.3.1.	Perda de peso .....	52
4.3.2.	Densidade linear.....	53
4.3.3.	Tenacidade e alongamento.....	54
4.3.4.	Coordenadas de cor e grau de branco.....	55
4.3.5.	FTIR .....	57
<b>5.</b>	<b>Conclusões e perspectivas futuras.....</b>	<b>59</b>
	<b>Referências bibliográficas .....</b>	<b>61</b>
	<b>Anexos .....</b>	<b>67</b>
	Anexo I - Fichas técnicas das enzimas utilizadas ao longo do trabalho experimental.....	67

## Índice de Figuras

Figura 1: Crescimento da população global e da produção de fibras têxteis (adaptado de [3]).	2
Figura 2: Classificação das fibras têxteis (adaptado de [14]).	6
Figura 3: Fluxograma de produção de um têxtil (adaptado de [14]).	7
Figura 4: Morfologia de uma fibra de caule (adaptado de [14]).	9
Figura 5: Representação da estrutura e composição de uma fibra lignocelulósica (adaptado de [14]).	10
Figura 6: Composição química de algumas fibras vegetais [19].	10
Figura 7: Composição dos resíduos agroindustriais (adaptado de [28]).	13
Figura 8: Folhas de atadeiras utilizadas.	22
Figura 9: Fibras de milho utilizadas.	22
Figura 10: Método utilizado para a extração das fibras.	24
Figura 11: <i>Mathis Labomat BFA24 90503</i> .	25
Figura 12: <i>Shimadzu AGX-V50kN</i> .	30
Figura 13: Espectrofotômetro <i>Spectraflash® SF250®</i> .	31
Figura 14: Representação esquemática do espaço de cor CIELAB (adaptado de [55]).	31
Figura 15: Espectrofotômetro <i>FTIR Spectrum 100</i> .	32
Figura 16: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de atadeiras (a) tratadas com enzimas individuais e (b) tratadas com cocktail enzimático.	34
Figura 17: Densidade linear das amostras de fibras de folhas de atadeiras (a) tratadas com enzimas individuais e (b) tratadas com cocktail enzimático.	36
Figura 18: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de atadeiras (a) tratadas com enzimas individuais e (b) tratadas com cocktail enzimático.	37
Figura 19: Alongamento das amostras de fibras de folhas de atadeiras (a) tratadas com enzimas individuais e (b) tratadas com cocktail enzimático.	38
Figura 20: Espectro FTIR das fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante (a) 7 dias, (b) 14 dias e (c) 21 dias e tratadas com enzimas individuais e pré-tratadas durante (d) 14 dias e (e) 21 dias e tratadas com <i>cocktail enzimático</i> .	45
Figura 21: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de milho.	47
Figura 22: Densidade linear das amostras de fibras de folhas de milho.	48
Figura 23: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de milho.	49

Figura 24: Alongamento das amostras de fibras de folhas de milho.....	49
Figura 25: Espectro FTIR das fibras de folhas de milho. ....	51
Figura 26: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de bananeira. ....	52
Figura 27: Densidade linear das amostras de fibras de folhas de bananeira.....	53
Figura 28: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de bananeira.....	54
Figura 29: Alongamento das amostras de fibras de folhas de bananeira. ....	55
Figura 30: Espectro FTIR das fibras de folhas de bananeira pré-tratadas durante (a) 7 dias e (b) 14 dias. .....	58

## Índice de Tabelas

Tabela 1: Propriedades das enzimas utilizadas nos tratamentos enzimáticos .....	23
Tabela 2: Valores orientadores para aplicação da enzima Adilase EFR (Adi Center) .....	23
Tabela 3: Temperaturas e percentagens de humidade aquando da secagem das fibras de atadeiras .	24
Tabela 4: Condições utilizadas durante o tratamento enzimático .....	25
Tabela 5: Condições utilizadas durante o branqueamento convencional.....	26
Tabela 6: Condições utilizadas durante o tratamento com <i>cocktail</i> enzimático .....	26
Tabela 7: Temperaturas e percentagens de humidade aquando da secagem das fibras de bananeira	28
Tabela 8: Coordenadas de cor CIELab, respetiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de atadeiras .....	41
Tabela 9: Coordenadas de cor CIELab, respetiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de atadeiras tratadas com <i>cocktail</i> enzimático.....	42
Tabela 10: Coordenadas de cor CIELab, respetiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de milho.....	50
Tabela 11: Coordenadas de cor CIELab , respetiva diferença de cor e grau de branco das amostras de fibras de folhas de bananeira .....	56



# 1. Introdução

Neste primeiro capítulo apresentam-se as principais motivações, enquadramento e os objetivos que viabilizam este projeto de dissertação. Pode encontrar-se, ainda, uma contextualização sobre a entidade de acolhimento onde foram realizadas as atividades propostas.

## 1.1. Motivação e enquadramento

Na área da moda, as fibras são um elemento essencial, já possibilitam o fabrico de produtos que permitem a construção da identidade pessoal, sendo aplicadas, essencialmente, em vestuário e artigos de decoração [1], [2].

Em 2018 registou-se uma produção anual de 107 milhões de toneladas de fibras têxteis, sendo expectável que aumente para 145 milhões de toneladas em 2030. Atualmente, as marcas estão a produzir o dobro das peças de vestuário que produziam em 2000, tornando os impactos causados pela indústria têxtil cada vez mais significativos. Este crescimento exponencial da produção têxtil está relacionado com o aumento global da população mundial e da respetiva qualidade de vida, associados ao conceito de *fast fashion*. Tudo isto, associado ao facto de que a maioria dos têxteis são incinerados ou depositados em aterro, tornam os resíduos têxteis um problema ambiental crescente que necessita de ser solucionado. Assim, a indústria da moda representa uma ameaça ambiental considerável, sendo identificada como uma das indústrias mais poluentes em todo o mundo. No entanto, devido à preocupação crescente por parte dos cidadãos com as alterações climáticas, com a degradação ambiental e com a sustentabilidade, a indústria têxtil, incluindo os produtores, vendedores e consumidores, tem-se visto obrigada a promover práticas cada vez mais sustentáveis, desde o cultivo e colheita da matéria-prima até à produção do produto têxtil final [2]–[8].

A maioria das fibras são constituídas por materiais poliméricos naturais e/ou sintéticos, como é o caso do algodão, do poliéster, da poliamida e do polipropileno. Mesmo no caso das fibras naturais, como o algodão, a produção exige, por exemplo, um elevado consumo de água e produtos químicos baseados em recursos não renováveis. De acordo com Kate Fletcher e Lynda Grose, citado na publicação *Sustainable Fibres for Fashion Industry*, as fibras têxteis estão na base de muitos dos problemas da



atualidade, já que é possível relacionar o seu uso, tratamento e procura com as alterações climáticas, produção de resíduos e escassez de água [1], [2].

Na Figura 1 é possível observar-se a evolução da produção de fibras ao longo dos anos, bem como a evolução da população mundial. Pode ver-se que, na década de 2010, o crescimento da produção têxtil ultrapassou o crescimento da população mundial, em grande parte impulsionado pela já referida *fast fashion* [3].

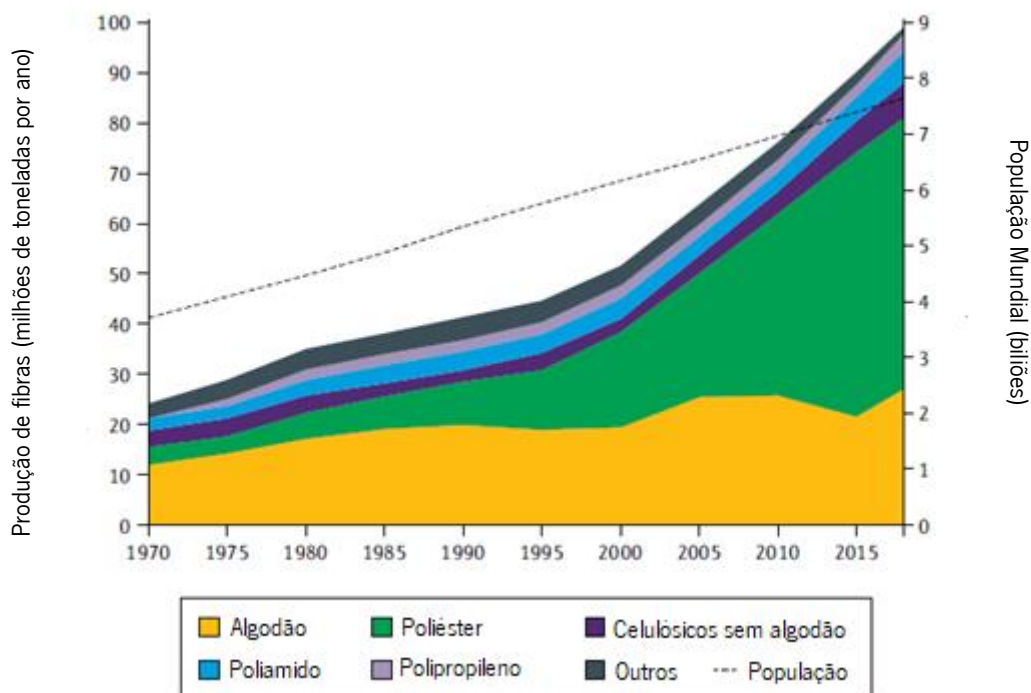


Figura 1: Crescimento da população global e da produção de fibras têxteis (adaptado de [3]).

Dados estatísticos mostram que a indústria têxtil produz entre 8 e 10 % das emissões globais de dióxido de carbono e é responsável por 20 % da poluição industrial da água (maioritariamente devido aos processos de tratamento e tingimento). Contribui, ainda, em cerca de 35 % para a poluição dos oceanos através de microplásticos primários e produz mais de 92 milhões de toneladas por ano de resíduos têxteis [3].

Valores de 2018, publicados em *By the Numbers: The Economic, Social and Environmental Impacts of "Fast Fashion"*, mostram que são necessários 2700 L de água para fabricar uma t-shirt de

algodão e que as constituídas por material não orgânico podem permanecer num aterro até 200 anos [9].

A *Global Fashion Agenda* mostrou que lidar com os impactos ambientais e sociais associados à indústria têxtil proporcionará um benefício total de 170 mil milhões de euros para a economia global até 2030. Relacionado com este facto, na Conferência das Nações Unidas sobre Alterações Climáticas, que decorreu em dezembro de 2018, foi lançado o *Fashion Industry Charter for Climate Action*, no âmbito do qual as empresas da indústria têxtil, de vestuário e da moda assumem um compromisso de neutralidade carbónica em 2050 [9], [10].

Atualmente, existe uma grande procura do mercado por fibras naturais vegetais (como o algodão e o linho), não só no que diz respeito à produção de têxteis e de vestuário, mas para aplicação noutras áreas como a construção, indústria automóvel, materiais compósitos e medicina [10].

O futuro da indústria têxtil depende, portanto, da redução das cargas ambiental e social associadas aos seus produtos, em todo o seu ciclo de vida, e é neste sentido que as fibras naturais desempenham um papel importante, estimando-se que a produção das principais fibras naturais cresça cerca de 3 % ao ano, atingindo-se cerca de 40 milhões de toneladas por ano em meados do século XXI. Porém, apesar deste tipo de fibras ser mais ecológico do que as fibras sintéticas, são utilizadas grandes quantidades de água e produtos químicos durante os seus processos de crescimento, limpeza e manutenção. É no sentido de se tentar amenizar estes impactos que, ao longo dos anos, têm sido investigadas novas fontes de fibras naturais, cuja performance seja semelhante à das fibras naturais convencionais, como é o caso do algodão e do linho, mas que apresentem melhores soluções nas diferentes etapas do ciclo de vida do produto [1], [6], [11], [12].

## 1.2. Objetivos

O principal objetivo deste projeto de dissertação consistiu na obtenção de fibras têxteis alternativas, utilizando-se como fontes de biomassa resíduos de fontes renováveis, como, por exemplo, resíduos agroindustriais, alimentares e florestais.

Na produção destas fibras alternativas foram utilizados processos biotecnológicos e técnicas de química verde, de forma a não comprometer a sustentabilidade do produto final.

Com a produção deste tipo de fibras mais sustentáveis pretende-se promover a autossuficiência da indústria têxtil na Europa, que importa, essencialmente da Ásia, a maioria das matérias-primas utilizadas, o que conduz a impactos bastante negativos, quer a nível ambiental, que a nível social.

### **1.3. Entidade de acolhimento**

Este projeto de dissertação foi realizado no Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário (CITEVE).

Ativo desde 1989, o CITEVE, organização privada sem fins lucrativos, inclui 630 empresas, principalmente pequenas e médias empresas com base na região Norte de Portugal. Sediado 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 um portfólio de serviços que inclui ensaios laboratoriais, certificação de produtos, consultoria técnica e tecnológica, I&D+inovação, formação, moda e design. Com uma relação muito estreita com as empresas e um conhecimento profundo da realidade e do desempenho do setor, o CITEVE também desempenha um papel importante na definição e implementação de políticas públicas [13].

Como organização de referência no panorama nacional e europeu em matéria de promoção da inovação e desenvolvimento da Indústria Têxtil e do Vestuário, a missão do CITEVE é apoiar o desenvolvimento das capacidades técnicas e tecnológicas desta indústria, através do fomento e da difusão da inovação, da promoção da melhoria da qualidade e do suporte instrumental à definição de políticas industriais para o setor [13].

Para além de ser um prestador de serviços para as empresas e uma organização de apoio com um papel ativo na promoção do conhecimento e informação para o setor, o CITEVE posiciona-se estrategicamente entre as universidades e as empresas [13].

## 2. Enquadramento teórico

Neste capítulo é feito o enquadramento teórico do trabalho em questão, sendo feita uma análise ao estado da arte.

### 2.1. Fibras têxteis

O termo “têxtil” não é desconhecido para a maioria das pessoas, apesar de ser normalmente associado a um tecido ou a uma peça de roupa usados diariamente. Contudo, os têxteis possuem aplicações em muitas outras áreas, na fabricação de compósitos, nas indústrias automóvel, marítima, aeroespacial, eletrónica, construção civil e biomédica e na nanotecnologia. Em cada caso, as propriedades de um têxtil são determinadas pelas propriedades das fibras que o constituem que, por sua vez, variam e são estabelecidas de acordo com o uso que se pretenda dar ao produto final [14].

*A American Society for Testing and Materials* define, genericamente, uma fibra como sendo a unidade fundamental usada no fabrico de produtos têxteis e, mais especificamente, como uma unidade de matéria caracterizada por um comprimento de pelo menos 100 vezes o seu diâmetro [15].

Contudo, nem todas as fibras naturais podem ser consideradas fibras têxteis, uma vez que, para serem consideradas como tal, é necessário que possuam determinadas propriedades, tais como, uma estrutura fibrosa, fiabilidade, resistência, finura, tingibilidade e a capacidade de reagirem com ácidos ou álcalis [14].

As fibras têxteis podem ser de origem natural ou não natural. As fibras naturais, tal como o nome indica, existem no seu estado natural, como é o caso do algodão, da lã e da seda, e podem ser de origem proteica (animal), celulósica (vegetal) ou mineral. Por sua vez, as fibras não naturais são obtidas pelo processamento industrial de polímeros naturais ou sintéticos - orgânicos ou inorgânicos -, e podem ser classificadas como fibras poliméricas naturais, poliméricas inorgânicas ou poliméricas sintéticas [12], [14], [16].

Na Figura 2 encontra-se esquematizada a classificação geral das fibras têxteis, assim como alguns exemplos.

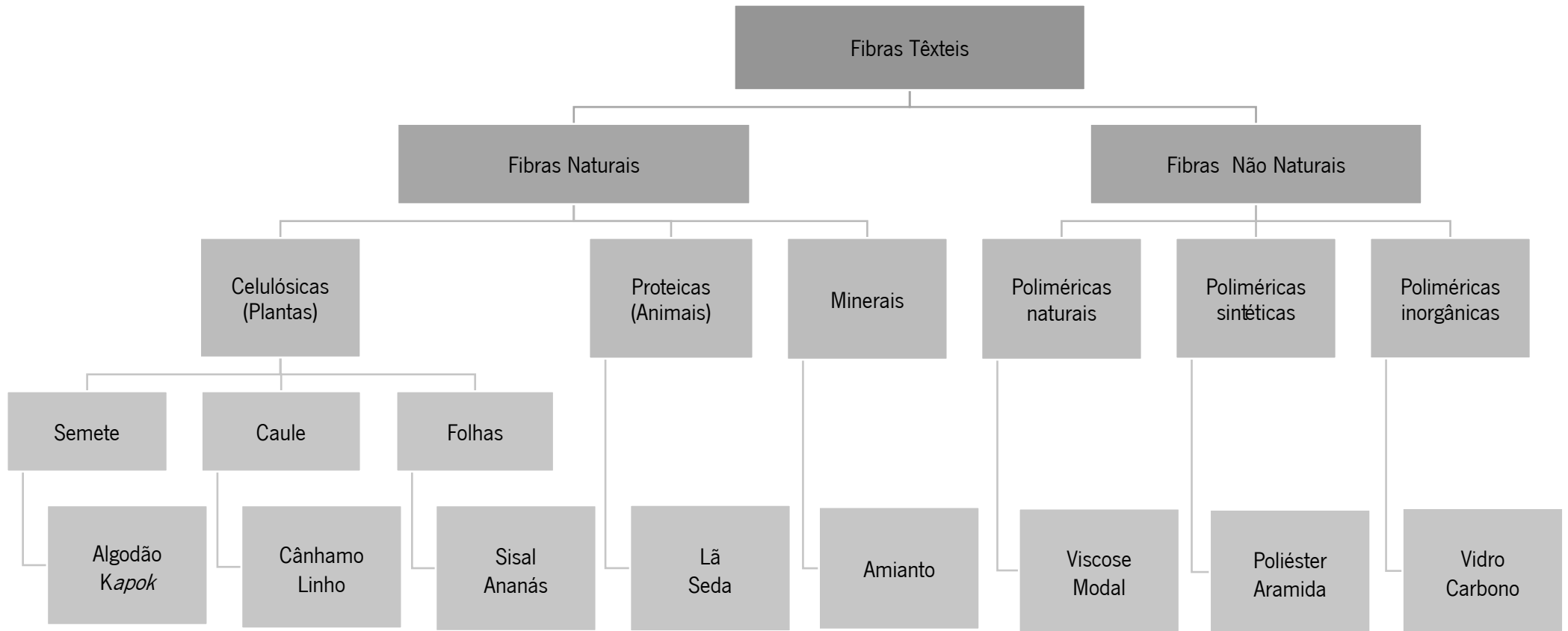


Figura 2: Classificação das fibras têxteis (adaptado de [14]).

A cadeia e os grupos poliméricos variam de fibra para fibra e é de notar que são os parâmetros estruturais do interior de uma fibra têxtil, como o índice de cristalinidade, por exemplo, que influenciam as propriedades físico-químicas da mesma [14].

O fluxograma base para a fabricação de um produto têxtil encontra-se representado na Figura 3.

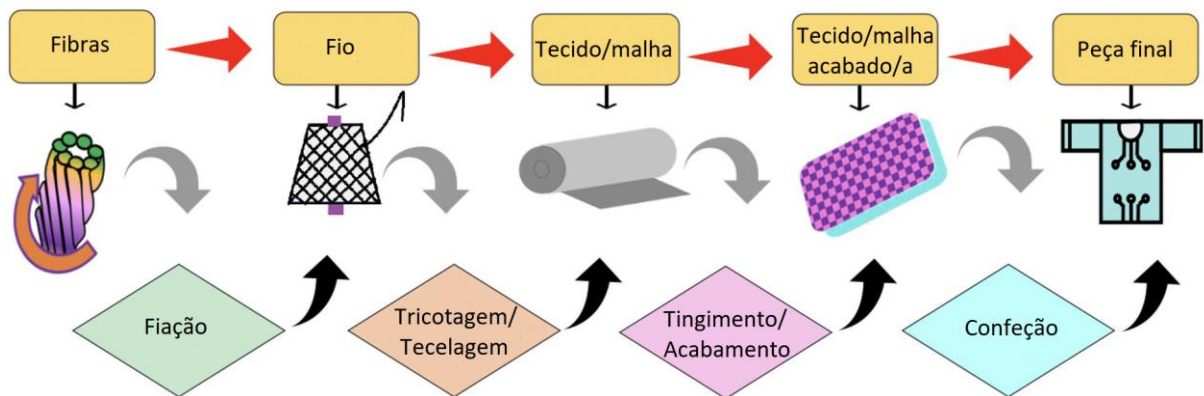


Figura 3: Fluxograma de produção de um têxtil (adaptado de [14]).

*Morton e Hearle* [14] descreveram os parâmetros necessários para a formação de fibra para aplicação têxtil. As fibras devem ter um comprimento adequado, de forma a conferirem uma resistência suficiente ao fio; devem estar orientadas paralelamente, para facilitar a formação do fio; devem ter uma atração interna para conferir coesão à estrutura; e, devem ter um movimento molecular livre para fornecer a extensibilidade necessária à fibra e abertura suficiente para absorção de humidade e corante. Os autores também discutiram a orientação molecular. As fibras possuem uma região cristalina, na qual as moléculas se encontram numa orientação regular e ordenada, e uma região amorfa, na qual as moléculas se encontram desorientadas. O algodão, por exemplo, é 65 % cristalino e 35 % amorfo. A região amorfa permite que as partículas de água penetrem a fibra no processo de tingimento e a região cristalina contribui para a resistência da fibra [14], [17].

### 2.1.1. Fibras naturais de origem vegetal

As fibras naturais de origem vegetal, também chamadas fibras lignocelulósicas, têm vindo a ser alvo de interesse e destaque ao longo da última década devido às variadas possibilidades de aplicação em têxteis, compósitos, artesanato e embalagens [6].

Os recursos fibrosos vegetais naturais incluem sementes lignocelulósicas, folhas, caules, ervas, cascas e proteínas [11].

São exemplos de fibras lignocelulósicas o algodão (*Gossypium hirsutum*), a juta (*Corchorus capsularis*), o cânhamo (*Cannabis sativa L.*), o linho (*Linum usitatissimum L.*) e o rami (*Boehmeria nivea*). Todas estas fibras variam umas das outras em termos de conteúdo de celulose e propriedades físico-químicas [14].

As fibras da semente, como é o caso do algodão, têm origem nas células epidérmicas de algumas plantas, possuem estrutura unicelular e são, maioritariamente, constituídas por celulose [18].

As fibras de folha, como o sisal, têm origem nas folhas de plantas monocotiledóneas ou endógenas e existem em feixes compostos por células individuais, denominadas fibras elementares ou fibrilas, unidas entre si por matérias não celulósicas - como as hemiceluloses, a lignina e a pectina - e cujas extremidades se sobrepõem, formando filamentos contínuos em todo o comprimento da folha. Estes feixes são responsáveis por conferir resistência e rigidez às folhas e, por isso, para fins têxteis, estas fibras são consideradas mais grosseiras que as fibras provenientes de caules ou sementes. Durante a sua aplicação na indústria têxtil, este tipo de fibras é utilizado na produção de tecidos mais grosseiros e cordas [18].

As fibras de caule, como o cânhamo ou a juta, tal como o nome indica, têm origem no caule de plantas dicotiledóneas ou exógenas. Estas fibras são extraídas do floema, localizado logo abaixo da casca do caule, e podem, ou não, ser lignificadas. Na Figura 4 pode observar-se a representação morfológica da fibra de juta. Tal como se verifica na figura, este tipo de fibras possui uma parede primária e uma parede secundária. É nesta última que se localizam as microfibrilas celulósicas puras, porém, numa orientação diferente das microfibrilas presentes na primária. As microfibrilas presentes na parede secundária encontram-se numa disposição quase paralela ( $7-9^\circ$ ) em relação ao eixo da célula, enquanto que as presentes na parede primária encontram-se arranjadas de forma cruzada ou mesmo aleatória [14], [18].

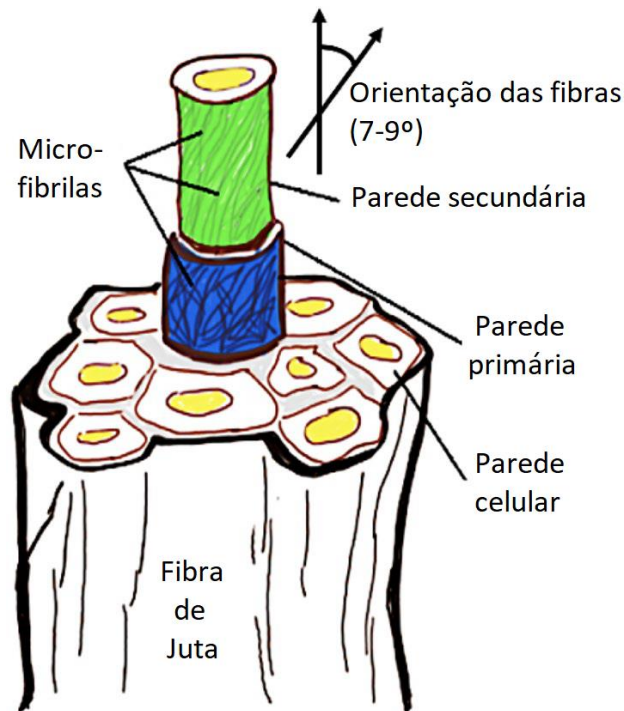


Figura 4: Morfologia de uma fibra de caule (adaptado de [14]).

As fibras lignocelulósicas são constituídas por cinco componentes básicos: celulose, hemicelulose, pectina, lignina e extrativos (gorduras, proteínas e sais inorgânicos). A celulose corresponde a 40-90 % da constituição em massa das fibras vegetais e é responsável pela resistência das mesmas, devido ao seu alto grau de polimerização e orientação molecular. A lignina e a pectina são as principais impurezas presentes nestas fibras, sendo que a lignina torna as fibras rígidas e hidrofóbicas, enquanto a pectina junta as fibras em feixes, prevenindo a existência de fibras singulares. As hemiceluloses estão ligadas às fibrilas através de ligações de hidrogénio cruzando as fibrilas com a lignina e causando rigidez. Na Figura 5 pode ver-se uma representação da estrutura e composição de uma fibra lignocelulósica. Este tipo de fibras são renováveis e biodegradáveis e apresentam, ainda, excelentes propriedades, tais como, boa higroscopicidade e permeabilidade ao ar e não toxicidade para o meio ambiente. Contudo, a qualidade das fibras lignocelulósicas extraídas de diferentes espécies é variável, dependendo de parâmetros como a natureza e morfologia das fibras e o teor de celulose e material não-celulósico [10], [11], [14], [17]–[19].



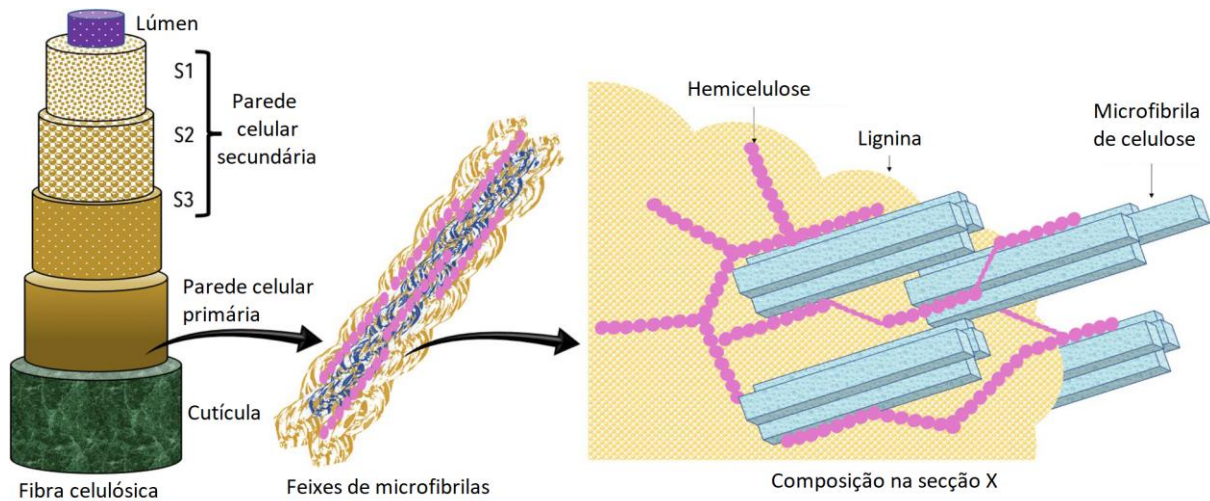


Figura 5: Representação da estrutura e composição de uma fibra lignocelulósica (adaptado de [14]).

As propriedades físico-químicas das fibras vegetais estão associadas às diferentes proporções dos seus cinco componentes, que variam conforme o tipo da fibra, como se pode ver na Figura 6. Consequentemente, o conhecimento da estrutura interna destas fibras e da sua composição química é importante para a escolha dos tratamentos a aplicar [19].

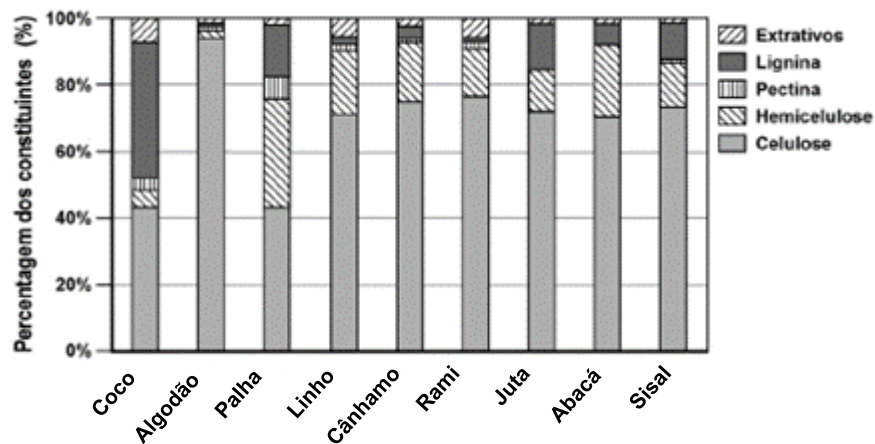


Figura 6: Composição química de algumas fibras vegetais [19].

Segundo um estudo realizado pela *Food and Agriculture Organization of the United Nations* em 2009, apesar do processamento de algumas fibras naturais libertar determinados poluentes para as águas, estes são constituídos maioritariamente por compostos biodegradáveis, contrastando com os

produtos químicos persistentes, nomeadamente metais pesados, gerados aquando do processamento de fibras sintéticas [18].

O algodão representa a fibra natural dominante na indústria têxtil, com uma produção global anual de cerca de 25 milhões de toneladas. As fibras de algodão são constituídas por 90 % de celulose, são leves e macias e possuem capacidade de absorção. Contudo, à produção de fibras de algodão estão associadas desvantagens como o uso de grandes quantidades de água e químicos. O algodão utiliza entre 550 e 950 L de água por cada m<sup>2</sup> de terreno cultivado e são ainda utilizados cerca de 29 000 L de água por cada quilograma de produto final. Os maiores produtores deste tipo de fibra são a Índia, a China e os Estados Unidos da América [7], [14], [20], [21]

O cânhamo é das culturas mais antigas e as suas fibras já são largamente utilizadas para o fabrico de vestuário. Estas fibras são extraídas do caule da planta e são constituídas por 70 % de celulose, o que as torna mais espessas, longas, rígidas e grossas em comparação com outras fibras naturais [7], [22], [23].

O linho é, provavelmente, a fibra têxtil mais antiga, com evidências da sua produção datadas há 7000 anos atrás. As fibras de linho possuem propriedades como, baixo custo, produção em grandes volumes, leveza, capacidade de tensão e resistência à deterioração [24], [25].

Para viabilizar a aplicação de fibras como o linho ou o cânhamo em têxteis é necessário que sejam submetidas a um processo de tratamento que potencie a degradação da parte lenhosa do caule e que, ao mesmo tempo, permita a obtenção de fibras de melhor qualidade. A integração de tratamentos enzimáticos no tratamento prévio das fibras vegetais, permite alcançar uma maior qualidade do produto têxtil final com um baixo impacto ambiental [26].

### **2.1.2. Fibras alternativas**

Resíduos oriundos das indústrias agrícola, alimentar, florestal e marítima têm sido alvo de pesquisa nos últimos anos, como resposta à necessidade de diminuir o impacto ambiental causado pela indústria têxtil, procurando-se, constantemente, materiais diferenciadores, mais sustentáveis e, ao mesmo tempo, com qualidade e propriedades semelhantes aos materiais convencionais. O uso destes resíduos constitui uma alternativa mais barata do que a utilização de matérias-primas fósseis, já que são

produzidos diariamente em várias atividades antropogénicas, não influenciando, por exemplo, a produção alimentar [27].

Os resíduos agroindustriais são a principal fonte de biomassa lignocelulósica e são maioritariamente constituídos por celulose. Estes resíduos são resultantes do processamento industrial de produtos agrícolas e animais, denominados resíduos industriais, ou resultantes de atividades agrícolas, chamados de resíduos agrícolas. O crescimento acentuado da população mundial e a consequente expansão do setor agrícola tem resultado na produção anual de grandes quantidades destes resíduos. Estes resíduos são renováveis e têm um baixo custo associado. Contudo, por norma, estes resíduos são depositados em aterros ou queimados, o que acarreta vários problemas para o ambiente e para os seres vivos, e apenas 10 % são usados como matérias-primas alternativas para a indústria. Porém, os mesmos podem ser convertidos em produtos de elevado valor, nomeadamente fibras têxteis para aplicação industrial, e, com o declínio da quantidade de matérias-primas convencionais disponíveis para a produção têxtil, estes resíduos podem constituir uma alternativa viável [14], [27]–[29].

O fabrico de fibras celulósicas a partir de resíduos florestais e agrícolas apresenta, portanto, vantagens, tais como, sustentabilidade, reciclabilidade e baixo custo da matéria-prima. As propriedades das fibras extraídas dependem, maioritariamente, da localização geográfica da planta [30],[31].

A extração das fibras de celulose dos restantes resíduos da planta necessita de um tratamento intensivo. A hidrólise é o processo convencionalmente utilizado para remover os componentes não-celulósicos e extrair estas fibras e pode ser realizada por métodos mecânicos, químicos, enzimáticos, fúngicos e bacterianos [14], [27]–[29]

A celulose é o componente estrutural principal das plantas, conferindo força e estabilidade às suas paredes celulares, e é, conseqüentemente, o componente determinante das propriedades mecânicas das fibras. É um polissacarídeo composto por carbono, oxigénio e hidrogénio. Durante a síntese da celulose, são formadas longas cadeias poliméricas, originando fortes ligações químicas secundárias intermoleculares que conferem elevada resistência aos materiais celulósicos. É resistente a bases fortes e a agentes oxidantes, mas facilmente hidrolisável por ácidos em soluções solúveis em água e degradável aquando da sua exposição a tratamentos químicos e de solução. A cristalinidade da celulose pode variar de acordo com a sua origem e processamento. Por exemplo, a celulose do algodão possui uma cristalinidade de cerca de 70 %, com cadeias mais ordenadas, em comparação com a celulose de árvores que apresenta uma cristalinidade em torno dos 40 % [18], [29], [32].

A hemicelulose é o complexo de maior ocorrência nos seres vivos a seguir à celulose, correspondendo a 20-35 % da biomassa lignocelulósica. É um polissacarídeo com baixa massa molar que, geralmente, atua como enchimento entre a celulose e a lignina. É um composto constituído por pentosanas (xilose e arabinose) e hexanas (galactose, manose e glicose) e, devido à sua estrutura aberta, que contém vários grupos hidróxilo e acetil, é parcialmente solúvel em água e higroscópico. Em termos mecânicos, este composto pouco contribui para a rigidez e resistência das fibras [18], [29], [32].

A lignina é uma macromolécula aromática com estrutura amorfa que liga as células individuais e as fibrilas, formando a parede celular das plantas. A lignina fornece ao tecido vegetal e às fibras individuais resistência à compressão e enrijece a parede celular das fibras, prevenindo-as de danos químicos e físicos. O teor deste constituinte nas fibras vegetais influencia a sua estrutura, as suas propriedades, morfologia, flexibilidade e taxa de hidrólise. Fibras com maior teor de lignina apresentam-se mais finas e mais flexíveis e, geralmente, fibras com menores quantidades de celulose têm maiores quantidades de lignina. A lignina não é hidrolisada por ácidos, possuindo, portanto, uma elevada resistência à degradação, sendo, no entanto, solúvel em álcalis quentes e facilmente oxidável e condensável com fenóis [18],[32].

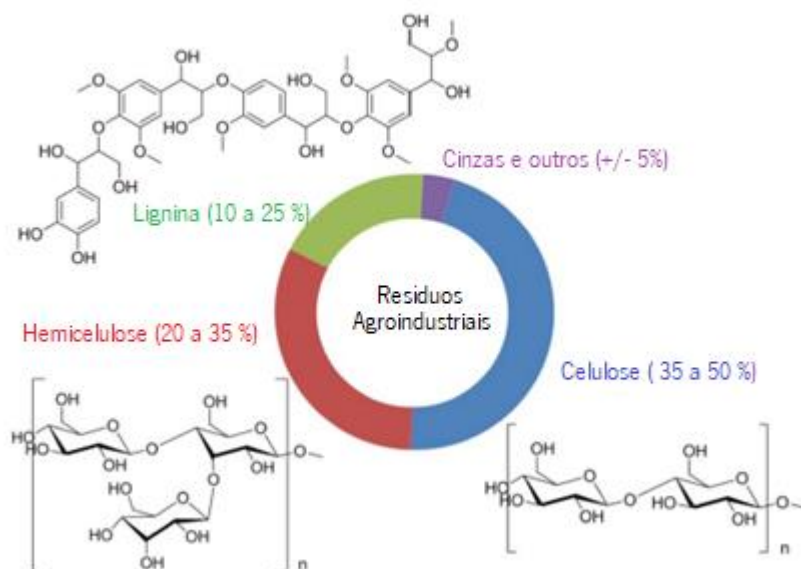


Figura 7: Composição dos resíduos agroindustriais (adaptado de [28]).

### 2.1.2.1. Tratamentos das fibras

De modo a conterem a qualidade e propriedades necessárias para a sua aplicação em têxteis e consequente industrialização, as fibras vegetais devem ser submetidas a um processo de descolagem para degradar os componentes não-celulósicos e, consequentemente, permitir a separação das fibras individuais ou feixes de fibras. A degradação destes compostos pode ser realizada através de tratamentos químicos - com ácidos diluídos ou agentes quelantes -, tratamentos hidrotérmicos - submetendo-se as fibras a altas pressões e/ou temperaturas -, tratamentos fúngicos, bacterianos e/ou tratamentos enzimáticos. A degradação destas impurezas melhora as propriedades e a qualidade das fibras celulósicas [14],[33].

Com vista a combater as limitações inerentes aos processos convencionais, têm sido explorados, ao longo dos últimos anos, tratamentos enzimáticos que permitam uma redução do consumo de água e de energia. A descolagem enzimática é um método de tratamento mais sustentável e que, ao mesmo tempo, reduz a ocorrência de danos nas fibras sem alterar as suas propriedades. A utilização de enzimas nos processos de tratamento das fibras naturais, contribui para a tonalidade, homogeneidade, finura e suavidade das mesmas. Estas características são de extrema importância para a competitividade das fibras têxteis alternativas, permitindo a sua mistura com outras fibras naturais ou sintéticas. De entre as vantagens associadas às enzimas destacam-se ainda a elevada especificidade para os substratos, o facto de poderem substituir agentes químicos tóxicos e serem passíveis de reutilização, podendo ser recuperadas de efluentes, satisfazendo tanto requisitos económicos como ambientais. Apesar de todas as vantagens enunciadas, o custo das enzimas é uma desvantagem muito significativa e que limita o seu uso em grande escala. Contudo, tal como já foi referido, a possibilidade de se reciclarem e reutilizarem enzimas pode ser uma forma de diminuir os custos que lhes estão associados. As enzimas mais utilizadas no processamento têxtil são as oxirredutases e as hidrolases, de entre as quais as celulases, amilases, pectinases, catalases e lacases. Contudo, têm sido exploradas possíveis substituições enzimáticas para alguns processos convencionais, como os tratamentos anti-borboto e anti-encolhimento da lã e a descolagem de fibras de seda com proteases ou a extração de fibras de caule com pectinases ou hemicelulases [7], [23], [34]–[37].

As celulases representam, aproximadamente, 14 % do mercado mundial de enzimas industriais e 50 % das enzimas fornecidas para a indústria têxtil, sendo amplamente utilizadas para a produção e acabamento de têxteis detentores de celulose. São enzimas hidrolíticas que catalisam a degradação da

celulose em oligossacarídeos mais pequenos e, posteriormente, em glucose. A hidrólise controlada por celulases é utilizada no processamento têxtil com vista a melhorar o desempenho do processo, as propriedades de superfície e a textura de tecidos à base de celulose [38].

O grupo das enzimas que degradam o amido em polímeros compostos por unidades de glucose, onde se encontram as amilases, é dos mais importantes, com grande impacto em diversas áreas. Existem vários tipos de amilases, nomeadamente  $\alpha$ ,  $\beta$  e glucoamilases. As amilases têm origem em variadas fontes, como plantas, animais e microrganismos. Contudo, as enzimas obtidas através de fontes microbianas têm dominado o setor industrial [39], [40].

As pectinases são essencialmente usadas para degradar as pectinas presentes na lamela do meio das fibras naturais. A maioria das pectinases utilizadas são ácidas, com um pH ótimo entre 4 e 6. Contudo, da utilização destas enzimas podem ocorrer efeitos colaterais, resultantes da atividade da celulase residual, que resultam numa redução das propriedades mecânicas das fibras tratadas. O uso de pectinases alcalinas é uma solução a ser considerada para eliminar o impacto da celulase [41].

As catalases são enzimas pertencentes à família das oxirredutases, utilizadas para decompor o peróxido de hidrogénio, muitas vezes produzido como um subproduto da respiração aeróbia. Estas enzimas estão presentes numa grande quantidade de plantas, animais e microrganismos. Como estão presentes na maioria dos organismos, as catalases podem ter várias aplicações, nomeadamente processamento alimentar, têxtil, indústrias do papel e farmacêutica e no campo da biorremediação [42], [43].

As lacases são um grupo de enzimas oxidativas produzidas, maioritariamente, por plantas superiores e fungos, apesar de já terem sido encontradas lactases bacterianas, envolvidas na degradação da lignina. Pertencentes à classe das fenoloxidasas, estas enzimas catalisam a oxidação de compostos fenólicos e aminas aromáticas. Devido à sua especificidade pelos substratos, as suas aplicações biotecnológicas têm sido alvo de investigação. A utilização de lacases pela indústria têxtil tem vindo a crescer ultimamente, uma vez que estas podem ser utilizadas em vários processos inerentes, como por exemplo, nas etapas de branqueamento e tingimento [44]–[46].

Nos processos convencionais de hidrólise de fibras de caule, por exemplo, bactérias como *Bacillus amylobacter*, *Bacillus felsineus*, *Granulobacter pectinovorum*, *Clostridium. felsineum* e *Bacillus comesirossi* promovem a degradação da pectina e a descolagem da fibra. No caso do linho e do

cânhamo, o processo de hidrólise realizado sem a ação de enzimas demora, aproximadamente, 70 a 100 h, apesar de, muitas vezes, substâncias ricas em nutrientes, como a ureia, serem utilizadas para acelerar o processo para 40 a 50 h. Contudo, a substituição dos processos convencionais por processos enzimáticos encurta o processo de descolagem e melhora a qualidade das fibras, tornando-as mais finas e de fácil separação [35].

Várias misturas enzimáticas têm vindo a ser utilizadas como pré-tratamento, com resultados, geralmente, melhores comparativamente à utilização de enzimas isoladamente. Ding *et al.* [47] utilizaram uma mistura enzimática para descolar fibras de rami com sucesso. Também, Zhang e Yan [47] utilizaram uma combinação de várias enzimas (pectinase, hemicelulase e lacase) para o mesmo efeito, observando uma redução na quantidade de componentes não celulósicos nas fibras e uma aptidão das mesmas para aplicação na indústria têxtil. Porém, a investigação em questão envolveu um período de descolagem de 48 h e as matérias-primas necessitaram de um pré-tratamento com carbonato de sódio [47].

Sun *et al.* [48], na sua investigação com vista ao aprimoramento da hidrólise enzimática de fibras provenientes da espécie *Eucalyptus urophylla*, realizaram um pré-tratamento hidrotérmico com variação da temperatura, seguido por um tratamento alcalino. O tratamento hidrotérmico, quando realizado a temperaturas entre os 100 e o 220 °C, degradou significativamente as hemiceluloses, resultando num aumento da cristalinidade das fibras pré-tratadas. Contudo, quando a temperatura atingiu os 240 °C, a celulose foi parcialmente degradada e a cristalinidade das fibras foi, conseqüentemente, reduzida. A combinação de um tratamento alcalino com o hidrotérmico permitiu a remoção das hemiceluloses e lignina, resultando numa melhoria do rendimento da hidrólise enzimática das frações ricas em celulose. Os autores definiram as condições ótimas para o, então, pré-tratamento destas fibras como sendo: um tratamento hidrotérmico a 180 °C durante 30 minutos, seguido por um tratamento alcalino com 2 % de NaOH a 90 °C, durante 2,5 horas [48].

### **2.1.2.2. Exemplos de fibras alternativas**

A utilização de fibras provenientes de fontes alternativas tem vindo a crescer, tal como referido anteriormente. Atualmente, encontram-se vários estudos na literatura sobre fibras provenientes de resíduos do cultivo de bananas, ananás, colza, milho, entre outros. De seguida, e no âmbito do trabalho

desenvolvido, serão abordadas com mais detalhe as fibras provenientes de desperdícios do cultivo da banana e do milho, bem como as fibras resultantes das folhas de *Cordyline australis*, vulgarmente conhecida como fiteira ou atadeira.

#### 2.1.2.2.1. Fibras provenientes de folhas de bananeira

A bananeira, pertencente ao género *Musaceae*, é uma planta nativa da região da Malásia e da Indonésia e abundante por todo o mundo nos países tropicais e subtropicais. É considerada uma das plantas mais valorizáveis do mundo, já que quase todas as suas partes - fruta, casca, pseudocaule, caule e flor - podem ser utilizadas. O pseudocaule da bananeira, por exemplo, tem sido alvo de estudo para a sua aplicação como matéria-prima para a fabricação de papel, fonte de fibras para a indústria têxtil e enchimento ou reforço estrutural em materiais compósitos [30].

Anualmente, são produzidas cerca de 72,5 milhões de toneladas de bananas em todo o mundo. Por cada tonelada de bananas colhidas são rejeitados cerca de 100 kg e geradas cerca de 4 toneladas de resíduos de biomassa. A Abaca (*Musa textilis*) é a espécie de bananeira mais conhecida para a produção de fibra e as suas fibras são bastante importantes dentro do grupo das fibras de folhas [30], [49].

Durante a colheita da banana são produzidos vários resíduos que podem ser utilizados para a produção de fibras têxteis naturais, como é o caso do pseudocaule (tronco) da bananeira que, normalmente, é deixado sobre o terreno de forma a atuar como adubo natural [30].

Subagyo e Chafidz [30] investigaram a extração destas fibras e relataram que a hidrólise permitiu a redução do conteúdo não-celulósico e a obtenção de fibras mais fortes e com melhores propriedades químicas do que as fibras não submetidas ao processo referenciado. Descreveram, ainda, como condições ótimas para o processo de hidrólise a sua realização durante 28 h, com pH controlado entre 6,8 e 7,4, à temperatura ambiente e com a adição de carbonato de sódio. Os autores referiram, ainda, a importância da descolagem em meio alcalino no caso de as fibras serem extraídas mecanicamente, já que, neste caso, as mesmas contêm uma grande percentagem de colas e resíduos não-fibrosos [30].

Ortega *et al.* [50] simularam duas formulações enzimáticas para o tratamento destas fibras, com Biopectinase M01 (composta por pectinase e hemicelulase) e Biopectinase K (composta por



poligalacturonase). Definiram valores de razão de banho, pH e temperatura de 1:40, 4,5 e 45 °C, respectivamente. Estes autores, variaram os valores de tempo entre 1 h e 8 h e de concentração de enzima entre 1 % e 5 % por peso seco, concluindo que a enzima mais eficaz no tratamento destas fibras foi a Biopectinase K, demonstrando uma elevada atividade específica e sendo apropriada para substratos sem danificar a estrutura celulósica das fibras. Observaram também que tratamentos de longa duração não providenciaram bons resultados, devido à desativação da enzima. As condições ideais para o tratamento enzimático destas fibras foram 100 % Biopectinase K, 6 h de duração, 45 °C e pH = 4,5, com renovação do banho após 3 h. Concluíram, ainda, que os tratamentos enzimáticos melhoram a estabilidade térmica das fibras através da remoção da pectina e da hemicelulose, produzindo uma ligeira diminuição nas propriedades mecânicas [50].

Chauhan e Sharma [41], na sua investigação com vista a melhorar a qualidade das fibras provenientes dos resíduos de bananeira, consideraram útil um pré-tratamento das folhas com pectinases, visto que o mesmo permitiu um melhor rendimento do processo e a obtenção de fibras com melhor qualidade [41].

#### **2.1.2.2.2. Fibras provenientes de folhas de milho**

O milho (*Zea mays*) é uma cultura de verão que cobre cerca de 80 % da área disponível para cultivo. Os Estados Unidos da América, a China e o Brasil são os maiores produtores de milho em todo o mundo. Durante a colheita do milho são gerados resíduos valorizáveis, como é o caso das folhas, e que, geralmente, são deixados sobre o terreno para se decomparem ou incinerados. Estes resíduos são compostos por 38 % de celulose, 28 % de hemicelulose, entre 7 e 21 % de lignina e 3 a 7 % de cinzas. Anualmente são produzidas cerca de 640 milhões de toneladas de milho e, conseqüentemente, geradas 45 milhões de toneladas de folhas de milho. As fibras provenientes destes resíduos são, geralmente, extraídas por processos de hidrólise em água e, posteriormente, sujeitas a um tratamento com hidróxido de sódio (NaOH) [31], [32], [51].

Singh *et al.* [31] estudaram a extração e caracterização de fibras a partir das folhas de milho. As folhas de milho foram submetidas a um processo de maceração com água durante 10, 15 e 20 dias. Procederam, depois, à separação manual das fibras e da biomassa degradada. Como as fibras extraídas eram bastante irregulares em diâmetro e comprimento, foram submetidas a um tratamento alcalino com

NaOH em diferentes concentrações (5, 10 e 15 g L<sup>-1</sup>), durante 90 min e neutralizadas com 1 g L<sup>-1</sup> de ácido acético. As fibras foram, por fim, penteadas para se obterem fibras finas e desemaranhadas. Depois de analisarem as várias fibras produzidas, os autores concluíram que o período ótimo para a hidrólise das fibras de milho em água foi de 15 dias. Em relação ao tratamento alcalino, foi relatado neste trabalho que os 90 min de tratamento provocaram uma modificação na cor das fibras, de castanho para amarelo. A força, alongamento e teor de humidade das fibras foram aprimorados depois do tratamento alcalino, contudo, observaram-se perdas de peso significativas. Depois do tratamento com NaOH, verificou-se também a remoção total do conteúdo em hemicelulose e lignina das fibras previamente hidrolisadas [31].

Reddy *et al.* [51] extraíram fibras das folhas de milho através de uma mistura entre um tratamento químico e um enzimático. Na investigação em questão, as folhas de milho foram tratadas com uma solução de hidróxido de sódio durante 60 min a 95 °C, as suas fibras extraídas e, posteriormente, tratadas com xilanase e celulase. Concluíram que um tratamento com 5 % de enzima por peso seco de fibra com cerca de 5 % de peso de fibras por volume de solução, durante 60 min a 50 °C, permitia a produção de fibras com a qualidade pretendida pelos autores [51].

Yilmaz *et al.* [52] extraíram fibras das folhas de milho através dos processos de hidrólise em água, alcalinização e tratamentos enzimáticos. Os resultados obtidos pelos autores mostraram que as fibras extraídas pelo processo de hidrólise seguido de um tratamento enzimático apresentavam o valor de módulo inicial mais elevado. Os investigadores observaram também que as fibras extraídas por alcalinização apresentavam valores de alongamento mais elevados e menos rigidez que as fibras extraídas em água. Os mesmos relataram também que, apesar de resultarem em perdas de tenacidade e alongamento nas fibras extraídas em água, os tratamentos enzimáticos potenciaram o aumento do módulo inicial e da tenacidade nas fibras alcalinizadas. Não foram verificados efeitos significativos do tratamento enzimático nas propriedades mecânicas destas fibras, verificando-se, contudo, melhorias nas propriedades térmicas das fibras tratadas com enzimas e nas fibras alcalinizadas [52].

### 2.1.2.2.3. Fibras provenientes de folhas de atadeiras

As plantas de *Cordyline australis*, vulgarmente conhecidas como atadeiras ou fiteiras, são constituídas por folhas longas em forma de espada que emergem do seu núcleo central. Existem 20

espécies de plantas diferentes pertencentes ao género *Cordyline*, encontradas maioritariamente em África, na Indonésia e na Malásia, na Austrália, na Nova Zelândia e na Polinésia. O comprimento médio das folhas desta planta varia entre os 30 e os 100 cm. Esta planta tem um enorme potencial para a produção de fibras têxteis naturais, contudo, tem sido alvo de muito pouca atenção nesse campo [53].

Sumihartati *et al.* escreveram o primeiro artigo científico focado na produção de fibras têxteis a partir das folhas de *Cordyline australis*. Os autores extraíram as fibras desta planta através de um processo de hidrólise em água durante 36 dias e, após analisarem a suas características, concluíram que as mesmas tinham potencial para serem utilizadas como materiais alternativos para a fabricação de fios têxteis [53].

## 3. Desenvolvimento experimental

Neste capítulo encontram-se descritas as metodologias e os materiais utilizados a fim de se cumprirem os objetivos desta investigação, nomeadamente a identificação e descrição dos tratamentos e métodos de caracterização adotados, bem como as matérias-primas, equipamentos e produtos utilizados.

A primeira etapa do procedimento experimental consistiu num pré-tratamento hidrotérmico da matéria-prima. Procedeu-se depois à extração das fibras manualmente, com recurso a uma espátula.

Na etapa seguinte, as fibras extraídas foram tratadas com enzimas, fazendo-se variar a temperatura e a duração do tratamento.

Por fim, analisaram-se as características físico-químicas e mecânicas das fibras tratadas.

### 3.1. Materiais e métodos

Para a investigação em questão foram utilizadas como matérias-primas folhas de atadeiras, folhas de milho e folhas de bananeira.

As folhas de atadeiras utilizadas (Figura 8) foram colhidas na região de Terras de Bouro, Braga, Portugal, em maio e junho de 2021 e apresentaram um peso e comprimento médios de 9,36 g e 84,24 cm, respetivamente.

As folhas de milho (Figura 9) foram colhidas, também na região de Terras de Bouro, Braga, Portugal, em agosto de 2021 e apresentaram um peso e comprimento médios de 7,95 g e 60,71 cm, respetivamente.



Figura 8: Folhas de atadeiras utilizadas.



Figura 9: Fibras de milho utilizadas.

Por sua vez, as folhas de bananeira, colhidas na região de Celorico de Basto, Braga, Portugal, em outubro de 2021, apresentaram um peso e um comprimento médios de 550 g e 160 cm, respetivamente.

As enzimas utilizadas para a hidrólise enzimática, NewPrep 3000 L e NewCell Conc L, foram adquiridas pelo CITEVE à empresa AQUITEX - Acabamentos Químicos Têxteis, S.A. A NewCell Conc L é uma enzima certificada pela GOTS (Global Organic Textile Standard ). As propriedades destas enzimas encontram-se descritas na Tabela 1 e as respetivas fichas técnicas podem ser encontradas no Anexo I.

Tabela 1: Propriedades das enzimas utilizadas nos tratamentos enzimáticos

	<i>NewPrep 3000 L</i>		<i>NewCell Conc L</i>	
	Gama de Operação	Gama Ótima	Gama de Operação	Gama Ótima
pH	5,5 – 9,5	6 – 9	4,5 – 6,5	5 – 6
Temperatura (°C)	35 – 85	50 – 60	50 – 65	50 – 60
L:R	1:05 – 1:20		1:05 – 1:20	
Concentração (%)	Baseado na diluição		0.25 – 1.5	
Tempo (min)	30 – 60		30 – 60	
Atividade Enzimática Reportada(APSU-CA/g)	3000		1500	

Para a neutralização do peróxido de hidrogénio utilizado no branqueamento convencional foi utilizada a enzima *Adilase EFR*, uma cataláse, adquirida pelo CITEVE ao Adi Center Portugal, Unipessoal, Lda. A dose de aplicação recomendada varia em função da quantidade de peróxido residual e do tempo de tratamento. A Tabela 2 mostra os valores orientadores fornecidos na ficha técnica da enzima, encontrada no Anexo I.

Tabela 2: Valores orientadores para aplicação da enzima Adilase EFR (Adi Center)

Valores dos diferentes parâmetros	
Concentração (mL L <sup>-1</sup> )	0,4 – 1,0
Temperatura (°C)	25 – 50
Tempo (min)	10 - 20
pH	6 - 8

### 3.1.1. Pré-tratamento e hidrólise enzimática

De seguida são apresentados os materiais e métodos utilizados no pré-tratamento e hidrólise enzimática para cada substrato.

#### 3.1.1.1. Fibras de folhas de atadeiras

Para promover a degradação microbiana dos componentes não-celulósicos, as fibras de folhas de atadeiras foram submetidas a um pré-tratamento hidrotérmico num banho *Schutzart DIN 40050 – IP*

20, durante 7, 14 e 21 dias, a 25 °C e pH = 5, aproximadamente. A temperatura e o pH do banho foram controlados regularmente.

As folhas foram retiradas do banho após o respetivo tempo de pré-tratamento, lavadas e as suas fibras extraídas manualmente com recurso a uma espátula, tal como se observa na Figura 10.



Figura 10: Método utilizado para a extração das fibras.

Depois de extraídas, as fibras foram deixadas a secar ao ar durante 24 h. Na Tabela 3, encontram-se as temperaturas e percentagens de humidade diárias às quais as fibras foram colocadas a secar.

Tabela 3: Temperaturas e percentagens de humidade aquando da secagem das fibras de atadeiras

Amostra	Temperatura (°C)	Humidade (%)
Fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante 7 dias	23,2	48,4
Fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante 14 dias	24,6	48,0
Fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante 21 dias	25,3	54
Fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante 14 dias (Cocktail Enzimático)	27,2	42
Fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante 21 dias (Cocktail Enzimático)	26,4	47

Foi, posteriormente, realizado um tratamento enzimático numa *Mathis Labomat BFA24 90503* (Figura 11).



Figura 11: *Mathis Labomat BFA24 90503*.

O processo em questão foi realizado com duas enzimas diferentes, tendo-se utilizado 1 g de fibra para cada ensaio, em copos de 200 mL, com uma razão de banho de 1:100 e a 25 rpm. Ambas as enzimas foram testadas para 2 temperaturas e 2 tempos de reação diferentes. Os valores de temperatura, pH, tempo de reação e concentração de enzimas testados encontram-se relatados na Tabela 4. Procedeu-se a um tratamento em duplicado das amostras sujeitas às enzimas, com o intuito de se verificar a existência de concordância nos resultados, permitindo a validação dos mesmos. Foi também realizado um branqueamento convencional para cada conjunto de amostras a tratar enzimaticamente, para servir como controlo positivo do ensaio em questão, e um ensaio branco, mais concretamente um tratamento só com água, para cada temperatura a que as várias amostras foram tratadas.

Tabela 4: Condições utilizadas durante o tratamento enzimático

Enzima	Ensaio	Temperatura (°C)	pH	Tempo (min)	Concentração de enzima
<i>NewPrep3000</i>	1	55	7	60	10 % (1 g L <sup>-1</sup> )
	2	60	7	45	
<i>NewCell Conc L</i>	1	55	6	60	7,5 % (0,75 g L <sup>-1</sup> )
	2	60	6	45	



As condições de realização do branqueamento convencional encontram-se descritas na Tabela 5.

Tabela 5: Condições utilizadas durante o branqueamento convencional

Reagentes	Concentração	Temperatura de reação (°C)	Tempo de reação (min)	pH
Carbonato de sódio	2 g L <sup>-1</sup>	95	30	11,5
Peróxido de hidrogénio	4 mL L <sup>-1</sup>			
Diadavin	1 g L <sup>-1</sup>			
Soda cáustica	1 g L <sup>-1</sup>			

Salienta-se que as condições utilizadas nos tratamentos enzimáticos e as referidas nas respetivas fichas técnicas das enzimas são diferentes, tendo em conta as diferentes realidades entre a indústria e laboratório e o próprio conhecimento do CITEVE nesta área.

Foi, igualmente, testada a possibilidade de tratamento das fibras recorrendo a um *cocktail* enzimático. O *cocktail* enzimático, constituído pelas enzimas utilizadas individualmente, teve como objetivo o aprimoramento do tratamento enzimático anteriormente estudado, com vista à obtenção de melhores resultados, tal como descrito em diferentes estudos [26].

A duração do pré-tratamento relativo ao cocktail enzimático foi de 14 e 21 dias.

As condições utilizadas durante o tratamento com *cocktail* enzimático encontram-se descritas na Tabela 6. A variação da concentração teve por base a concentração usada individualmente para cada enzima. Os vários ensaios foram realizados em copos de 200 mL, a uma temperatura de 60 °C, razão de banho de 1:100 e pH = 6, durante 45 minutos.

Tabela 6: Condições utilizadas durante o tratamento com *cocktail* enzimático

Concentração de enzimas
25 % pectinase + 75 % celulase (0,25 g L <sup>-1</sup> + 0,5625 g L <sup>-1</sup> )
75 % pectinase + 25 % celulase (0,75 g L <sup>-1</sup> + 0,1875 g L <sup>-1</sup> )
50 % pectinase + 50 % celulase (0,50 g L <sup>-1</sup> + 0,375 g L <sup>-1</sup> )
50 % pectinase (0,50 g L <sup>-1</sup> )
50 % celulase (0,375 g L <sup>-1</sup> )

### 3.1.1.2. Fibras de folhas de milho

Num primeiro momento, tal como as folhas de atadeiras, as folhas de milho foram submetidas a um pré-tratamento hidrotérmico, a 25 °C e pH = 5, e a extração das respetivas fibras iria ter lugar passados 7, 14 e 21 dias. Devido ao grau de maturação das mesmas, as fibras das folhas de milho foram extraídas após 14 dias de pré-tratamento, já que ao fim de 7 dias ainda se apresentaram bastante verdes, impossibilitando a sua extração e ao fim de 21 dias se encontravam demasiado degradadas, não sendo também possível extraírem-se fibras. Depois de extraídas, as fibras em questão foram lavadas e colocadas a secar durante 24 h à temperatura média de 22 °C e taxa de humidade de 59 %. Foi utilizado o mesmo método de extração usado para as fibras de folhas de atadeiras.

Tal como as fibras de folhas de atadeiras, as fibras de folhas de milho foram submetidas a um tratamento enzimático. Este tratamento foi, também ele, realizado numa *Mathis Labomat BFA24 90503*. Foram utilizadas as mesmas enzimas e condições utilizadas para as fibras de folhas de atadeiras com alteração, apenas, da razão de banho, que, neste caso, foi de 1:200, devido ao elevado volume destas fibras. Utilizaram-se 0,5 g de fibra para 100 mL de solução.

Foi, também, realizado um tratamento das fibras de folhas de milho com um *cocktail* enzimático. Utilizaram-se as mesmas enzimas e condições utilizadas no tratamento com *cocktail* enzimático das fibras de folhas de atadeiras, apenas com alteração da razão de banho para 1:200.

### 3.1.1.3. Fibras de folhas de bananeira

Tal como as matérias-primas anteriormente analisadas, as folhas de bananeira foram submetidas a um pré-tratamento hidrotérmico, a 25 °C e pH = 5. As fibras, neste caso, foram extraídas aos 7 e aos 14 dias, visto que após 21 dias de pré-tratamento as folhas se encontravam demasiado degradadas. Após extração, recorrendo ao mesmo método utilizado anteriormente, as fibras foram lavadas e colocadas a secar durante 24 h sob as condições apresentadas na Tabela 7.

Tabela 7: Temperaturas e percentagens de humidade aquando da secagem das fibras de bananeira

Amostra	Temperatura (°C)	Humidade (%)
Fibras de folhas de bananeira pré-tratadas durante 7 dias	21,6	47,4
Fibras de folhas de bananeira pré-tratadas durante 14 dias	21,4	83,1

As fibras de folhas de bananeira, tal como as restantes, foram submetidas a um tratamento enzimático, também ele realizado numa *Mathis Labomat BFA24 90503*. Também para este tipo de fibras, foram utilizadas as mesmas enzimas e condições, com alteração, apenas, da razão de banho, que, neste caso, foi de 1:400, devido, também, ao elevado volume destas fibras. Utilizaram-se, portanto, 0,25 g de fibra para 100 mL de solução. Igualmente, foi também realizado um tratamento usando um *cocktail* enzimático.

Relativamente à nomenclatura utilizada, para uma fácil compreensão, quanto aos tratamentos enzimáticos individuais, utilizou-se o valor da temperatura, seguido da inicial da enzima e do número da amostra (devido ao duplicado), terminando com a referência ao número de dias de pré-tratamento hidrotérmico (ex. 55C1\_7: Amostra nº 1 tratada com celulase a 55 °C sujeita a um pré-tratamento de 7 dias). Quanto ao *cocktail* enzimático, utilizou-se a percentagem de cada enzima seguida da sua inicial, terminando no número de dias do pré-tratamento (ex. 25%P+75%C\_7: amostra submetida a um tratamento em *cocktail* enzimático, contendo 25 % de pectinase e 75 % de celulase, pré-tratada durante 7 dias). Quanto ao controlo positivo (branqueamento convencional), utilizou-se a sigla CP (controlo positivo) seguida do número de dias de pré-tratamento (ex. CP\_7: Amostra submetida a um processo de branqueamento convencional, pré-tratada durante 7 dias). No que toca aos tratamentos apenas com água, os chamados “brancos”, utilizou-se o valor da temperatura dos ensaios seguido da letra “B” de branco e o número de dias de pré-tratamento (ex. 55B\_7: Amostra pré-tratada durante 7 dias e, posteriormente, submetida a um tratamento apenas com água a 55 °C). Por fim, no que toca às amostras sujeitas apenas ao pré-tratamento, utilizou-se a sigla “ST” (Sem Tratamento) seguida do número de dias do respetivo pré-tratamento (ex. ST\_14: Amostra que apenas sofreu a degradação microbiana potenciada pelo pré-tratamento e durante 14 dias).

### 3.1.2. Caracterização das fibras

As fibras obtidas foram caracterizadas a nível físico-químico e mecânico, utilizando-se os procedimentos explicados de seguida. É de salientar que, no caso das fibras vegetais, por se tratar de um material natural, as propriedades mecânicas das mesmas variam consideravelmente de acordo com as características do solo, condições climáticas do local e idade da planta. Fibras extraídas de plantas mais antigas tendem a apresentar resistência mais elevada do que as extraídas de plantas mais jovens [18].

#### 3.1.2.1. Densidade linear

O procedimento para a determinação da densidade linear de fibras têxteis foi realizado tendo como base a norma NP EN ISO 1973:1995. Foram cortadas 20 fibras individuais de 20 cm para cada amostra a analisar e, posteriormente, pesadas numa balança digital.

A massa linear foi calculada, em Tex, através da Equação 1[53]:

$$D_L = \frac{m}{L} \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

$D_L$  corresponde à densidade linear (tex)

$m$  corresponde à massa de fibra (g)

$L$  corresponde ao comprimento da fibra (Km)

#### 3.1.2.2. Tenacidade e alongamento

Os ensaios mecânicos de resistência foram realizados segundo a norma EN ISO 5079:1995. Foi utilizado o equipamento *Shimadzu*, modelo AGX-V50kN (Figura 12), com uma célula de 100 N e garras planas com recobrimento de borracha. A distância entre as garras foi fixada em 20 mm, a velocidade de ensaio em 20 mm min<sup>-1</sup> e a pré-tensão em 0,5 N.



Figura 12: *Shimadzu AGX-V50kN*.

A tenacidade das fibras foi calculada com base na densidade linear de cada amostra, usando a Equação 2 [54]:

$$\gamma = \frac{F}{D_L}, \quad (\text{Equação 2})$$

Onde:

$\gamma$  corresponde à tenacidade (cN tex<sup>-1</sup>)

$F$  corresponde à força de ruptura (cN)

$D_L$  corresponde à densidade linear (tex)

### 3.1.2.3. Coordenadas de cor

Para determinar as características colorimétricas das fibras foi utilizado um espectrofotômetro de reflexão *Spectraflash*® SF250®, representado na Figura 13, bem como o sistema de cor *Lab*, um dos mais utilizados pela indústria têxtil e proposto pela *Commission Internationale L'Eclairage*. Este sistema permite calcular a diferença entre os valores obtidos para as várias amostras em relação a uma amostra padrão definida [55].

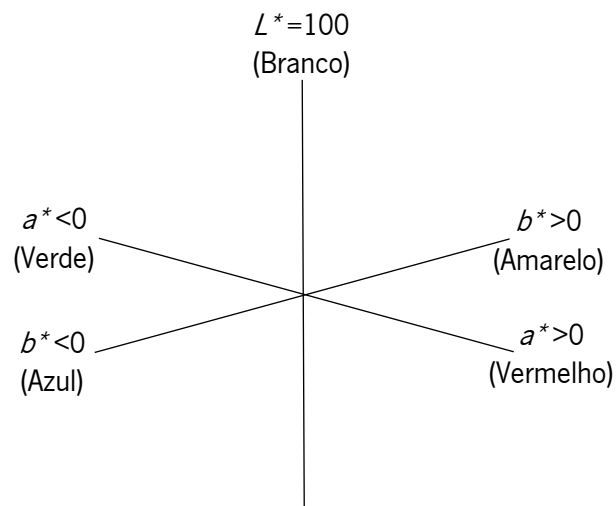


Figura 13: Espectrofotômetro *Spectraflash® SF250®*.

O sistema *CIE Lab* utiliza três eixos, tal como representado na

Figura 14 [55]:

- $L^*$ - luminosidade: 0 corresponde ao preto perfeito e 100 ao branco perfeito;
- $a^*$  - eixos vermelho-verde: valores de  $a^*$  positivos caracterizam cores vermelhas e valores negativos cores verdes;
- $b^*$ - eixos amarelo-azul: valores positivos de  $b^*$  caracterizam cores amarelas e valores negativos cores azuis.



$L^* = 0$   
(Preto)

Figura 14: Representação esquemática do espaço de cor CIELAB (adaptado de [55]).

#### 3.1.2.4. *Fourier Transform Infrared Analysis (FTIR)*

Com o intuito de se verificar se ocorreram alterações na composição química das fibras durante os tratamentos realizados, as amostras foram submetidas à análise *FTIR*.

Os espectros *FTIR* para as diferentes amostras de fibra foram obtidos através de um espectrofotômetro *FTIR Spectrum 100*, representado na Figura 15. Foram realizados 16 varrimentos para cada amostra, na gama de 4000 a 650  $\text{cm}^{-1}$  e com uma resolução de 8  $\text{cm}^{-1}$ .



Figura 15: Espectrofotômetro *FTIR Spectrum 100*.

## 4. Resultados e discussão

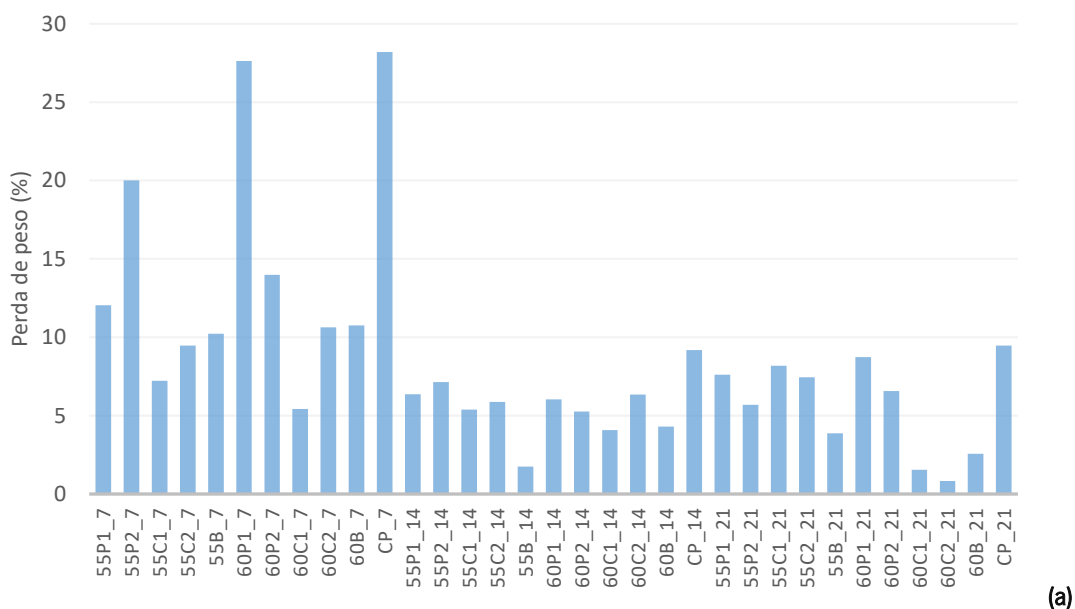
Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos ao longo do trabalho experimental.

### 4.1. Fibras de folhas de atadeiras

Encontram-se apresentados, de seguida, os resultados obtidos para as fibras extraídas de folhas de atadeiras.

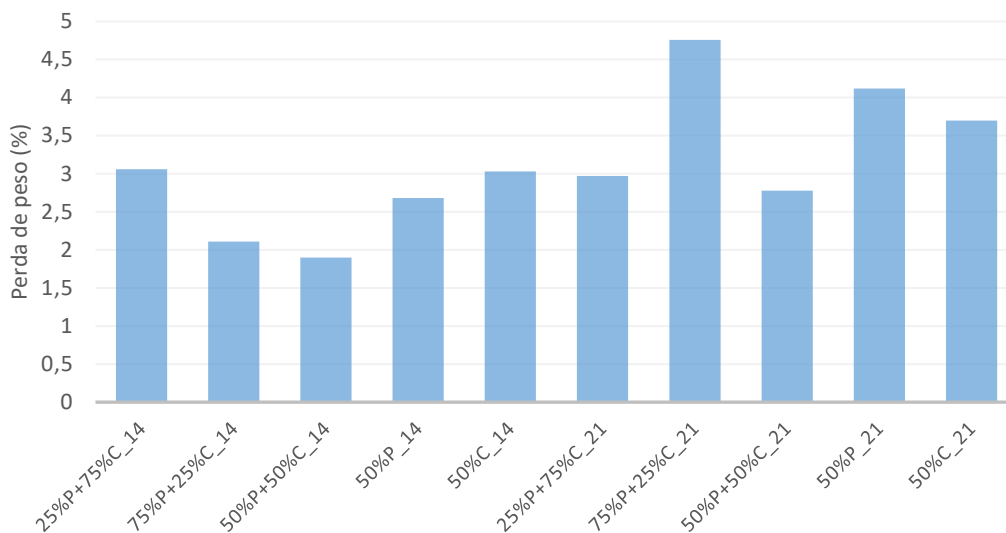
#### 4.1.1. Perda de peso

Na Figura 16 apresentam-se os valores relativos à perda de peso das várias amostras de fibras de folhas de atadeiras.



(a)





(b)

Figura 16: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de atadeiras (a) tratadas com enzimas individuais e (b) tratadas com cocktail enzimático.

Pela análise da Figura 16 (a) pôde ver-se que as fibras submetidas apenas a 7 dias de pré-tratamento sofreram perdas de peso significativamente superiores às restantes. Isto pode dever-se ao reduzido tempo de pré-tratamento, que não removeu a totalidade dos matérias não-celulósicos das fibras e que, conseqüentemente, foram removidos no tratamento enzimático, dando origem a perdas de peso mais elevadas em comparação com as fibras pré-tratadas por períodos mais longos.

Verificou-se também, que, para os vários grupos de amostras, o processo de branqueamento convencional resultou numa perda de peso mais elevada que os tratamentos enzimáticos, o que já era expectável, tendo em conta que se trata de um processo mais agressivo.

Não foi possível retirar-se nenhuma conclusão em relação à influência da temperatura na perda de peso, que pode estar relacionado com o facto de se terem testado duas temperaturas muito próximas. Assim, poderá ser interessante testar-se o tratamento destas fibras com valores de temperatura mais distantes entre si.

Para o grupo de fibras pré-tratadas durante 7 dias, pôde verificar-se que o tratamento com pectinase originou perdas de peso mais elevadas que o tratamento com celulase. Como o pré-tratamento aplicado a este grupo de fibras foi insuficiente, as mesmas ainda apresentavam grandes quantidades de pectina e, como as enzimas têm funções muito específicas, a pectinase removeu a pectina presente nestas fibras de forma mais eficiente que a celulase, resultando em perdas de peso mais elevadas [34].

Pela análise das fibras pré-tratadas durante 14 dias, pôde verificar-se que, em comparação com as análises de controlo (amostras tratadas apenas com água, nas mesmas condições a que se realizaram os tratamentos enzimáticos), ambos os tratamentos enzimáticos promoveram a remoção de impurezas presentes nas fibras. Contudo, visto que os valores foram semelhantes, não foi possível retirar-se nenhuma conclusão sobre qual dos tratamentos seria o mais indicado.

Em relação às fibras pré-tratadas durante 21 dias, verificou-se que, à exceção das amostras tratadas com celulase a 60 °C, os tratamentos enzimáticos promoveram a remoção das impurezas restantes nas fibras. Também neste caso, não foi possível retirar-se nenhuma conclusão sobre qual das enzimas seria a mais indicada para o tratamento destas fibras.

Em relação às amostras submetidas ao tratamento com *cocktail* enzimático, Figura 16 (b), não foi possível estabelecer-se uma diferença entre as várias concentrações utilizadas, visto que os resultados foram semelhantes entre si. Contudo, apesar das folhas de atadeiras utilizadas para o tratamento com *cocktail* terem sido colhidas com semanas de diferença das fibras utilizadas nos tratamentos individuais e, portanto, apresentarem um estado de maturação distinto das outras, pôde ver-se que o tratamento com *cocktail* enzimático resultou em perdas de peso mais reduzidas que o tratamento com enzimas individuais.

#### 4.1.2. Densidade linear

Na Figura 17 apresentam-se os valores obtidos para a densidade linear das amostras de fibras de folhas de atadeiras, bem como os respetivos desvios-padrão.

Tal como referido por Symington *et al.* [56], as propriedades das fibras naturais são variáveis de fibra para fibra.

Como a maioria das fibras naturais possuem um diâmetro irregular ao longo de todo o seu comprimento, determinar a sua densidade linear é a maneira mais viável de descrever a finura e aspereza da fibra. Esta propriedade fornece também indicações quantitativas sobre a eficiência dos tratamentos [54].

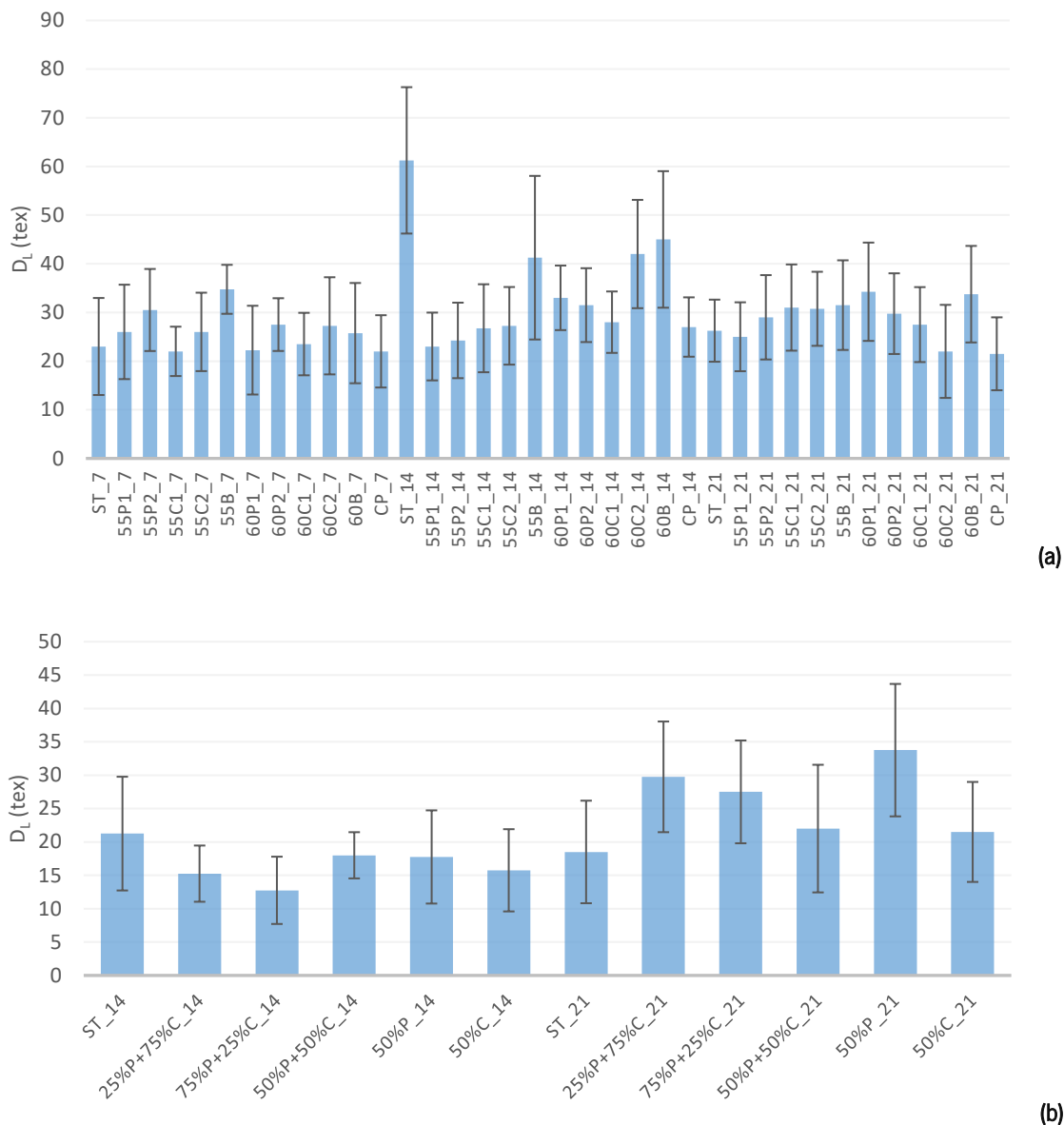


Figura 17: Densidade linear ( $D_L$ ) das amostras de fibras de folhas de atadeiras **(a)** tratadas com enzimas individuais e **(b)** tratadas com cocktail enzimático.

Pela análise das Figura 17, pôde verificar-se, em ambos os casos, uma variabilidade significativa nos resultados obtidos para este parâmetro, justificada pela própria natureza das fibras e, também, pela presença de impurezas mesmo depois dos tratamentos.

### 4.1.3. Tenacidade e alongamento

Na Figura 18 apresentam-se os valores de tenacidade obtidos para as várias amostras em análise, bem como os respetivos desvios-padrão.

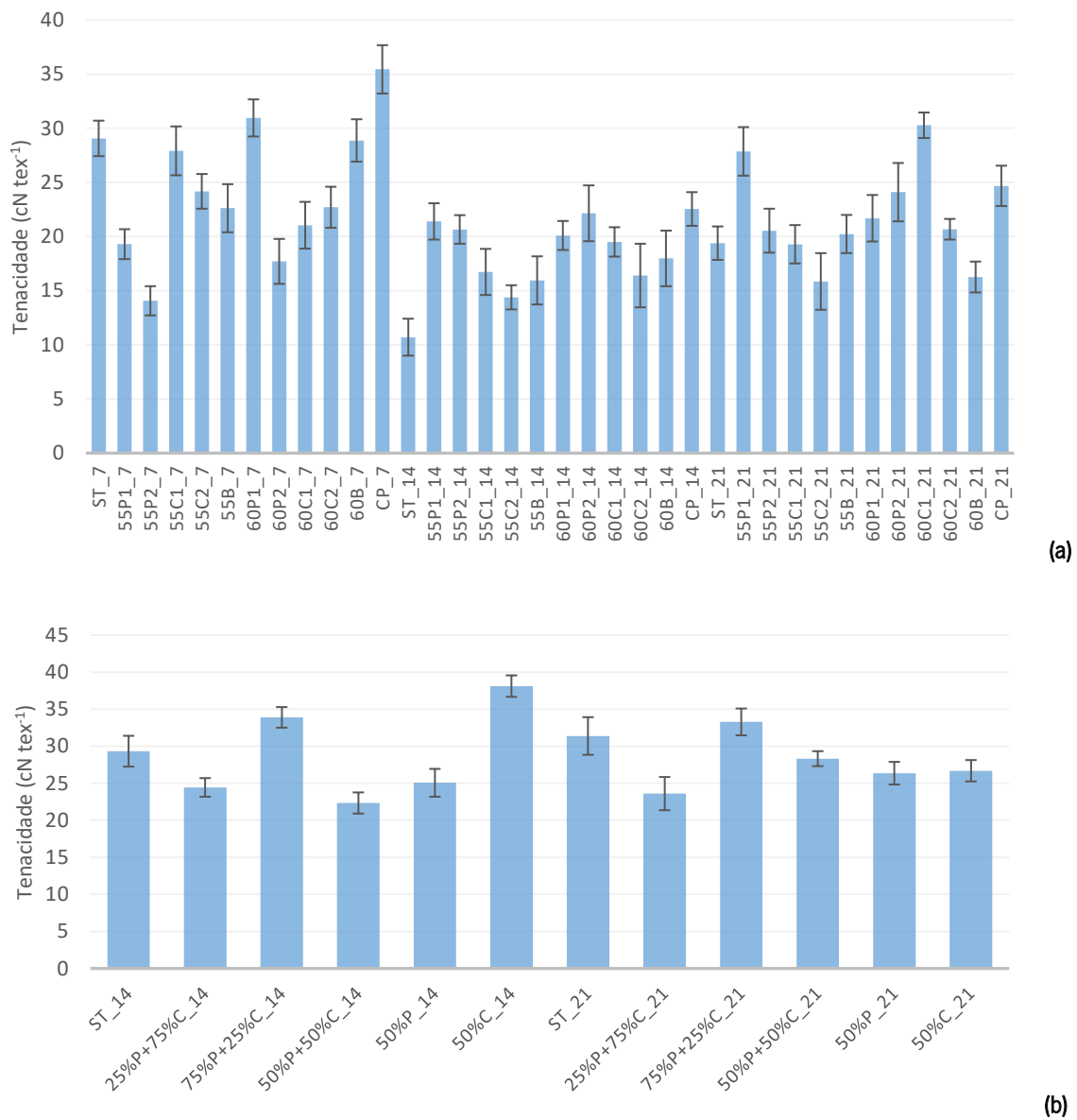


Figura 18: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de atadeiras **(a)** tratadas com enzimas individuais e **(b)** tratadas com cocktail enzimático.

Na Figura 19 apresentam-se os valores de alongamento obtidos para as várias amostras, bem como os respetivos desvios-padrão.

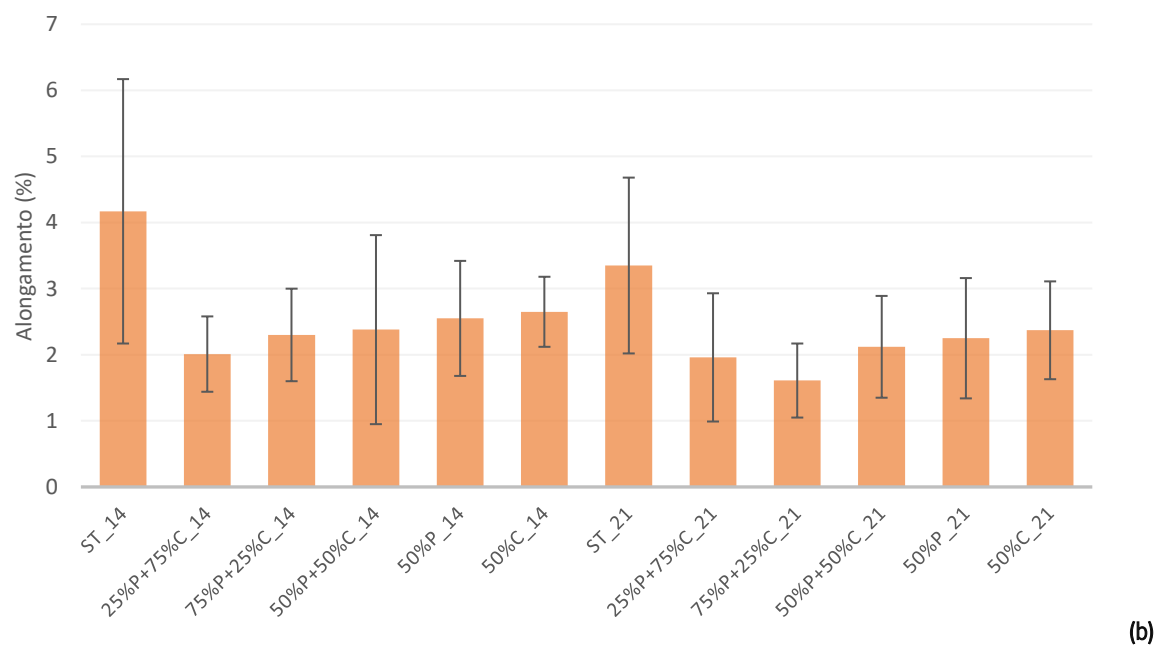
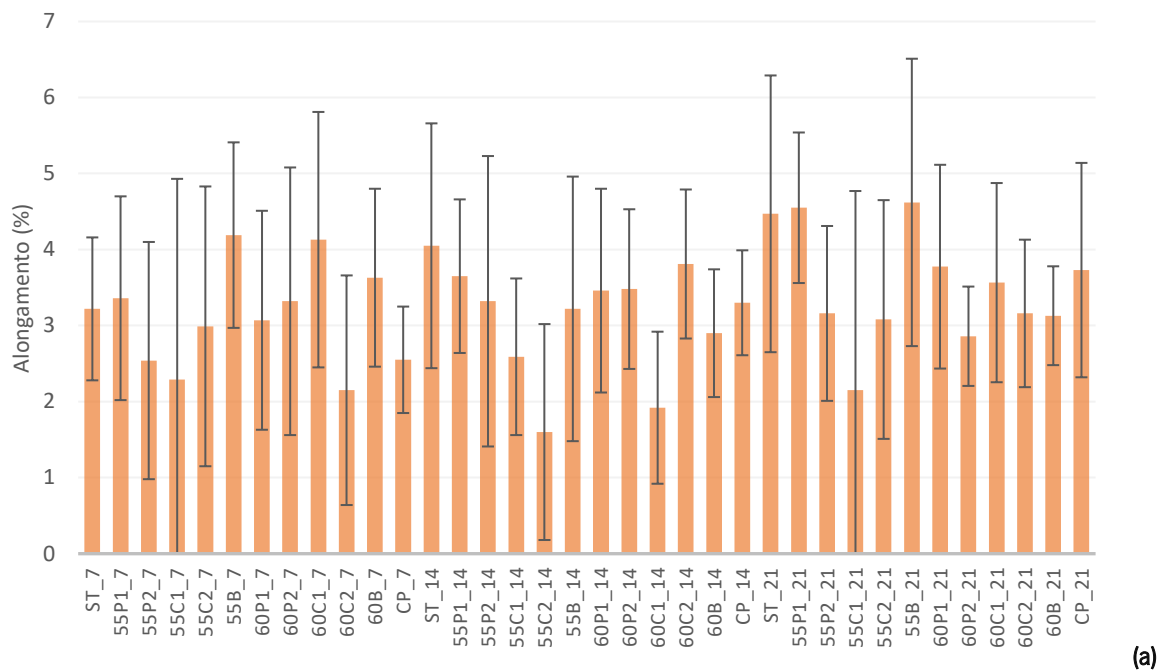


Figura 19: Alongamento das amostras de fibras de folhas de atadeiras **(a)** tratadas com enzimas individuais e **(b)** tratadas com cocktail enzimático.

Os valores apresentaram uma elevada variabilidade que pode ser justificada pelas condições climáticas durante o crescimento da planta e pelo método de extração das fibras. Fatores como o estado de maturação das folhas, a disposição das mesmas nos copos durante o pré-tratamento hidrotérmico, o volume dos copos utilizados aquando do tratamento enzimático (as

fibras mostraram-se compactadas dentro do copo o que pode ter levado a um tratamento não uniforme), entre outros, podem, igualmente, ter estado na origem da variabilidade dos resultados obtidos.

Pela análise das amostras tratadas com enzimas individuais (Figura 18 (a) e Figura 19 (a)), devido aos fatores já referidos e ao tempo insuficiente de pré-tratamento, e conseqüente conservação das ligações entre as fibras, as amostras pré-tratadas durante 7 dias apresentaram uma variabilidade bastante significativa, não sendo possível retirar-se nenhuma conclusão a partir deste grupo de amostras.

Pela análise das amostras pré-tratadas durante 14 dias e tratadas com enzimas individuais (Figura 18 (a) e Figura 19 (a)) foi possível observar-se que, em comparação com a amostra sem tratamento, todos os tratamentos realizados permitiram uma melhoria da tenacidade das fibras e uma diminuição no alongamento das mesmas. Contudo, analisando os valores obtidos para as amostras de branco constatou-se que estes apresentavam valores elevados o que levou a que não se pudessem tirar realmente conclusões. Verificou-se que a pectinase originou melhorias significativas na tenacidade. Igualmente, o tratamento com celulase resultou em quebras significativas nos valores de alongamento, o que seria expectável, sendo que a celulase tende a hidrolisar as cadeias de celulose, o componente responsável pela resistência das fibras. Em contrapartida, o tratamento com pectinase resultou em perdas ligeiras de alongamento, mesmo inferiores às perdas de alongamento das amostras tratadas apenas com água.

No caso das amostras pré-tratadas durante 21 dias e tratadas com enzimas individuais (Figura 18 (a) e Figura 19 (a)), também se verificou uma variabilidade de valores bastante significativa, não tendo sido também possível retirar-se nenhuma conclusão a partir destas amostras, além de que, na generalidade, os tratamentos aplicados resultaram em valores de tenacidade superiores.

Observou-se, também que, ainda em relação às fibras tratadas com enzimas individuais (Figura 18 (a)), as fibras pré-tratadas durante 21 dias apresentaram uma tenacidade superior comparativamente às pré-tratadas durante 14 dias. Isto pode dever-se ao facto de um maior tempo de pré-tratamento permitir a obtenção de fibras com uma quantidade de impurezas mais reduzida, tal como já tinha sido reportado por Lee *et al.* [57].

Apesar de, tal como referido anteriormente, as fibras tratadas com enzimas individuais e em *cocktail* enzimático terem sido colhidas em alturas diferentes, afetando o estado de maturação das mesmas, foi possível verificar-se que o tratamento num *cocktail* enzimático (Figura 18 (b)) permitiu a obtenção de fibras com valores de tenacidade superiores e, conseqüentemente, mais resistentes à rutura.

Em relação ao alongamento (Figura 19 (b)) verificou-se que todas as receitas de *cocktail* testadas resultaram numa redução deste parâmetro nas fibras. Verificou-se, também, que as fibras tratadas com *cocktail* sofreram reduções no alongamento mais elevadas do que as fibras tratadas com enzimas individuais.

Uma resistência superior em amostras tratadas com enzimas foi, também, observado por Yilmaz *et al.* [52], aquando do tratamento de fibras de milho com xilanase, e justificada pelo facto de a biomassa não-celulósica presente nas fibras ser menos resistente em comparação com a celulose e, portanto, a sua remoção resultar num aumento da tenacidade das fibras [58].

Verificou-se que o valor obtido por Sumihartati *et al.* [53] para a tenacidade das fibras de folhas de atadeiras, 22,12 cN tex<sup>-1</sup>, se encontrou dentro do intervalo de valores obtidos nesta investigação (10,71 – 38,11 cN tex<sup>-1</sup>). Em relação ao alongamento, os valores obtidos neste trabalho de investigação (1,60 – 4,62 %) foram significativamente inferiores ao valor obtido por Sumihartati *et al.* de 13,15 %.

#### 4.1.4. Coordenadas de cor

Na Tabela 8 apresentam-se os valores das coordenadas de cor obtidos para as várias amostras tratadas com enzimas individuais, bem como o respetivo valor da diferença de cor.

Na Tabela 9 encontram-se os valores obtidos para o mesmo parâmetro, nas fibras tratadas com *cocktail enzimático*, bem como o respetivo valor da diferença de cor.

Tabela 8: Coordenadas de cor CIELab, respectiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de atadeiras

<b>Amostra</b>	<b><math>L^*</math></b>	<b><math>a^*</math></b>	<b><math>b^*</math></b>
ST_7	64,53 ± 1,46	1,56 ± 0,10	21,47 ± 0,99
55P1_7	65,79 ± 0,79	2,40 ± 0,23	17,71 ± 0,59
55P2_7	68,52 ± 1,71	1,97 ± 0,16	18,47 ± 0,55
55C1_7	63,69 ± 2,25	2,63 ± 0,29	17,34 ± 1,64
55C2_7	65,61 ± 0,14	2,22 ± 0,18	17,31 ± 0,39
55B_7	66,10 ± 2,19	2,37 ± 0,25	18,48 ± 0,66
60P1_7	62,72 ± 1,06	1,04 ± 0,25	17,44 ± 0,50
60P2_7	73,68 ± 0,70	0,77 ± 0,30	17,57 ± 0,35
60C1_7	67,83 ± 1,82	2,69 ± 0,35	17,90 ± 0,42
60C2_7	68,04 ± 0,80	1,81 ± 0,23	17,17 ± 0,57
60B_7	60,95 ± 0,86	2,86 ± 0,03	18,90 ± 0,37
CP_7	86,49 ± 1,74	-1,86 ± 0,14	11,26 ± 3,54
ST_14	66,97 ± 3,96	0,42 ± 0,47	19,50 ± 3,65
55P1_14	68,02 ± 1,71	0,55 ± 0,19	21,09 ± 0,44
55P2_14	70,97 ± 0,35	1,65 ± 0,09	19,02 ± 0,36
55C1_14	70,48 ± 0,34	-0,05 ± 0,12	20,11 ± 0,49
55C2_14	63,61 ± 1,92	0,15 ± 0,26	18,77 ± 0,47
55B_14	65,06 ± 0,74	0,95 ± 0,38	20,10 ± 0,32
60P1_14	64,45 ± 0,90	0,18 ± 0,08	21,56 ± 0,46
60P2_14	69,00 ± 0,88	0,28 ± 0,24	21,57 ± 0,55
60C1_14	66,87 ± 0,95	0,43 ± 0,11	23,13 ± 0,18
60C2_14	66,92 ± 1,57	1,69 ± 0,12	20,99 ± 0,74
60B_14	68,88 ± 0,62	0,67 ± 0,15	20,57 ± 0,27
CP_14	78,50 ± 0,64	0,89 ± 0,10	19,66 ± 0,22
ST_21	74,98 ± 0,26	0,15 ± 0,12	21,79 ± 0,45
55P1_21	65,36 ± 0,58	0,26 ± 0,14	20,30 ± 0,27
55P2_21	73,56 ± 0,12	-0,19 ± 0,15	19,85 ± 0,30
55C1_21	76,03 ± 1,21	-0,68 ± 0,15	14,49 ± 1,59
55C2_21	72,58 ± 0,88	0,63 ± 0,12	20,90 ± 0,90
55B_21	72,79 ± 0,76	-0,12 ± 0,20	21,43 ± 1,85
60P1_21	73,05 ± 2,71	-0,49 ± 0,27	21,54 ± 3,10
60P2_21	72,41 ± 0,64	-1,08 ± 0,19	19,64 ± 0,63
60C1_21	79,82 ± 1,43	-0,50 ± 0,28	17,43 ± 0,85
60C2_21	74,96 ± 0,42	0,69 ± 0,15	20,93 ± 0,47
60B_21	77,95 ± 1,01	0,47 ± 0,21	18,50 ± 1,10
CP_21	81,43 ± 0,37	0,70 ± 0,27	18,88 ± 0,29



Tabela 9: Coordenadas de cor CIELab, respectiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de atadeiras tratadas com *cocktail* enzimático

Amostra	$L^*$	$a^*$	$b^*$
ST_14	72,79 ± 1,19	2,53 ± 0,19	19,67 ± 0,62
25%P+75%C_14	78,25 ± 0,65	1,92 ± 0,12	17,89 ± 0,22
75%P+25%C_14	74,86 ± 0,45	1,49 ± 0,09	17,30 ± 0,22
50%P+50%C_14	76,46 ± 0,95	2,11 ± 0,19	17,08 ± 0,27
50%P_14	73,12 ± 1,59	2,00 ± 0,41	18,66 ± 0,70
50%C_14	76,98 ± 0,62	1,91 ± 0,19	19,51 ± 1,65
ST_21	71,21 ± 0,78	4,34 ± 0,07	24,43 ± 0,62
25%P+75%C_21	73,45 ± 0,59	1,89 ± 0,17	23,09 ± 0,96
75%P+25%C_21	74,09 ± 0,79	3,07 ± 0,26	20,57 ± 0,59
50%P+50%C_21	76,60 ± 0,17	2,79 ± 0,20	19,82 ± 0,26
50%P_21	75,09 ± 0,53	3,23 ± 0,03	21,49 ± 0,15
50%C_21	77,16 ± 0,58	2,70 ± 0,63	19,41 ± 0,23

Pela análise do parâmetro  $L^*$  da Tabela 8, pôde-se verificar que as fibras submetidas ao branqueamento apresentaram uma tonalidade significativamente mais clara do que as fibras tratadas com enzimas. Verificou-se, também, que as fibras submetidas a 21 dias de pré-tratamento hidrotérmico apresentaram-se, na generalidade, mais claras do que as restantes.

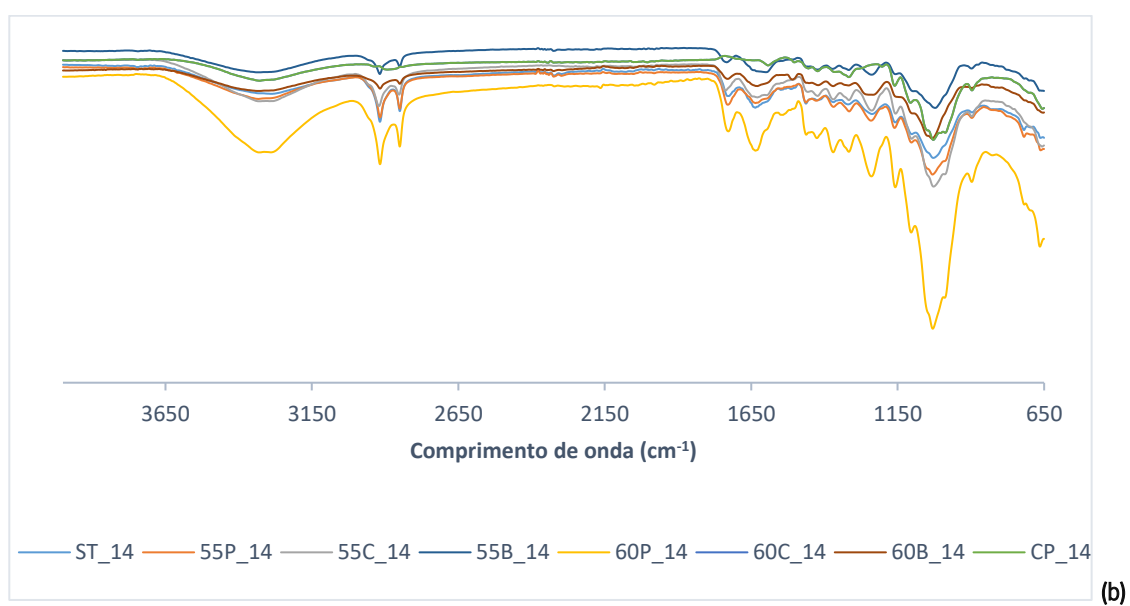
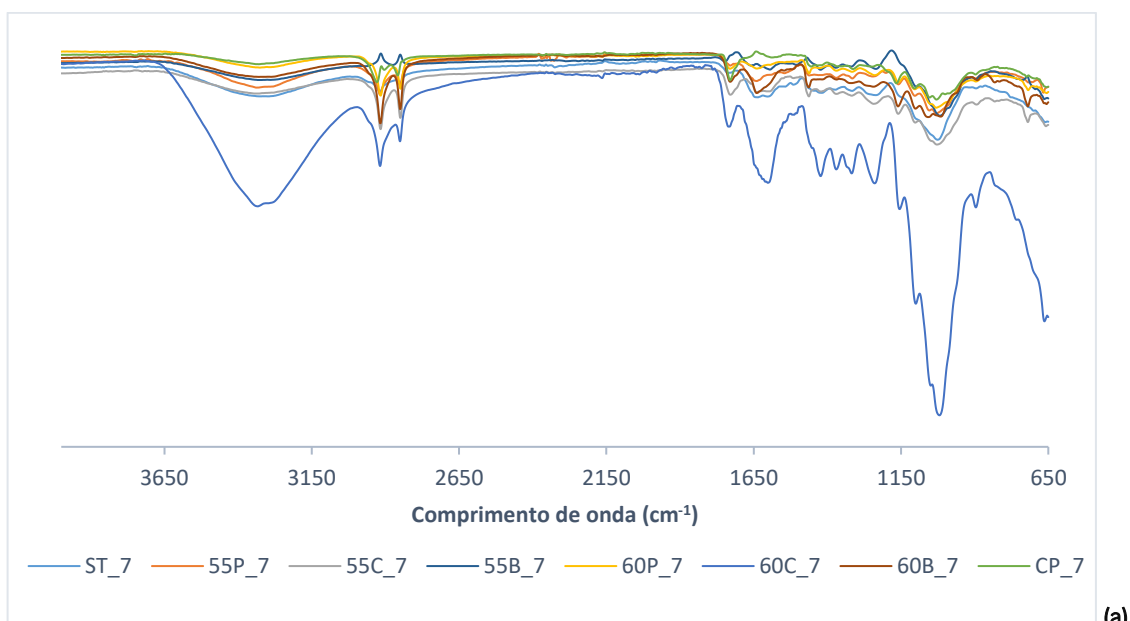
Os valores do parâmetro  $a^*$  da Tabela 8 foram, na sua maioria, para as amostras pré-tratadas durante 7 e 14 dias, positivos e, conclui-se, portanto, que estas amostras tendiam a aproximar-se do vermelho. Para as fibras pré-tratadas durante 21 dias, já se verificaram muitos valores de  $a^*$  negativos, ou seja, muitas das amostras já tendiam a aproximar-se da cor verde. Em relação aos valores de  $b^*$ , estes foram todos positivos e, portanto, as fibras tendiam a ser amareladas.

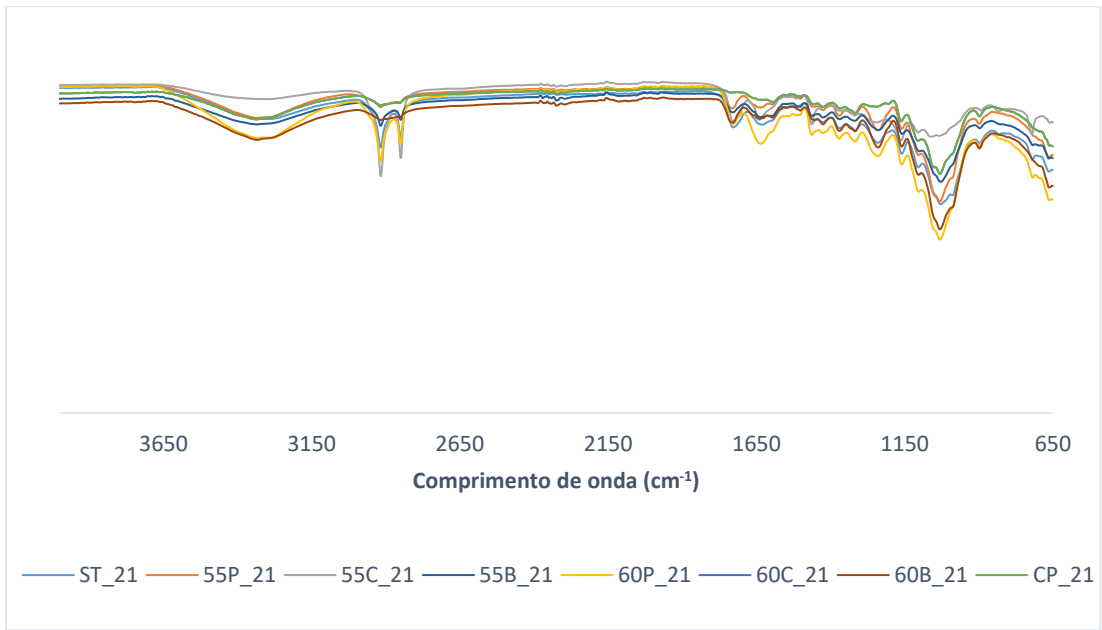
Em relação às fibras tratadas com cocktail enzimático, Tabela 9, não se verificaram diferenças significativas em relação aos valores obtidos para o parâmetro  $L^*$ . Em relação aos valores obtidos para os parâmetros  $a^*$  e  $b^*$ , foram todos positivos e, por isso, as fibras tendiam para uma cor vermelho-amarelada.

### 4.1.5. FTIR

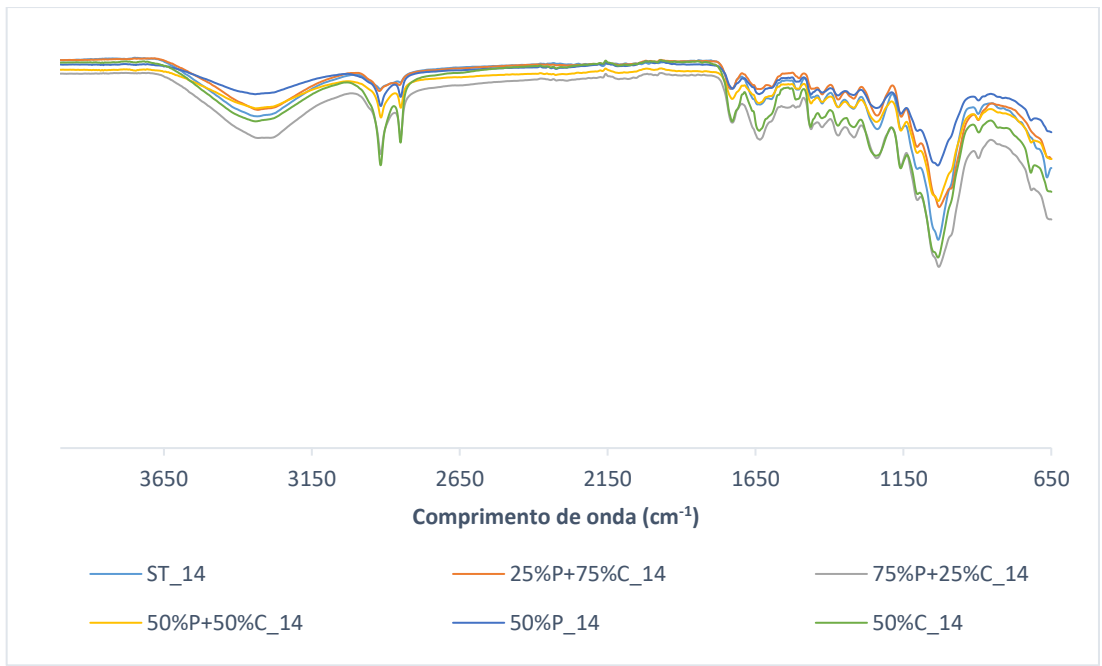
O espectro do FTIR foi analisado na região 4000-650  $\text{cm}^{-1}$ , abrangendo as bandas características dos principais constituintes das fibras vegetais: a celulose, hemicelulose e lignina. Estes componentes são maioritariamente formados por alcanos, compostos aromáticos, álcoois, ésteres e cetonas com grupos funcionais que contêm oxigénio [59].

As curvas FTIR obtidas para as diferentes amostras encontram-se representadas na Figura 20.





(c)



(d)

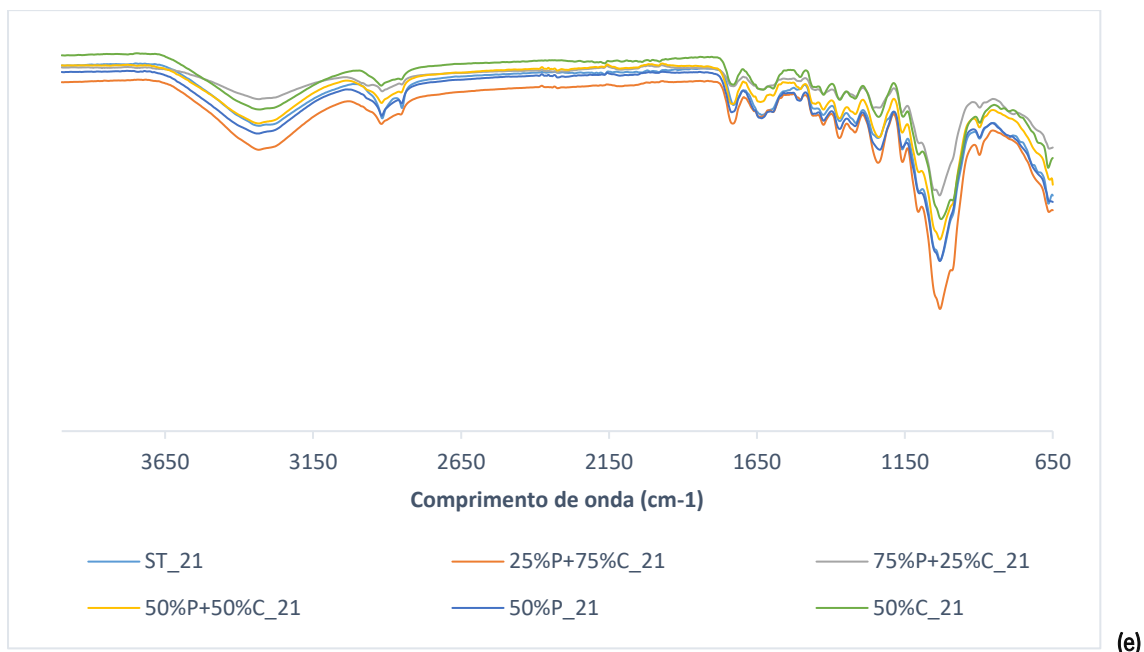


Figura 20: Espectro FTIR das fibras de folhas de atadeiras pré-tratadas durante (a) 7 dias, (b) 14 dias e (c) 21 dias e tratadas com enzimas individuais e pré-tratadas durante (d) 14 dias e (e) 21 dias e tratadas com *cocktail enzimático*.

Constatou-se que, em todos os grupos de amostras, as várias curvas apresentaram comportamentos muito similares, não existindo alterações químicas qualitativas significativas dentro dos vários grupos. Desta forma, pôde-se afirmar que, tal como expectável, os tratamentos enzimáticos não alteraram a composição química qualitativa das fibras.

Através da análise dos gráficos da Figura 20 foi possível visualizar-se vários picos de absorção caraterísticos das fibras naturais em todas as amostras estudadas. O espectro FTIR obtido apresentou semelhanças com o espectro FTIR das fibras de algodão, com bandas de absorção caraterísticas nos picos 3450-3250  $\text{cm}^{-1}$ , 2900  $\text{cm}^{-1}$ , 1630  $\text{cm}^{-1}$ , 1430  $\text{cm}^{-1}$ , 1370  $\text{cm}^{-1}$  e 1100-970  $\text{cm}^{-1}$  [18].

Verificou-se também que os picos de absorção obtidos foram semelhantes aos obtidos por Sumihartati *et al.* [53] na sua investigação relativa à produção de fibras de atadeiras. As análises FTIR realizadas pelos autores apresentaram picos de absorção em 3429,43  $\text{cm}^{-1}$ , 2902,87  $\text{cm}^{-1}$ , 1730,15  $\text{cm}^{-1}$ , 1427,32  $\text{cm}^{-1}$ , 1060,56  $\text{cm}^{-1}$ , 1056,99  $\text{cm}^{-1}$  e 898,83  $\text{cm}^{-1}$ .

O pico de absorção a 3297,80  $\text{cm}^{-1}$  (7 dias), 3287,12  $\text{cm}^{-1}$  (14 dias) e 3301,56  $\text{cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde à vibração de alongamento do grupo OH- e a vibrações livres devido às ligações de hidrogénio [11], [60], [61]. Estas são as bandas maiores em todos os gráficos, o que era esperado, tendo em conta que o material em análise é de origem vegetal e este comprimento de onda está associado à

celulose, hemicelulose e lignina [18], [53]. O pico de absorção a  $2918,57\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $2917,59\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $2917,14\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde às vibrações do grupo CH, induzido pela presença de um maior grupo celulose-CH<sub>2</sub>OH [6], [59], [60]. O pico de absorção a  $2850\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $2849,82\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $2849,63\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde às vibrações de alongamento simétrico do grupo CH de polissacarídeos para ceras e óleos [57]. O pico a  $1726\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1726,67\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1727,78\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde à vibração de alongamento dos grupos C=O não conjugados da hemicelulose [47], [62]. O pico de absorção a  $1636,24\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1636,02\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1634,50\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde à vibração de alongamento do grupos conjugados CO presentes na lignina [31], [62]. O pico presente nos  $1464\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1463,02\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1462,09\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) corresponde à vibração do grupo CH<sub>2</sub> da celulose [6], [31], [60], [61]. Os picos a  $1372\text{ cm}^{-1}$  e  $1318\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1368\text{ cm}^{-1}$  e  $1319,17\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1369,12\text{ cm}^{-1}$  e  $1316,29\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) correspondem, respetivamente, ao alongamento simétrico e antissimétrico dos grupos CH da celulose e hemicelulose [31], [61], [62]. Os picos em  $1235,35\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1237,14\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1239,83\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) correspondem á vibração de alongamento do grupo CO [60], [62]. Os picos em  $1162\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1158,17\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1159,45\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) correspondem à vibração do alongamento antissimétrico das ligações C-O-C na celulose e hemicelulose [31], [60], [62]. Os picos localizados em  $1025,41\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $1028,05\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $1028,57\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) correspondem à vibração de deformação do grupo CH [62]. Os picos localizados em  $902\text{ cm}^{-1}$  (7 dias),  $906\text{ cm}^{-1}$  (14 dias) e  $892\text{ cm}^{-1}$  (21 dias) correspondem ao grupo funcional C-H da lignina [53].

Concluiu-se, assim, que os grupos funcionais presentes nas fibras de folhas de atadeiras são os grupos OH, C=O, CO e CH, associados ao conteúdo em celulose, hemicelulose e lignina, que são os componentes presentes nas restantes fibras lignocelulósicas [18], [53].

## 4.2. Fibras de folhas de milho

Encontram-se apresentados, de seguida, os resultados obtidos para as fibras extraídas de folhas de milho.

### 4.2.1. Perda de peso

Na Figura 21 apresentam-se os valores relativos à perda de peso das várias amostras de fibras de folhas de milho depois dos tratamentos enzimáticos.

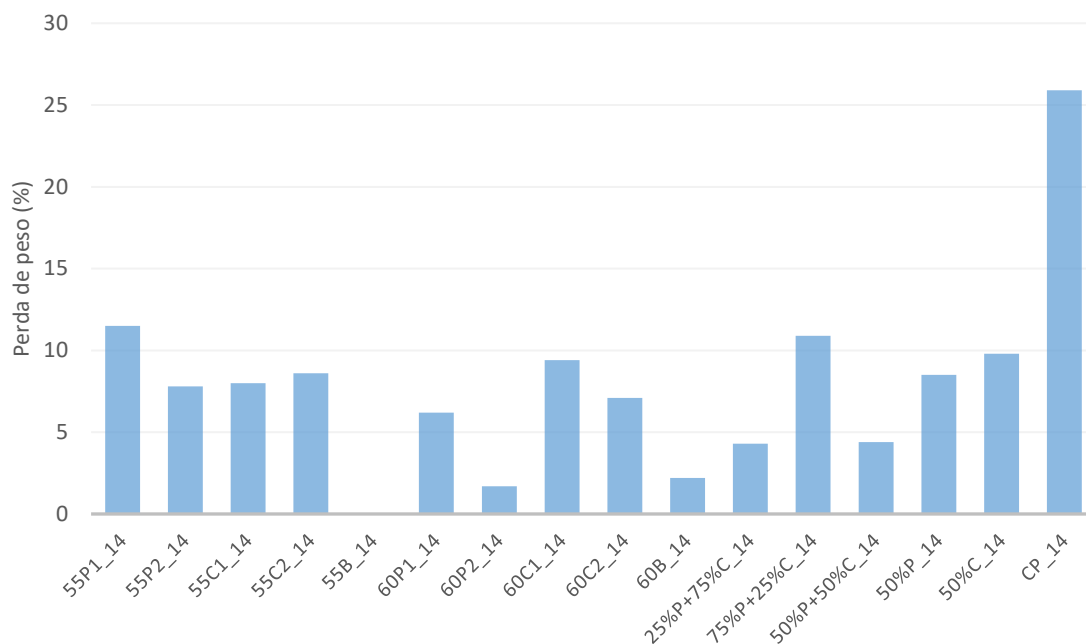


Figura 21: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de milho.

Pela análise da figura anterior, pôde ver-se que, em comparação com os respetivos brancos, na generalidade, todos os tratamentos resultaram na diminuição do peso das fibras e, portanto, ocorreu a remoção de componentes não-celulósicos. Pôde verificar-se, também, que a amostra submetida ao processo de branqueamento apresentou uma perda de peso muito superior em comparação com as restantes, o que era expectável, tendo em conta que o tratamento químico é mais agressivo que os tratamentos enzimáticos, tal como referido por Garg *et al.* [63].

### 4.2.2. Densidade linear

Na Figura 22 apresentam-se os valores obtidos para a densidade linear das amostras em questão, bem como os respetivos desvios-padrão.

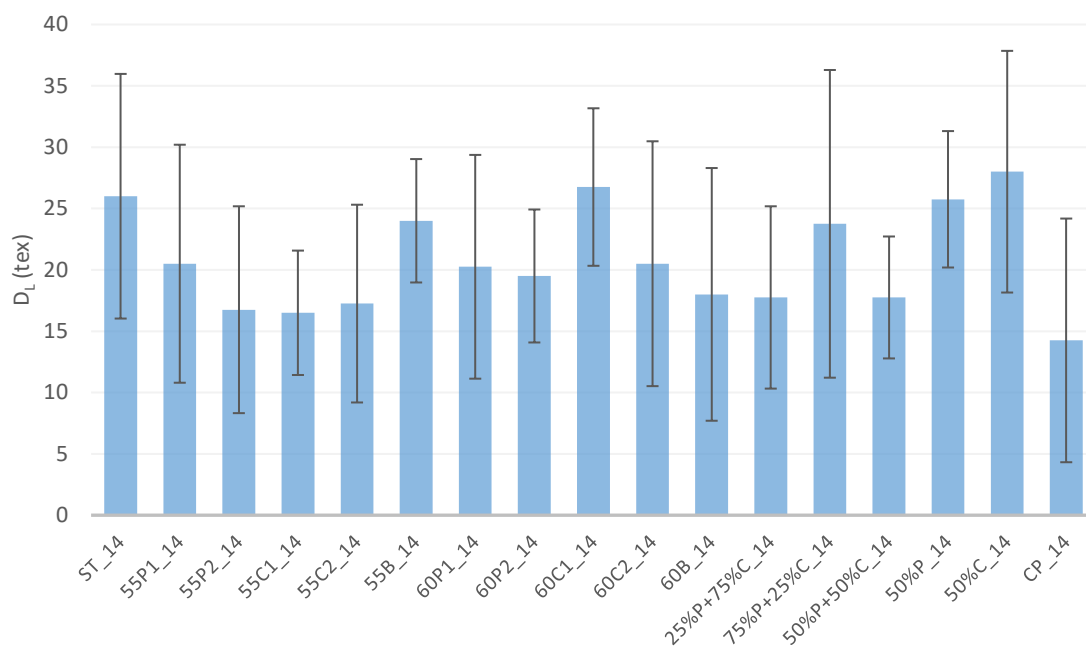


Figura 22: Densidade linear (D<sub>L</sub>) das amostras de fibras de folhas de milho.

Também para este tipo de fibras, devido à elevada variabilidade associada aos valores, não foi possível retirar-se nenhuma conclusão a partir deste parâmetro.

### 4.2.3. Tenacidade e alongamento

Na Figura 23 apresentam-se os valores de tenacidade obtidos para as várias amostras em análise e os respetivos desvios-padrão.

Na Figura 24 apresentam-se os valores de alongamento obtidos para as mesmas amostras, bem como os respetivos desvios-padrão.

Pela análise dos dados pôde-se verificar que, aquando do tratamento das fibras com enzimas individuais, a celulase permitiu a obtenção de fibras mais resistentes do que a pectinase. Não se verificaram diferenças significativas em relação às duas temperaturas testadas.

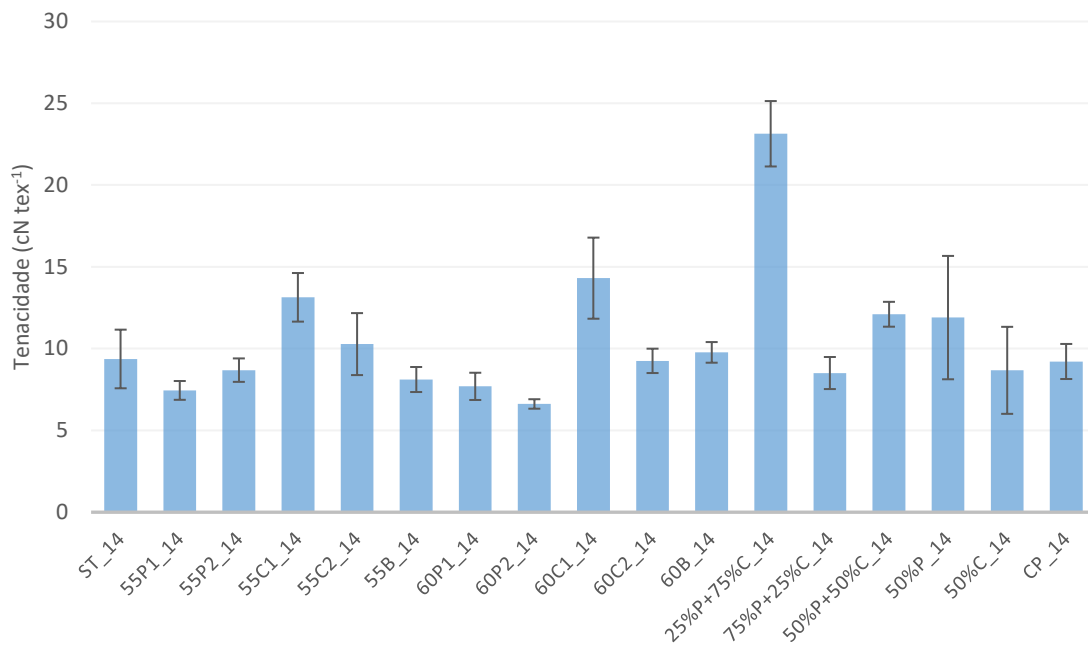


Figura 23: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de milho.

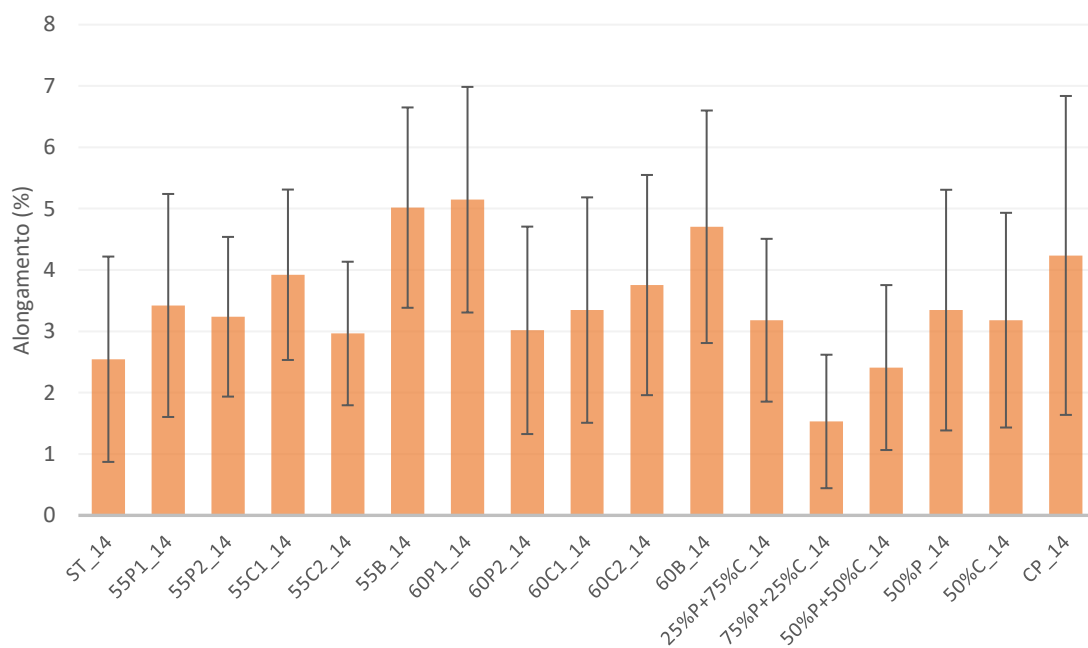


Figura 24: Alongamento das amostras de fibras de folhas de milho.

No caso das fibras de folhas de milho, o intervalo dos valores de tenacidade obtidos no trabalho realizado (6,62 – 23,14 cN tex<sup>-1</sup>) foi bastante semelhante ao intervalo de valores encontrado na literatura



para a tenacidade das mesmas fibras (4,45 – 23,89 cN tex<sup>-1</sup>). Em relação aos valores de alongamento obtidos (1,53 – 5,15 %), estes foram bastante inferiores aos da literatura (4,2 – 15,3 %) [31], [51], [52].

#### 4.2.4. Coordenadas de cor

Na Tabela 10 encontram-se os resultados obtidos para as coordenadas de cor das várias amostras em estudo, bem como o respetivo valor da diferença de cor.

Tabela 10: Coordenadas de cor CIELab, respetiva diferença de cor e grau de branco das fibras de folhas de milho

Amostra	$L^*$	$a^*$	$b^*$
ST_14	61,78 ± 2,06	0,11 ± 0,47	20,13 ± 0,32
55P1_14	63,42 ± 1,27	-1,42 ± 0,30	19,05 ± 0,22
55P2_14	71,40 ± 1,17	-2,11 ± 0,25	17,82 ± 1,57
55C1_14	65,11 ± 1,86	-1,56 ± 0,15	18,56 ± 1,08
55C2_14	69,08 ± 3,08	-1,47 ± 0,39	21,16 ± 1,39
55B_14	62,74 ± 3,69	-1,24 ± 0,45	18,54 ± 0,49
60P1_14	56,72 ± 6,47	-0,81 ± 0,64	16,90 ± 0,68
60P2_14	65,66 ± 0,61	-1,60 ± 0,18	17,17 ± 0,66
60C1_14	69,28 ± 3,51	-1,33 ± 0,39	19,09 ± 1,34
60C2_14	64,71 ± 1,06	-1,44 ± 0,10	16,91 ± 0,89
60B_14	75,80 ± 2,73	-1,97 ± 0,73	19,11 ± 1,74
25%P+75%C_14	73,17 ± 1,76	-1,72 ± 0,14	17,05 ± 1,40
75%P+25%C_14	68,96 ± 1,69	-1,12 ± 0,22	21,67 ± 0,27
50%P+50%C_14	69,01 ± 2,44	-1,24 ± 0,37	20,28 ± 0,79
50%P_14	68,65 ± 2,24	-1,54 ± 0,28	20,13 ± 0,84
50%C_14	66,62 ± 2,21	-1,16 ± 0,28	16,69 ± 1,07
CP_14	54,96 ± 1,88	-0,27 ± 0,57	24,25 ± 0,63

Pela análise dos valores obtidos para o parâmetro  $L^*$  (Tabela 10), verificou-se que, ao contrário das fibras de folhas de atadeiras, a amostra submetida ao branqueamento convencional possuía uma cor mais escura do que as restantes. Com exceção da amostra 60P1\_14, que foi também a que apresentou um maior erro associado, em comparação com a amostra não tratada, todos os tratamentos enzimáticos aplicados resultaram num aumento da claridade das fibras.

Como os valores do parâmetro  $a^*$  (Tabela 10) foram, à exceção da amostra não tratada, negativos, concluiu-se, que estas amostras tendiam a aproximar-se do verde. Como os valores do parâmetro  $b^*$  foram todos positivos, as fibras tendiam a ser amareladas.

#### 4.2.5. FTIR

As curvas FTIR obtidas para as diferentes amostras encontram-se representadas na Figura 25.

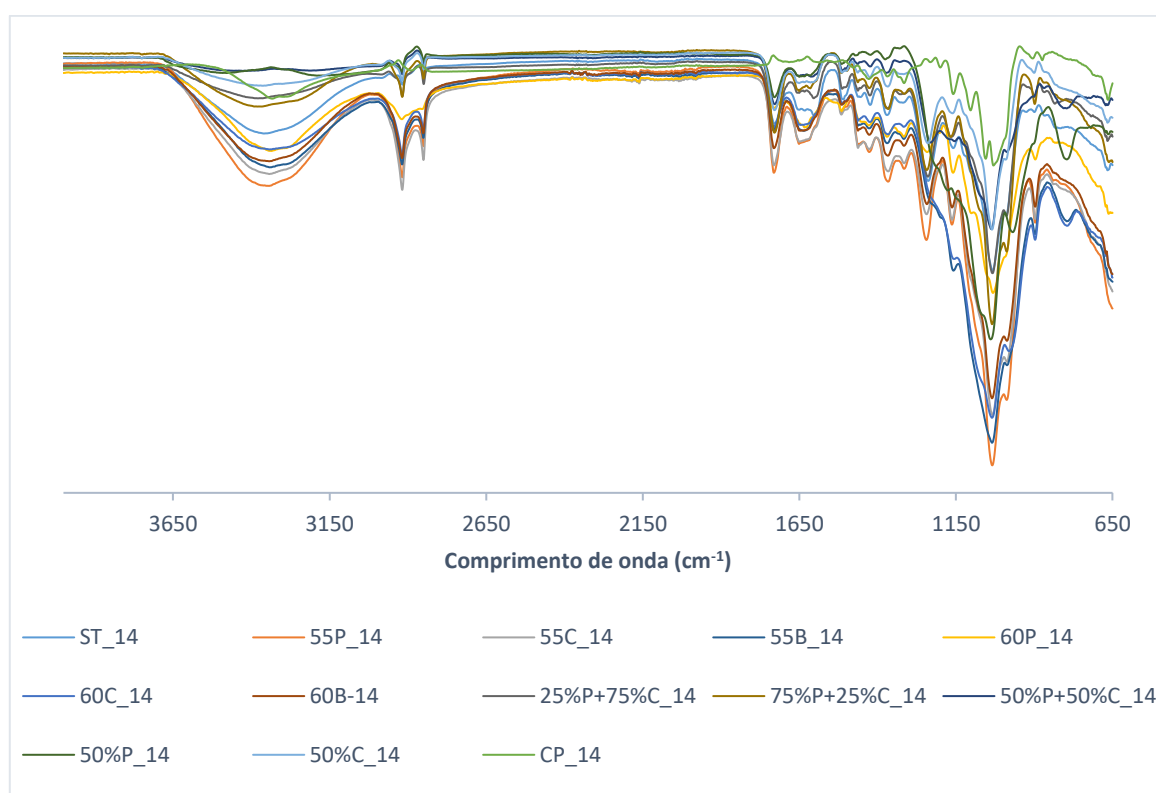


Figura 25: Espectro FTIR das fibras de folhas de milho.

Também para as fibras de folhas de milho, não se verificaram alterações químicas qualitativas na composição das fibras. Verificou-se, também, que o espectro FTIR destas fibras apresentou os mesmos picos de absorção que o espectro das fibras de folhas de atadeiras, o que era expectável visto que também estas são fibras naturais.

### 4.3. Fibras da Folha de Bananeira

Encontram-se apresentados, de seguida, os resultados obtidos para as fibras extraídas de folhas de bananeira.

#### 4.3.1. Perda de peso

Na Figura 26 apresentam-se os valores relativos à perda de peso das várias amostras de fibras provenientes da folha da bananeira analisadas.

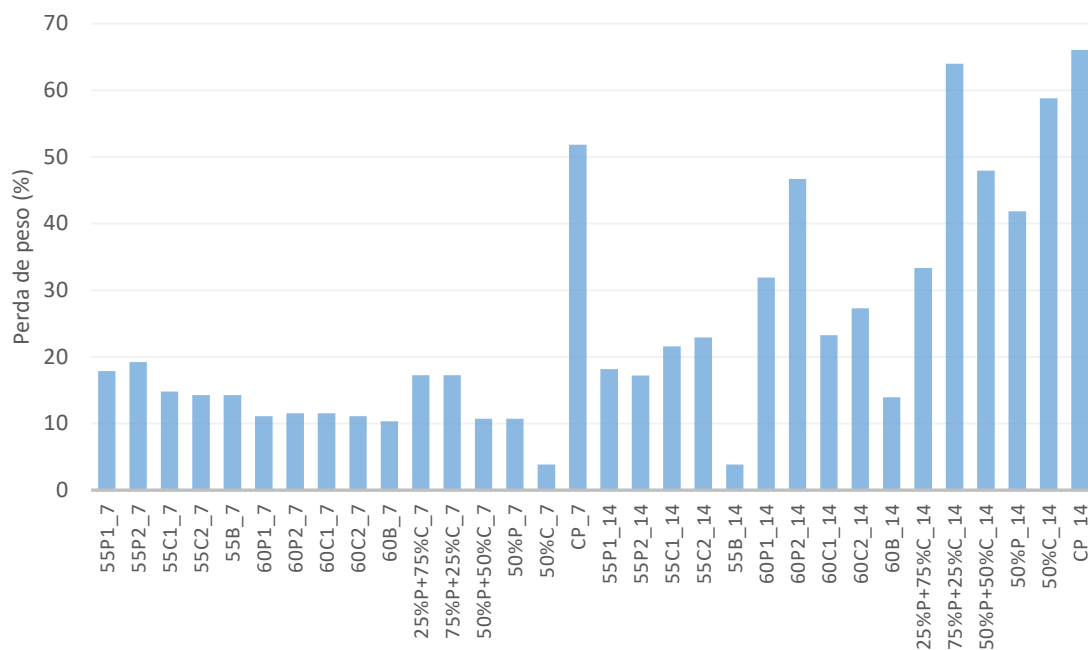


Figura 26: Perda de peso das amostras de fibras de folhas de bananeira.

Pela análise da Figura 26 pôde verificar-se que o processo de branqueamento resultou em perdas de peso bastante mais elevadas que os tratamentos enzimáticos, principalmente nas fibras pré-tratadas durante 7 dias, o que era expectável, visto tratar-se de um tratamento mais agressivo que os restantes.

Verificou-se também que, na generalidade, as fibras pré-tratadas durante 14 dias sofreram perdas de peso mais elevadas que as fibras pré-tratadas durante 7 dias.

No caso das fibras pré-tratadas durante 7 dias, devido aos valores elevados verificados para as análises de controlo (brancos), não foi possível avaliar-se a eficácia dos tratamentos enzimáticos. Contudo, em relação às fibras pré-tratadas durante 14 dias, verificou-se que, em comparação com as respetivas análises em branco, todos os tratamentos aplicados resultaram na eliminação de materiais não-celulósicos presentes nas fibras e numa consequente perda de peso superior.

### 4.3.2. Densidade linear

Na Figura 27 apresentam-se os valores obtidos para a densidade linear das amostras em análise, bem como os respetivos desvios-padrão.

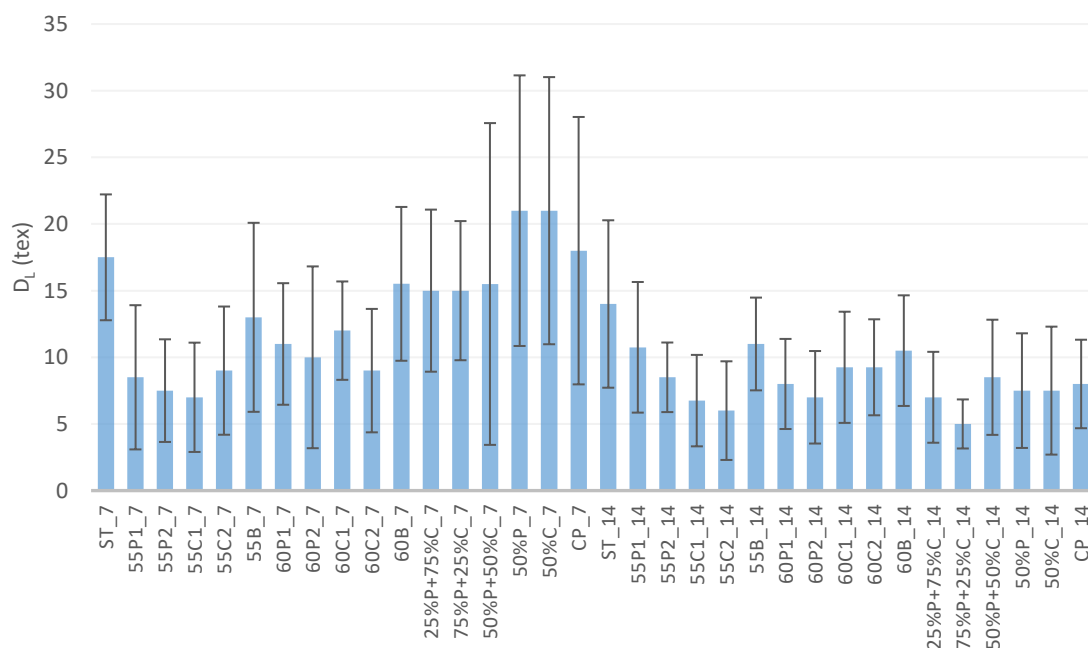


Figura 27: Densidade linear (D<sub>L</sub>) das amostras de fibras de folhas de bananeira.

Pela análise dos valores representados na Figura 27 verificou-se que, na generalidade, as amostras pré-tratadas durante 7 dias apresentavam valores de densidade linear mais elevados, devido à menor redução dos componentes não-celulósicos em relação às amostras pré-tratadas durante 14 dias. Verificou-se, também, que as amostras de controlo (brancos) e sem tratamento apresentavam valores

de densidade linear mais elevados, tal como era expectável, visto que continham um maior número de impurezas.

### 4.3.3. Tenacidade e alongamento

Na Figura 28 apresentam-se os valores de tenacidade obtidos para as amostras em análise, bem como os respetivos desvios-padrão.

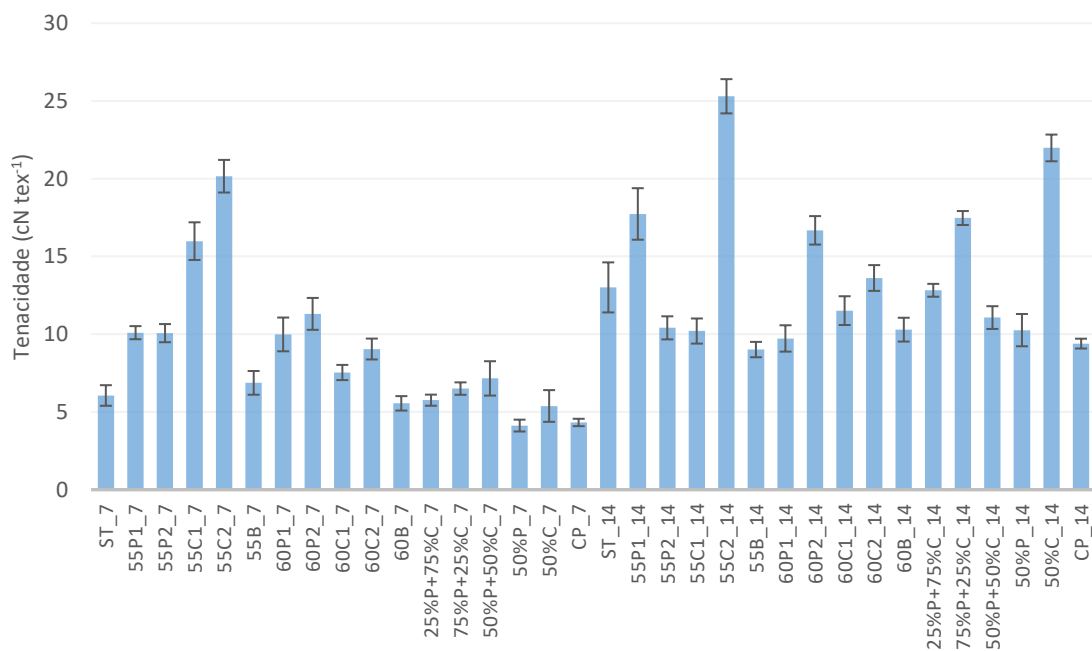


Figura 28: Tenacidade das amostras de fibras de folhas de bananeira.

Na Figura 29 apresentam-se os valores de alongamento obtidos para as várias amostras em análise, bem como os respetivos desvios-padrão.

Verificou-se que, na generalidade, as fibras pré-tratadas durante 14 dias apresentaram valores de tenacidade mais elevados, o que pode ter sido devido à presença de maiores quantidades de impurezas nas fibras pré-tratadas durante 7 dias, que diminuem a resistência das mesmas. Em relação ao alongamento, foi possível verificar-se uma ligeira diminuição dos valores de alongamento das fibras pré-tratadas durante 14 dias em relação às fibras pré-tratadas durante 7 dias.

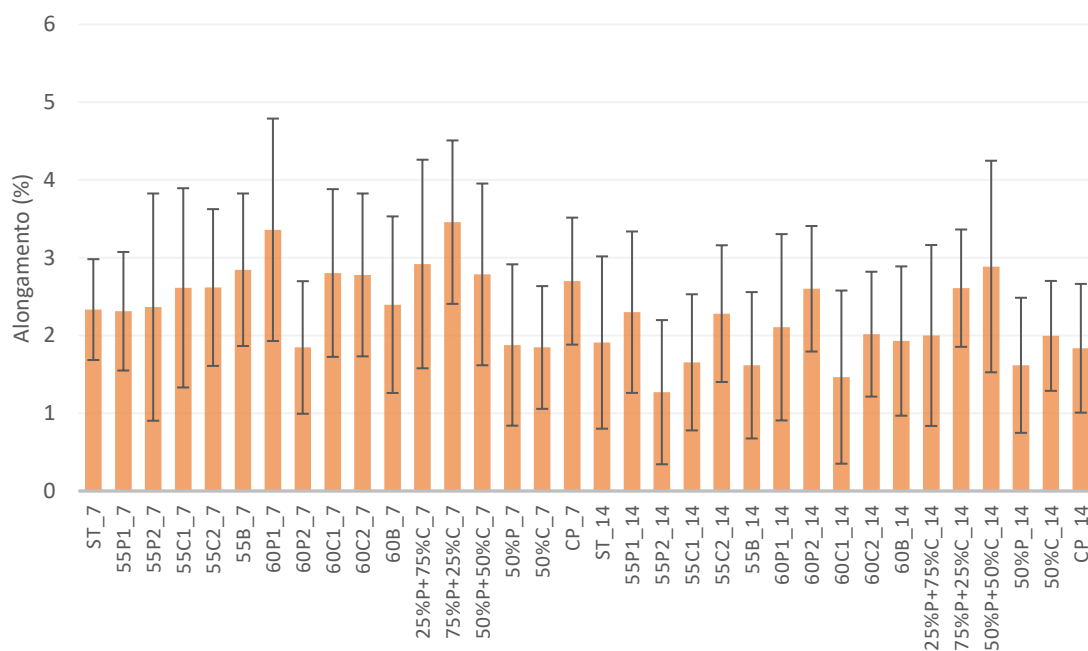


Figura 29: Alongamento das amostras de fibras de folhas de bananeira.

Ruan *et al.*, durante um estudo sobre a duração da hidrólise de linho em água, também observaram que o aumento do tempo de pré-tratamento das fibras em águas permitia um aumento dos valores de tenacidade e uma diminuição nos valores de alongamento.

Os valores de tenacidade obtidos para estas fibras (4,12 – 25,30 cN tex<sup>-1</sup>) foram inferiores aos valores encontrados na literatura para a tenacidade das mesmas fibras (25,95 – 28,4 cN tex<sup>-1</sup>). Contudo, os valores obtidos para o alongamento (1,27 – 3,46 %) foram semelhantes aos encontrados na literatura (1,52 – 4,44 %) [64].

#### 4.3.4. Coordenadas de cor

Na Tabela 11 encontram-se os resultados obtidos para as coordenadas de cor das várias amostras em estudo, bem como os respectivos valores de diferença de cor e grau de branco.

Tabela 11: Coordenadas de cor CIELab , respectiva diferença de cor e grau de branco das amostras de fibras de folhas de bananeira

Amostra	$L^*$	$a^*$	$b^*$
ST_7	41,51 ± 2,30	-0,50 ± 0,49	14,94 ± 1,84
55P1_7	47,10 ± 1,48	0,81 ± 0,11	15,90 ± 0,68
55P2_7	48,78 ± 2,42	0,73 ± 0,42	16,66 ± 0,65
55C1_7	45,13 ± 2,76	0,57 ± 0,21	16,76 ± 0,44
55C2_7	40,73 ± 1,72	0,52 ± 0,37	14,77 ± 1,63
55B_7	43,96 ± 3,17	0,28 ± 0,18	14,62 ± 0,32
60P1_7	42,84 ± 2,41	0,88 ± 0,13	14,17 ± 1,03
60P2_7	46,25 ± 0,71	0,32 ± 0,09	15,63 ± 0,76
60C1_7	46,60 ± 1,57	0,73 ± 0,06	15,14 ± 1,58
60C2_7	51,65 ± 1,33	0,03 ± 0,15	16,89 ± 0,54
60B_7	46,11 ± 2,25	0,23 ± 0,17	14,48 ± 0,45
25%P+75%C_7	44,17 ± 2,47	0,95 ± 0,11	15,74 ± 0,84
75%P+25%C_7	42,99 ± 3,00	0,21 ± 0,18	15,40 ± 1,21
50%P+50%C_7	40,58 ± 2,69	0,31 ± 0,54	15,02 ± 0,67
50%P_7	44,85 ± 1,63	0,30 ± 0,08	14,55 ± 0,63
50%C_7	42,52 ± 1,82	0,30 ± 0,12	15,07 ± 0,70
CP_7	56,93 ± 1,87	-1,88 ± 0,40	19,46 ± 0,38
ST_14	40,09 ± 1,01	-0,11 ± 0,21	12,90 ± 0,32
55P1_14	51,40 ± 3,07	1,13 ± 0,10	15,90 ± 0,46
55P2_14	48,39 ± 0,59	0,75 ± 0,11	15,36 ± 0,39
55C1_14	51,73 ± 0,63	0,82 ± 0,10	16,00 ± 0,36
55C2_14	52,09 ± 2,78	0,38 ± 0,16	15,11 ± 0,30
55B_14	52,46 ± 1,41	0,75 ± 0,21	15,74 ± 0,32
60P1_14	49,60 ± 2,44	0,93 ± 0,18	15,27 ± 0,41
60P2_14	54,16 ± 1,68	0,28 ± 0,54	16,06 ± 0,27
60C1_14	53,16 ± 0,55	0,72 ± 0,14	15,82 ± 0,08
60C2_14	52,92 ± 0,69	0,77 ± 0,14	15,60 ± 0,55
60B_14	48,18 ± 2,46	0,97 ± 0,12	15,62 ± 0,55
25%P+75%C_14	47,56 ± 1,98	0,14 ± 0,24	14,17 ± 0,20
75%P+25%C_14	52,72 ± 1,72	0,52 ± 0,21	16,29 ± 0,21
50%P+50%C_14	47,75 ± 1,27	0,34 ± 0,12	14,48 ± 0,60
50%P_14	49,22 ± 2,45	0,23 ± 0,06	14,94 ± 0,72
50%C_14	55,34 ± 1,29	0,67 ± 0,16	17,09 ± 0,60
CP_14	68,55 ± 1,12	-0,72 ± 0,17	21,67 ± 0,34

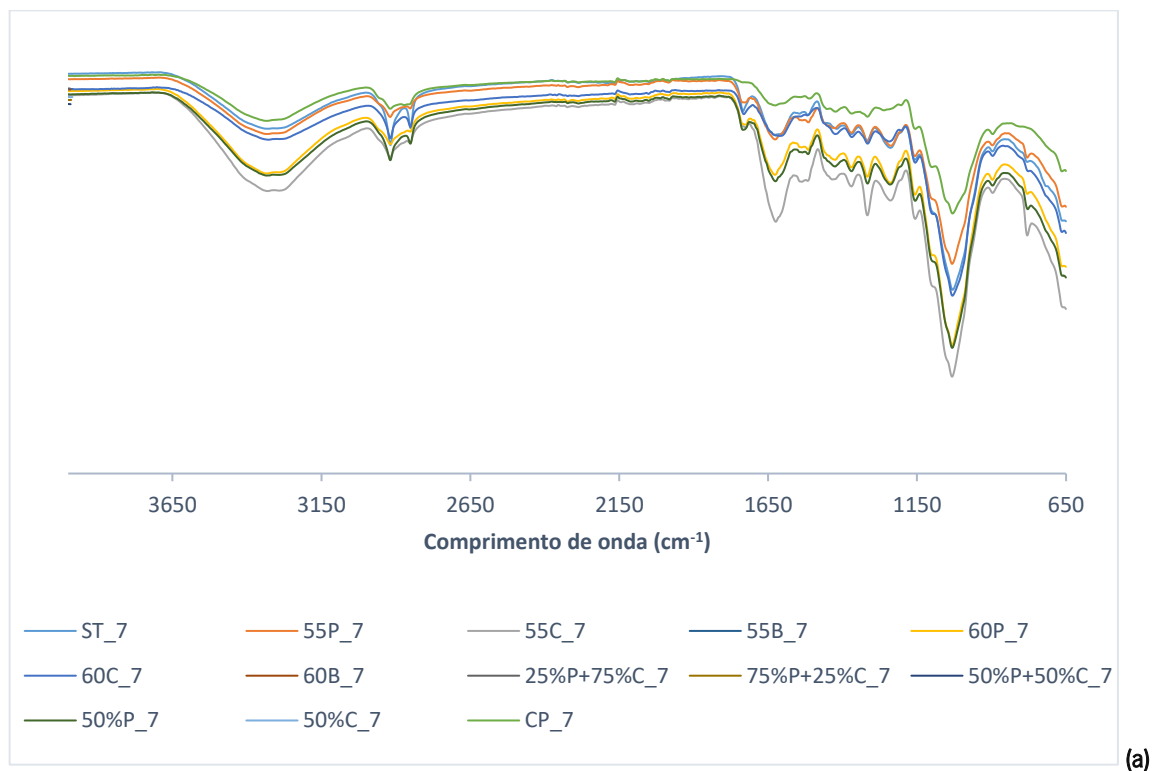
Pela análise dos valores obtidos para o parâmetro  $L^*$ , observou-se que, tal como verificado para as fibras de folhas de atadeiras e ao contrário do verificado para as fibras de milho, as amostras de fibras de folhas de bananeira submetidas ao branqueamento convencional possuíam uma cor mais clara do que as restantes. Verificou-se também que, na generalidade, todos os tratamentos aplicados às fibras

resultaram num aumento do parâmetro  $L^*$  das mesmas, ou seja, os tratamentos tornaram as fibras mais claras.

À exceção das amostras sem tratamento enzimático e das amostras branqueadas, os valores do parâmetro  $a^*$  foram positivos, concluindo-se que estas amostras tratadas com enzimas tendiam a ser avermelhadas. Em contrapartida, as amostras não tratadas com enzimas e branqueadas tendiam a ser esverdeadas. Como os valores de  $b^*$  foram todos positivos, as fibras tendiam a ser amareladas.

### 4.3.5. FTIR

As curvas FTIR obtidas para as diferentes amostras encontram-se representadas a seguir (Figura 30).





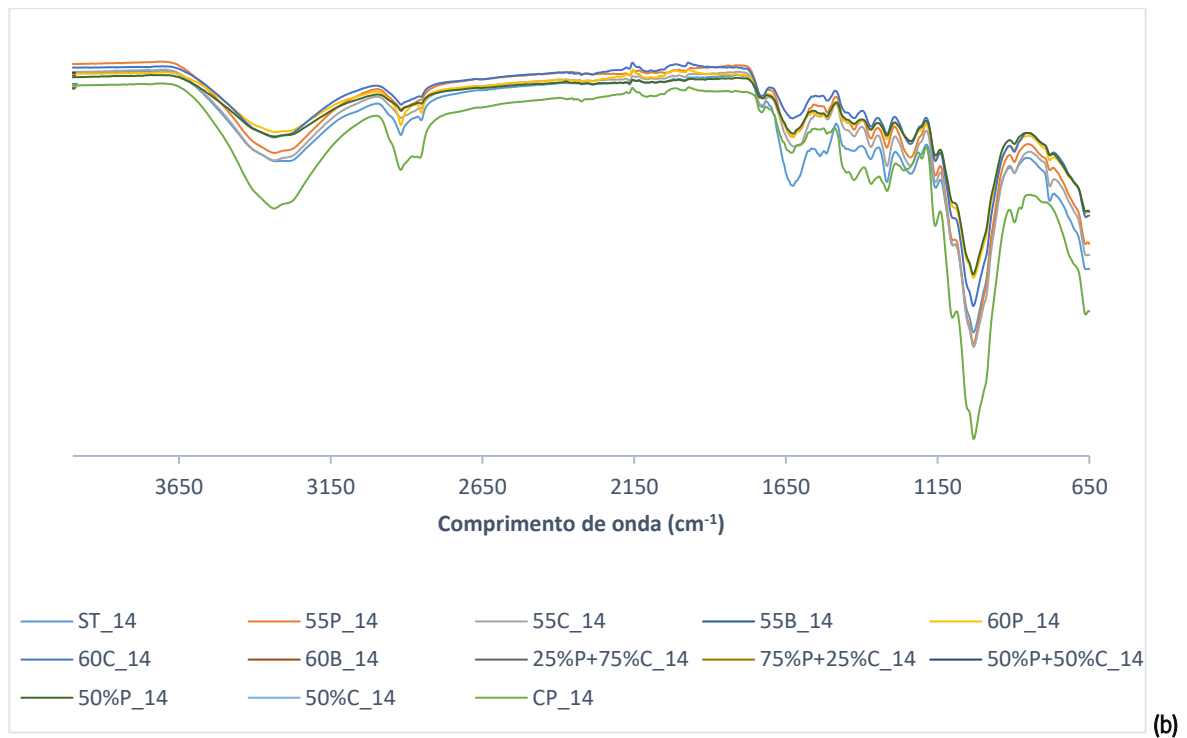


Figura 30: Espectro FTIR das fibras de folhas de bananeira pré-tratadas durante (a) 7 dias e (b) 14 dias.

Pela análise da Figura 30, pôde-se verificar que, também estas amostras, apresentavam os picos de absorção característicos das fibras vegetais, tal como os restantes substratos estudados. Constatou-se também que, também neste caso, os tratamentos não provocaram alterações químicas qualitativas na estrutura das fibras, visto que todas as amostras apresentaram os seus picos nos mesmos comprimentos de onda.

## 5. Conclusões e perspectivas futuras

A indústria têxtil tem visto o seu impacto ambiental crescer exponencialmente, sendo considerada das indústrias mais poluentes e considerando-se a *fast fashion* um dos motivos. Consequentemente, práticas mais sustentáveis têm sido bastante procuradas, de modo a reduzir este impacto que lhe é inerente. É neste sentido que se torna fundamental explorar novas alternativas têxteis naturais, com melhores propriedades e menos poluentes para o ambiente.

O trabalho desenvolvido teve, então, como objetivo o estudo da possibilidade de obtenção de fibras têxteis alternativas, utilizando-se como fontes de biomassa resíduos de fontes renováveis. Os resíduos agroindustriais estão disponíveis em grandes quantidades e não são, por norma, valorizados. Estes podem ser convertidos em produtos de elevado valor, tais como fibras têxteis para aplicação industrial. O fabrico de fibras a partir destes resíduos apresenta vantagens, tais como, sustentabilidade, reciclabilidade e baixo custo da matéria-prima. Os substratos estudados foram folhas de atadeiras (*Cordyline australis*), milho (*Zea mays*) e bananeira (*Musa sp.*). Na produção destas fibras foram utilizados processos biotecnológicos e técnicas de química verde, de forma a não comprometer a sustentabilidade do produto final.

Os substratos utilizados na investigação foram submetidos a um pré-tratamento hidrotérmico para potenciar a degradação microbiana dos componentes não celulósicos. Após extração das fibras, estas foram submetidas a um tratamento enzimático com pectinase e celulase individualmente e em *cocktail* enzimático. As fibras obtidas foram caracterizadas em termos de peso, densidade linear, tenacidade e alongamento, coordenadas de cor e grau de branco.

Concluiu-se que, para todos os substratos estudados, um pré-tratamento de 7 dias foi insuficiente e que na generalidade, um maior tempo de pré-tratamento potenciou uma maior remoção dos compostos não-celulósicos e uma conseqüente melhoria na tenacidade das fibras. Através da análise FTIR de todas as amostras e tipos de substrato analisados, concluiu-se, também, que os tratamentos em estudo não provocaram alterações na composição química das fibras.

Como não foi possível retirar-se nenhuma conclusão sobre a influência da temperatura no tratamento das fibras seria interessante a repetição dos tratamentos enzimáticos, porém com

temperaturas mais distanciadas. Seria, também, interessante a repetição dos mesmos tratamentos com diferentes enzimas. Por exemplo, uma celulase *Low Temperature*, para ver se permite a obtenção dos mesmos resultados que a celulase utilizada, com diminuição dos gastos energéticos.

A produção de fio a partir das fibras obtidas, através da mistura com fibras naturais já implementadas como por ex. o algodão ou *lyocell*, bem como a posterior produção de tecido/malha é outro aspeto de relevância a estudar no futuro, analisando-se, assim, a possibilidade de incorporação das fibras estudadas no presente trabalho na indústria têxtil.

# Referências bibliográficas

- [1] S. S. Muthu and M. A. Gardetti, Eds., *Sustainable Fibres for Fashion Industry: Environmental Footprints and Eco-design of Products and Processes*, 1st ed., vol. 1. Hong Kong: Springer, 2016.
- [2] Y. Wang, *Recycling in textiles*, 1st editio. Woodhead Publishing, 2006.
- [3] K. Niinimäki, G. Peters, H. Dahlbo, P. Perry, T. Rissanen, and A. Gwilt, “The environmental price of fast fashion,” *Nat. Rev. Earth Environ.*, vol. 1, no. 4, pp. 189–200, 2020, doi: 10.1038/s43017-020-0039-9.
- [4] Textile Exchange, “Textile Exchange: Industry Engagement.” <https://textileexchange.org/> (accessed Feb. 15, 2021).
- [5] Portugal Têxtil, “Têxtil está mais sustentável,” 2017. <https://www.portugaltexil.com/textil-esta-mais-sustentavel/> (accessed Feb. 08, 2021).
- [6] T. Totong, W. Wardiningsih, M. Al-Ayyuby, R. Wanti, and R. Rudy, “Extraction and Characterization of Natural Fiber from *Furcraea Foetida* Leaves as an Alternative Material for Textile Applications,” *J. Nat. Fibers*, vol. 18, no. 12, pp. 1–12, 2021, doi: 10.1080/15440478.2021.1904477.
- [7] M. chares Subash and P. Muthiah, “Eco-friendly degumming of natural fibers for textile applications: A comprehensive review,” *Clean. Eng. Technol.*, vol. 5, 2021, doi: 10.1016/j.clet.2021.100304.
- [8] M. Sanchis-sebastiá, E. Ruuth, L. Stigsson, M. Galbe, and O. Wallberg, “Novel sustainable alternatives for the fashion industry : A method of chemically recycling waste textiles via acid hydrolysis,” *Waste Manag.*, vol. 121, pp. 248–254, 2021, doi: 10.1016/j.wasman.2020.12.024.
- [9] BCSD Portugal, “Empresas portuguesas são pioneiras nas fibras ecológicas,” 2019. <https://bcdsportugal.org/empresas-portuguesas-sao-pioneiras-nas-fibras-ecologicas/> (accessed Feb. 08, 2021).
- [10] UNFCCC, “Fashion industry charter for climate action,” p. 7, 2018, [Online]. Available: <https://unfccc.int/climate-action/sectoral-engagement/global-climate-action-in-fashion/fashion-industry-charter-for-climate-action>.

- [11] R. M. Kozłowski, M. Mackiewicz-Talarczyk, and J. Barriga-Bedoya, “New emerging natural fibres and relevant sources of information,” in *Handbook of Natural Fibres*, 2nd ed., R. M. Kozłowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, Eds. Woodhead Publishing Series in Textiles, 2020, pp. 747–787.
- [12] S. A. R. Jesus, “Novas bases têxteis para novas exigências sociais,” Lisboa, 2011.
- [13] CITEVE, “Sobre o CITEVE.” [https://www.citeve.pt/sobre\\_nos](https://www.citeve.pt/sobre_nos) (accessed Mar. 05, 2021).
- [14] I. I. Shuvo, “Fibre attributes and mapping the cultivar influence of different industrial cellulosic crops (cotton, hemp, flax, and canola) on textile properties,” *Bioresour. Bioprocess.*, vol. 7, no. 51, pp. 1–28, 2020, doi: 10.1186/s40643-020-00339-1.
- [15] R. S. Casey and J. Grove, C. S., “Fibers,” *Ind. Eng. Chem.*, vol. 39, no. 10, pp. 1213–1215, 1947, [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/ie50454a604>.
- [16] M. M. Houck, *Identification of Textile Fibers*. Woodhead Publishing Limited, 2009.
- [17] J. W. S. Hearle and W. E. Morton, *Physical properties of textile fibres*, 4th ed. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited, 2008.
- [18] B. M. G. Guimarães, “Estudo das características físico-químicas de fibras têxteis vegetais de espécies de Malvaceae,” 2014.
- [19] S. R. Albinante, É. B. A. V. Pacheco, and L. L. Y. Visconte, “Revisão dos Tratamentos Químicos da Fibra Natural para Misturar com Poliolefinas,” *Quim. Nov.*, vol. 36, no. 1, pp. 114–122, 2013.
- [20] S. Ahmad and M. Hasanuzzaman, Eds., *Cotton Production and Uses: Agronomy, Crop Protection, and Postharvest Technologies*, 1st ed. Springer, 2020.
- [21] A. G. Duque Schumacher, S. Pequito, and J. Pazour, “Industrial hemp fiber: A sustainable and economical alternative to cotton,” *J. Clean. Prod.*, vol. 268, 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.122180.
- [22] A. Shahzad, “Hemp fiber and its composites – a review,” *J. Compos. Mater.*, vol. 46, no. 8, pp. 972–986, 2012, doi: 10.1177/0021998311413623.
- [23] S. Cristina and C. Ferreira, “Hidrólise Enzimática de Substratos Têxteis,” Ponte de Lima, 2020.

- [24] S. V. K. Rao and A. M. A. Nasr, "Laboratory Study on the Relative Performance of Silty-Sand Soils Reinforced with Linen Fiber," *Geotech. Geol. Eng.*, vol. 30, no. 1, pp. 63–74, 2012, doi: 10.1007/s10706-011-9449-2.
- [25] D. E. Akin, J. A. Foulk, R. B. Dodd, and D. D. Mcalister, "Enzyme-retting of flax and characterization of processed fibers," *J. Biotechnol.*, vol. 89, no. 2–3, pp. 193–203, 2001.
- [26] A. P. V. da Silva, "Industrialização têxtil da fibra Curauá," 2019.
- [27] R. Dungani, M. Karina, A. Sulaeman, D. Hermawan, and A. Hadiyane, "Agricultural Waste Fibers Towards Sustainability and Advanced Utilization : A Review," *Asian J. Plant Sci.*, vol. 15, no. 1, pp. 42–55, 2016, doi: 10.3923/ajps.2016.42.55.
- [28] J. Kumla *et al.*, "Cultivation of mushrooms and their lignocellulolytic enzyme production through the utilization of agro-industrial waste," *Molecules*, vol. 25, no. 12, pp. 1–41, 2020, doi: 10.3390/molecules25122811.
- [29] N. Reddy and Y. Yang, "Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications," *Trends Biotechnol.*, vol. 23, no. 1, pp. 22–27, 2005, doi: 10.1016/j.tibtech.2004.11.002.
- [30] A. Subagyo and A. Chafidz, "Banana Pseudo-Stem Fiber: Preparation, Characteristics, and Applications," in *Banana Nutrition: Function and Processing Kinetics*, A. I. O. Jideani and T. A. Anyasi, Eds. BoD – Books on Demand, 2018, pp. 47–61.
- [31] G. Singh, S. Jose, D. Kaur, and B. Soun, "Extraction and Characterization of Corn Leaf Fiber," *J. Nat. Fibers*, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1787914.
- [32] T. E. Motaung and L. Z. Linganiso, "Critical review on agrowaste cellulose applications for biopolymers," *Int. J. Plast. Technol.*, vol. 22, no. 2, pp. 185–216, 2018, doi: 10.1007/s12588-018-9219-6.
- [33] D. Alexandre and S. Silva, "Pretreatment of Hemp Fibers to Enhance Enzymatic Accessibility for Hemp Fibers," Técnico Lisboa, 2015.
- [34] W. Sricharussin, P. Ree-iam, W. Phanomchoeng, and S. Poolperm, "Effect of enzymatic treatment on the dyeing of pineapple leaf fibres with natural dyes," *ScienceAsia*, vol. 35, no. 1, pp. 31–36, 2009, doi: 10.2306/scienceasia1513-1874.2009.35.031.

- [35] R. M. Kozłowski and W. Rózańska, "Enzymatic treatment of natural fibres," *Handb. Nat. Fibres*, vol. 2: Process, pp. 227–244, 2020, doi: 10.1016/B978-0-12-818782-1.00007-9.
- [36] S. M. M. Kabir and J. Koh, "Sustainable Textile Processing by Enzyme Applications," in *Biodegradation*, 2021, p. 28.
- [37] D. P. Ferreira, J. Cruz, and R. Fangueiro, *Surface modification of natural fibers in polymer composites*. Elsevier Ltd, 2018.
- [38] A. Miettinen-Oinonen, "Cellulases in the textile industry," in *Industrial Enzymes: Structure, Function and Applications*, J. Polaina and A. P. MacCabe, Eds. AA Dordrecht: Springer, 2007, pp. 51–54.
- [39] S. Singh, S. Singh, V. Bali, L. Sharma, and J. Mangla, "Production of fungal amylases using cheap, readily available agriresidues, for potential application in textile industry," *Biomed Res. Int.*, vol. 2014, 2014, doi: 10.1155/2014/215748.
- [40] P. M. de Souza and P. de O. e Magalhães, "Application of microbial  $\alpha$ -amylase in industry - a review," *Brazilian J. Microbiol.*, vol. 41, no. 4, pp. 850–861, 2010, doi: 10.1590/s1517-83822010000400004.
- [41] S. Chauhan and S. Ak, "Utilization of Pectinases for Fiber Extraction from Banana Plant's Waste," *Int. J. Waste Resour.*, vol. 4, no. 4, pp. 1–6, 2014, doi: 10.4172/2252-5211.1000162.
- [42] J. Kaushal, S. Mehandia, G. Singh, A. Raina, and S. K. Arya, "Catalase enzyme: Application in bioremediation and food industry," *Biocatal. Agric. Biotechnol.*, vol. 16, no. July, pp. 192–199, 2018, doi: 10.1016/j.bcab.2018.07.035.
- [43] B. S. Sooch, B. S. Kauldhar, and M. Puri, "Recent insights into microbial catalases: Isolation, production and purification," *Biotechnol. Adv.*, vol. 32, no. 8, pp. 1429–1447, 2014, doi: 10.1016/j.biotechadv.2014.09.003.
- [44] S. Riva, R. Molecolare, and V. M. Bianco, "Laccases : blue enzymes for green chemistry," *TRENDS Biotechnol.*, vol. 24, no. 5, pp. 219–226, 2006, doi: 10.1016/j.tibtech.2006.03.006.
- [45] L. Gianfreda, F. Xu, and J. Bollag, "Laccases : A Useful Group of Oxidoreductive Enzymes," *Bioremediation J. ISSN*, vol. 3, no. 1, pp. 1–26, 1999, doi: 10.1080/10889869991219163.

- [46] R. B. Trombini and S. M. O. Dói, "Remoção de cor e análises físico-química de efluentes de indústrias têxteis tratados com *Ganoderma* spp.," *Rev. F@pciência*, vol. 9, no. 12, pp. 101–122, 2012.
- [47] X. Yeping, Y. Jianyong, L. Liu, Z. Ruiyun, Q. Yongshuai, and J. Miaolei, "The chemo-enzymatic modification and degumming of hemp fiber by the laccase-2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl radical-hemicellulase system and physico-chemical properties of the products," *Text. Res. J.*, vol. 89, no. 12, pp. 2433–2443, 2019, doi: 10.1177/0040517518792724.
- [48] S. Sun *et al.*, "Improving the enzymatic hydrolysis of thermo-mechanical fiber from *Eucalyptus urophylla* by a combination of hydrothermal pretreatment and alkali fractionation," *Biotechnol. Biofuels*, vol. 7, no. 1, pp. 1–12, 2014, doi: 10.1186/s13068-014-0116-8.
- [49] N. Abdullah, F. Sulaiman, and R. M. Taib, "Characterization of banana (*Musa* spp.) plantation wastes as a potential renewable energy source," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1528, no. August, pp. 325–330, 2013, doi: 10.1063/1.4803618.
- [50] Z. Ortega, M. Morón, M. D. Monzón, P. Badalló, and R. Paz, "Production of Banana Fiber Yarns for Technical Textile Reinforced Composites," *Materials (Basel)*, vol. 9, no. 370, pp. 1–16, 2016, doi: 10.3390/ma9050370.
- [51] N. Reddy and Y. Yang, "Properties and potential applications of natural cellulose fibers from cornhusks," *Green Chem.*, vol. 7, no. 4, pp. 190–195, 2005, doi: 10.1039/b415102j.
- [52] N. D. Yilmaz, E. Çalışkan, and K. Yilmaz, "Effect of xylanase enzyme on mechanical properties of fibres extracted from undried and dried corn husks," *Indian J. Fibre Text. Res.*, vol. 39, no. 1, pp. 60–64, 2014.
- [53] A. Sumihartati, W. Wardiningsih, N. Al Kautsar, M. Permana, S. Pradana, and R. Rudy, "Natural cellulosic fiber from *Cordyline Australis* leaves for textile application: extraction and characterization," *Res. J. Text. Appar.*, 2021, doi: 10.1108/RJTA-04-2021-0049.
- [54] R. S. de Queiroz, A. P. V. da Silva, A. C. da L. Broega, and A. P. G. V. Souto, "New Brazilian pineapple leaf fibers for textile application: cottonization and dyeing performance," *SN Appl. Sci.*, vol. 2, no. 1, pp. 1–12, 2020, doi: 10.1007/s42452-019-1855-8.



- [55] A. R. S. Freitas, “Desenvolvimento de têxteis coloridos com propriedades antioxidantes , usando compostos obtidos a partir de plantas,” Universidade do Minho, 2016.
- [56] M. C. Symington, W. M. Banks, O. D. West, and R. A. Pethrick, “Tensile testing of cellulose based natural fibers for structural composite applications,” *J. Compos. Mater.*, vol. 43, no. 9, pp. 1083–1108, 2009, doi: 10.1177/0021998308097740.
- [57] C. H. Lee, A. Khalina, S. H. Lee, and M. Liu, “A Comprehensive Review on Bast Fibre Retting Process for Optimal Performance in Fibre-Reinforced Polymer Composites,” *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2020, 2020, doi: 10.1155/2020/6074063.
- [58] W. H. Morrison, D. D. Archibald, H. S. S. Sharma, and D. E. Akin, “Chemical and physical characterization of water- and dew-retted flax fibers,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 12, no. 1, pp. 39–46, 2000, doi: 10.1016/S0926-6690(99)00044-8.
- [59] R. Brindha, C. K. Narayana, V. Vijayalakshmi, and R. P. Nachane, “Effect of different retting processes on yield and quality of banana pseudostem fiber,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 1, pp. 58–67, 2019, doi: 10.1080/15440478.2017.1401505.
- [60] N. D. Yılmaz, “Effects of enzymatic treatments on the mechanical properties of corn husk fibers,” vol. 104, no. 4, pp. 396–406, 2013, doi: 10.1080/00405000.2012.736707.
- [61] A. C. da S. Guise, “Development of fibrous structure for brain phantoms,” Universidade do Minho, 2017.
- [62] C. Merlini, “Análise Experimental de Compósitos de Poliuretano Derivado de Óleo de Mamona e Fibras de Bananeira,” Florianópolis, 2011.
- [63] G. Garg, A. Singh, A. Kaur, R. Singh, J. Kaur, and R. Mahajan, “Microbial pectinases : an ecofriendly tool of nature for industries,” *3 Biotech*, vol. 6, no. 1, pp. 1–13, 2016, doi: 10.1007/s13205-016-0371-4.
- [64] S. K. Paramasivam, D. Panneerselvam, D. Sundaram, K. N. Shiva, and U. Subbaraya, “Extraction, Characterization and Enzymatic Degumming of Banana Fiber,” *J. Nat. Fibers*, vol. 00, no. 00, pp. 1–10, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1764456.

# **Anexos**

## **Anexo I**

Fichas técnicas das enzimas utilizadas ao longo do trabalho experimental

# NewPrep 3000 L

## TECHNICAL INFORMATION

---

In this product the key enzyme activity is provided pectate lyase that hydrolyzes (1,4)-alpha-D-galacturonan to give oligosaccharides with 4-deoxy-alpha-D-galact-4-enuronosyl groups at their non-reducing agents.

## CHARACTERISTICS

---

Composition	<ul style="list-style-type: none"><li>• Pectate Lyase</li></ul>
Aspect	<ul style="list-style-type: none"><li>• Light to dark brown liquid</li><li>• Color can vary from batch to batch. Color intensity is not an indication of enzyme activity.</li></ul>
Activity (APSU-CA/g)	<ul style="list-style-type: none"><li>• 3000</li></ul>
pH (25 °C)	<ul style="list-style-type: none"><li>• <math>7.50 \pm 1.50</math></li></ul>
Approximate densitive (g/mL, 25 °C)	<ul style="list-style-type: none"><li>• 1.10</li></ul>
Alc. Pectinase Standard Units (g)	<ul style="list-style-type: none"><li>• Min. 3000</li></ul>

## PROPERTIES

---

Traditional scouring involves the use of chemicals such as caustic soda, which is not only harsh on the fabric, but also on the environment. Disadvantages of traditional scouring include chemical handling, excessive rinsing, effluent concerns, and possible fiber damage.

To counter this, bioscouring is an enzymatic process offering a milder and gentler alternative to the traditional scouring.

- NewPrep 3000 L is a specially developed alkaline pectate lyase for formulators. Pectate lyase degrades the pectin from the primary cell wall of cotton without degrading the cotton itself.
- Research has shown that pectin acts like glue between the fiber core and the waxes, but it can be removed by an alkaline pectate lyase, making the residual waxes easy to eradicate in the subsequent hot rinse.
- Bioscouring has a number of potential benefits over traditional scouring, including:
  - Gentler on fabrics.
  - Improved dyeing.
  - Lower yarn coefficient of friction.
  - Increased yarn elongation for improved weaving efficiencies.
  - Improved emerging and brushing properties.
  - No degradation of cellulose.
  - Lower weight loss.
  - Environmentally friendly.
  - Safe and easy to use.
  - Less water required for rinsing.

## GM STATUS

---

- This product is not a GMO.

**Production organism:** *Bacillus licheniformis*

- The enzyme product is manufactured by fermentation of a microorganism that is not present in the final product. The production organism is improved by means of modern biotechnology.

## APPLICATION AND PERFORMANCE

---

NewPrep 3000 L	Operation range	Optimal range
pH	5.5 – 9.5	6 – 9
Temperature	35 – 85°C	50 – 60°C
Time / Application	Pad-batch / Exhaust: 30 – 60 min	
L:R	1:05 – 1:20	
Dosage	Based on dilution	

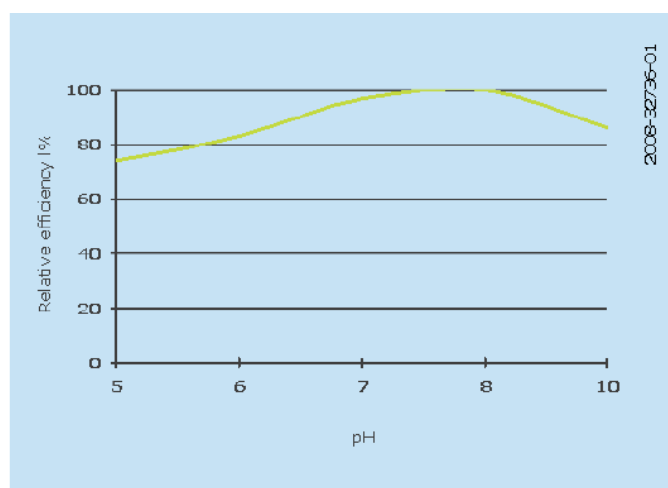


Fig. 1. pH profile of NewEnzymes NewPrep 3000 L

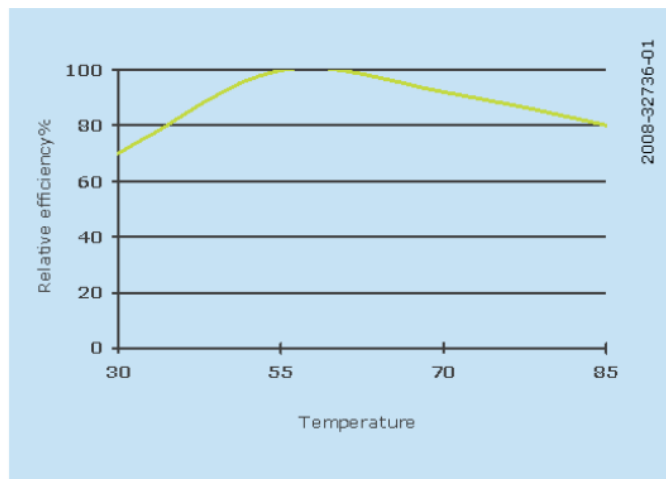


Fig. 2. Temperature profile of NewEnzymes NewPrep 3000 L

## STORAGE CONDITIONS

---

- Recommended storage: 0 – 25°C
- Packaging must be kept intact, dry, and away from sunlight. Please follow the recommendations and use the product before the best before date to avoid the need for a higher dosage.
- Best before: You will find the best before date in the certificate of analysis or on the product label.
- The product gives optimal performance when stored as recommended and use prior to the best- before date.

## SAFETY AND HANDLING PRECAUTIONS

---

- Enzymes are proteins. Inhalation of dust or aerosols may induce sensitizing and may cause allergic reactions in sensitized individuals.
- Some enzymes may irritate the skin, eyes, and mucous membranes upon prolonged contact.
- See Safety Data Sheet

The information contained in this file is based on AQUITEX current knowledge. Yet AQUITEX does not take any responsibility by the use of the product without previous testing in your work conditions before its industrial use.



# NEWCELL CONC L

## TECHNICAL INFORMATION

---

In this product the key enzyme activity is provided by cellulase that hydrolyzes (1,4)-beta-D-glucosidic linkages in cellulose and other beta-D-glucans.

## CHARACTERISTICS

---

Composition	<ul style="list-style-type: none"><li>• Cellulase</li></ul>
Aspect	<ul style="list-style-type: none"><li>• Yellow to brown liquid</li><li>• Color can vary from batch to batch. Color intensity is not an indication of enzyme activity.</li></ul>
pH (at 25 °C)	<ul style="list-style-type: none"><li>• 5.20 ± 1.00</li></ul>
Activity (EGU/g)	<ul style="list-style-type: none"><li>• 1500</li></ul>
Endugluconase unit (EGU/g)	<ul style="list-style-type: none"><li>• Min. 1500</li></ul>

## PROPERTIES

---

Bioblasting is a process that modifies the surface of cotton and other cellulose in the presence of a cellulase enzyme.

- Benefits of NewCell Conc L include:
  - Improved fabric quality
  - Prevention of hairiness in fabrics.



- Prevention of pilling in garments after repeated washes.
- Longer-lasting and newer-looking garments.
- Easy and safe to use.
- Environmentally friendly.

## GM STATUS

---

- This product is not a GMO.
- The enzyme product is manufactured by fermentation of a microorganism that is not present in the final product. The production organism is improved by means of modern biotechnology.

## APPLICATION AND PERFORMANCE

---

- The biopolishing process ensures that the loose fibers on the fabric are dislodged. For optimum results, it is important that equipment with high agitation is used to remove the loose fibers from the fabric. Suitable equipment includes jet dyeing machines as well as aqueous fabric tumblers.

NewCell Conc L	Operation range	Optimal range
pH	4.5 – 6.5	5 – 6
Temperature	50 – 65°C	50 – 60°C
Time	30 – 60 min	
L:R	1:05 – 1:20	
Dosage	0.25 – 1.5%	

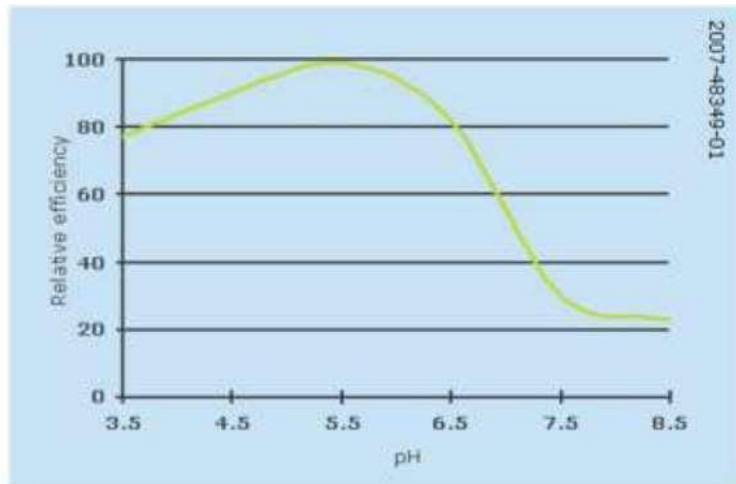


Fig. 1. pH profile of NewEnzymes NewCell Conc L

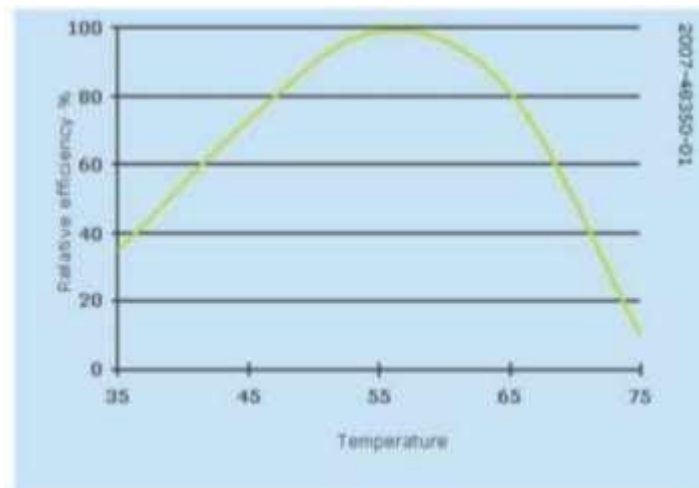


Fig. 2. Temperature profile of NewEnzymes NewCell Conc L

## STORAGE CONDITIONS

---

- Recommended storage: 0 – 25°C
- Packaging must be kept intact, dry, and away from sunlight. Please follow the recommendations and use the product before the best before date to avoid the need for a higher dosage.
- Best before: You will find the best before date in the certificate of analysis or on the product label.
- The product gives optimal performance when stored as recommended and use prior to the best- before date.

## SAFETY AND HANDLING PRECAUTIONS

---

- Enzymes are proteins. Inhalation of dust or aerosols may induce sensitizing and may cause allergic reactions in sensitized individuals.
- Some enzymes may irritate the skin, eyes, and mucous membranes upon prolonged contact.
- See Safety Data Sheet

The information contained in this file is based on AQUITEX current knowledge. Yet AQUITEX does not take any responsibility by the use of the product without previous testing in your work conditions before its industrial use.

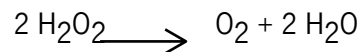


## Auxiliar para a eliminação do peróxido residual

### Propriedades e campos de aplicação

---

- Eliminação enzimática do peróxido residual após branqueio melhorando a fiabilidade do processo
- Decompõe de forma específica o peróxido residual presente no tecido e no banho de tratamento em oxigénio não ativo e água:



- A utilização de **ADILASE EFR** permite otimizar os consumos de água, tempo e energia
- Não são conhecidos efeitos negativos sobre os corantes sendo possível tingir aproveitando o banho de aplicação da **ADILASE EFR**
- Não é necessário aquecer o banho de tratamento uma vez que a partir dos 25°C, a enzima está já ativa.
- Não se formam subprodutos nem resíduos nocivos para o ambiente

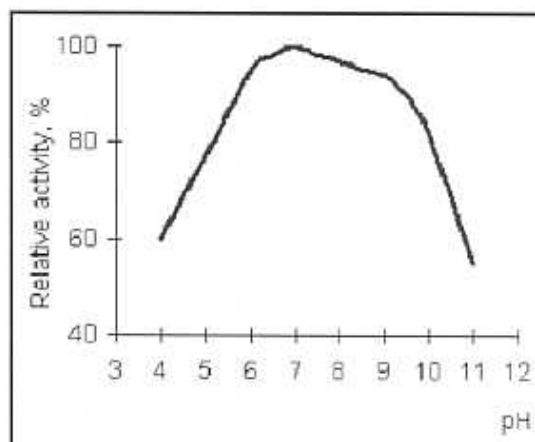
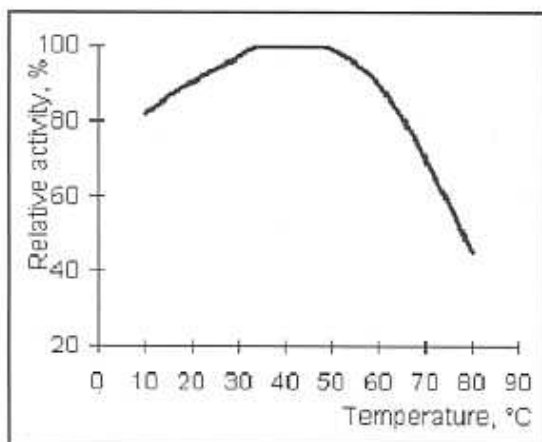
### Propriedades

---

Base Química	Enzima estabilizada
Ionicidade	Não aplicável
Aspecto	Líquido acastanhado
Densidade (20 °C)	0,99 - 1,03 g/cm <sup>3</sup>
pH (20 °C)(solução a 10%)	6 – 7
Solubilidade	Solúvel em água em qualquer proporção

## Técnica de aplicação

Diagramas de atividade - influência da temperatura e pH na efetividade da ADILASE EFR



### Aplicação

A dose de aplicação recomendada é função da quantidade de peróxido residual e do tempo de tratamento. Pode ter-se como valor orientativo o seguinte:

**ADILASE EFR** 0,4 - 1,0 mL/l

25 - 50°C

10 - 20 minutos

1 - Vazar o banho de branqueio

2 - Lavar uma ou duas vezes durante 10 minutos com água quente (60 -

80°C) 3 - Encher a máquina com água limpa

4 - Ajustar o pH para 6 a 8 com TANACID NAC e circular durante 10 minutos a 25

- 50°C durante 10 a 20 min.

5 - Adicionar a quantidade necessária de ADILASE EFR e continuar o processo a 25 -

50°C. 6 - Verificar o teor de peróxido residual.

7 - Prosseguir com o processo de tingimento no mesmo banho ou vazar e iniciar o tingimento com água limpa.

## **Estabilidade de Armazenamento**

---

Armazenar a temperaturas entre 25 - 40°C. Com temperaturas inferiores a 25°C, o produto mantém a sua atividade nominal durante 3 meses. Devem evitar-se temperaturas superiores a 30°C durante períodos prolongados. As embalagens devem ser sempre fechadas após cada utilização.

## **Notas de Segurança**

---

Informações sobre o manuseamento e o comportamento ecológico e toxicológico do produto podem ser encontradas na folha de dados de segurança do ADILASE EFR

### **Cláusula de desresponsabilização para Produtos Comerciais**

Esta informação e o nosso aconselhamento técnico - verbal, por escrito ou através de ensaios - são dados de boa fé mas sem garantias, isto também se aplica sempre que estejam envolvidos interesses de terceiros. O nosso aconselhamento não retira a obrigação do cliente verificar a validade das informações e testar a adequabilidade dos produtos para as aplicações e processos pretendidos. A aplicação, utilização e processamento dos nossos produtos com base no nosso aconselhamento técnico está fora do nosso controlo e é, portanto, inteiramente da responsabilidade do nosso cliente.

### **Cláusula de desresponsabilização para Aconselhamento Técnico**

Esta informação técnica é, apenas, um auxiliar para os nossos parceiros de negócio e outros interessados nos nossos produtos. Como as condições de utilização e aplicação das formulações sugeridas estão fora do nosso controlo, é imperativo que sejam testadas para determinar, de acordo com as vossas necessidades, a sua adequabilidade para as utilizações e aplicações pretendidas. Esta avaliação deve incluir, no mínimo, testes para determinar, dos pontos de vista técnico, de saúde, segurança e ambiental a adequação do produto. Todas as informações aqui prestadas são dadas sem garantias e é expressamente compreendido e acordado que o utilizador do produto assume e, por este meio expressamente nos liberta de toda a responsabilidade civil, contratual ou outras que possam ser contraídas, relacionadas com a utilização deste guia de aplicação.

Edição: 2009-02-23

ADI Center Portuga, S.A.

RUA ANTÓNIO JOAQUIM CAMPOS MONTEIRO N° 700

4780-165 (COUTO) SANTA CRISTINA - SANTO TIRSO - PORTUGAL

Telefone: +351 252 089 425

[adiportugal@a](mailto:adiportugal@a)

[digrupo.com](http://www.digrupo.com)

[http://www.a](http://www.digrupo.com)

[digrupo.com](http://www.digrupo.com)