



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CAMPUS BLUMENAU  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA TÊXTIL

Beatriz Barbosa de Brito

**Desenvolvimento de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir de resíduos têxteis de algodão pré-consumo utilizando líquidos iônicos imidazólicos**

Blumenau  
2023

Beatriz Barbosa de Brito

**Desenvolvimento de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir de resíduos têxteis de algodão pré-consumo utilizando líquidos iônicos imidazólicos**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Mestra em Engenharia Têxtil.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Andrea Cristiane Krause Bierhalz, Dra.

Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Cintia Marangoni, Dra.

Blumenau

2023

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do programa de Geração Automática da  
Biblioteca Universitária da UFSC

Brito, Beatriz Barbosa de

Desenvolvimento de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir de resíduos têxteis de algodão pré-consumo utilizando líquidos iônicos imidazólicos / Beatriz Barbosa de Brito ; orientadora, Andrea Cristiane Krause Bierhalz, coorientadora, Cintia Marangoni, 2023.

117 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil, Blumenau, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia Têxtil. 2. Celulose. 3. Líquidos iônicos. 4. Resíduo têxtil. 5. Filamentos. I. Bierhalz, Andrea Cristiane Krause. II. Marangoni, Cintia. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil. IV. Título.

Beatriz Barbosa de Brito

**Desenvolvimento de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir de resíduos têxteis de algodão pré-consumo utilizando líquidos iônicos imidazólicos**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof.<sup>a</sup> Andrea Cristiane Krause Bierhalz, Dra.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. José Alexandre Borges Valle, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof.<sup>a</sup> Claudia Merlini, Dra.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Engenharia Têxtil obtido pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil.

---

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

---

Prof.<sup>a</sup> Andrea Cristiane Krause Bierhalz, Dra.  
Orientadora

Blumenau, 2023

Este trabalho é dedicado a minha pequena família, Jandira Barbosa de Brito e Brynner Barbosa de Brito e aos amigos de Blumenau.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter me sustentado ao longo desses dois anos com o Seu amor e cuidado, nos detalhes, e por ter colocado em minha vida, pessoas essenciais para o desenvolvimento deste trabalho.

A minha pequena família. Minha mãe, Jandira Barbosa de Brito, que, incansavelmente, foi mãe, amiga e conselheira. Meu irmão, Brynner Barbosa de Brito, que foi um incentivador para que eu retomasse este sonho que já estava esquecido lá no fundo do coração. Ainda que à distância, as orações, o amor e todo o suporte que recebi de vocês foram um grande estímulo para que eu chegasse até aqui.

Aos amigos de Blumenau, em especial, Eliane Frey de Assis (Tini), que, com toda a paciência e amor, me ajudou nos momentos mais difíceis dessa trajetória com sua mão amiga e palavras de sabedoria.

À minha orientadora, Prof.<sup>a</sup> Dra. Andrea Cristiane Krause Bierhalz, por sua disponibilidade, dedicação, empatia e todo o seu conhecimento transmitido, os quais foram tão necessários no desenvolvimento da pesquisa, na organização das ideias e na execução dos ensaios experimentais. Sua humanidade e seu profissionalismo são exemplos a serem seguidos e os levarei sempre comigo!

À minha coorientadora Prof.<sup>a</sup> Dra. Cintia Marangoni por suas contribuições importantes na composição deste trabalho.

Aos meus colegas de mestrado e de laboratório, em especial, à mestranda Aline Ferreira Knih, pela amizade e parceria no Projeto de Pesquisa e na elaboração de artigos. Aos técnicos em laboratório, Andressa Silveira Fortes (Engenharia Têxtil), Daniel Fonseca da Cunha (Engenharia de Materiais) e Henrique Hunger Moresco (Engenharia de Materiais), pelo apoio incansável na execução de ensaios experimentais.

Aos docentes do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil que, com maestria, se reinventaram com novas metodologias de ensino para nos entregar qualidade na aprendizagem, e por manterem os laços professor-aluno com toda a dedicação, vencendo, assim, muitas barreiras trazidas pela pandemia.

À Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil (PGETEX), pelo suporte administrativo, acadêmico e de infraestrutura, ao longo dessa jornada.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e à Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Estado de Santa Catarina (FAPESC), pela concessão de bolsa durante todo o período de mestrado.

Por fim, embora não citados nominalmente, agradeço a todos que contribuíram direta ou indiretamente para o desenvolvimento da minha pesquisa, sobretudo, para o meu crescimento profissional e pessoal nesta etapa de grande relevância para a minha vida.

“A mera mudança não é crescimento. O crescimento é a síntese da mudança e da continuidade, e onde não há continuidade não há crescimento.” (C. S. Lewis, 1942)

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo avaliar o potencial da utilização de um resíduo têxtil de algodão pré-consumo para a produção de filmes e filamentos de celulose regenerada por meio da dissolução em líquidos iônicos (LI's) imidazólicos. Inicialmente, foi estudada a dissolução do resíduo de algodão nos LI's cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio (BMIMCl), cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMCl) e acetato de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMAc), utilizando uma proporção mássica de 3% de resíduo em LI e temperatura de 110 °C. Nesta etapa, foi observada boa capacidade de dissolução dos LI's, com tempos de dissolução entre 1,5h (EMIMCl) e 4 h (EMIMAc). A regeneração da celulose em forma de filme foi realizada em água, etanol, acetona e solução aquosa de ácido acético. O processo de dissolução e regeneração da celulose promoveu a redução do grau de polimerização e da massa molar da celulose para todos os LI's e antissolventes avaliados. Os filmes obtidos a partir da dissolução da celulose em EMIMAc e regenerado em acetona e água apresentaram menor despolimerização, seguido dos filmes obtidos em EMIMCl e BMIMCl e regenerados em água e etanol, respectivamente. A comparação das propriedades do filme de celulose regenerada com o resíduo de algodão indicou mudança da celulose I para celulose II e redução da cristalinidade em 68%. A temperatura de degradação principal do filme regenerado foi de 339 °C contra 364 °C do resíduo de algodão. Pela análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), foi observado um evento de fusão endotérmica para o resíduo e um evento de degradação exotérmica para o filme regenerado. A análise da morfologia do filme evidenciou uma superfície lisa e homogênea, com ausência de impurezas e/ou fibras não dissolvidas. Para a obtenção de filamentos regenerados, foi utilizada a técnica de fiação a úmido e as amostras de resíduo de algodão foram dissolvidas em EMIMCl associado a concentrações de DMSO de 30%, 50% e 70% (g DMSO/g LI). Os filamentos regenerados em etanol apresentaram maior grau de polimerização (DP) do que em água, sendo os maiores valores obtidos para a concentração de 70% de DMSO. Entre os filamentos regenerados em água, o maior DP foi obtido para a concentração de 50% de DMSO. A estabilidade térmica dos filamentos regenerados foi reduzida quando comparada à estabilidade térmica dos filmes regenerados. A temperatura de degradação principal do filme regenerado foi de 339 °C contra 275 °C, 325 °C e 283 °C para filamentos regenerados a partir de concentrações de 30%, 50% e 70% de DMSO, respectivamente. A morfologia dos filamentos regenerados revelou uma microestrutura lisa, densa e homogênea. As propriedades mecânicas dos filamentos não foram influenciadas pela proporção de cossolvente e pelo banho de coagulação utilizado para a regeneração da celulose. Este estudo evidenciou a possibilidade de obtenção de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir da dissolução da celulose proveniente de resíduos têxteis pré-consumo em líquidos iônicos imidazólicos e coagulação em antissolventes acessíveis, como água e etanol. A tecnologia de líquidos iônicos para obtenção de novos filamentos à base de celulose regenerada demonstrou ser um campo de pesquisa promissor com grandes perspectivas para aplicações industriais.

**Palavras-chave:** Celulose. Líquidos iônicos. Resíduo têxtil. Filamentos.

## ABSTRACT

This work aimed to evaluate the dissolution potential of pre-consumer cotton textile waste for the production of regenerated cellulose films and filaments, using imidazolium ionic liquids (IL's). Initially, the dissolution of cotton waste in the IL's 1-butyl-3-methylimidazolium chloride (BMIMCl), 1-ethyl-3-methylimidazolium chloride (EMIMCl) and 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate (EMIMAc) was evaluated using a weight ratio of 3% residue in LI and a temperature of 110 °C. In this stage, good dissolution capacity of ILs was observed, with dissolution times between 1.5h (EMIMCl) and 4 h (EMIMAc). The regeneration of cellulose as films was carried out in water, ethanol, acetone and aqueous acetic acid solution. The cellulose dissolution and regeneration process promoted a reduction in the degree of polymerization and molecular mass of cellulose for all LI's and antisolvents evaluated. The films obtained from dissolution of cellulose in EMIMAc and regenerated in acetone and water showed less depolymerization, followed by the films obtained from dissolution in EMIMCl and BMIMCl and regenerated in water and ethanol, respectively. Comparison of the properties of the regenerated cellulose film with the cotton residue indicated a change from cellulose I to cellulose II and a 68% reduction in crystallinity. The main degradation temperature of the regenerated film was 339 °C against 364 °C of the cotton residue. By Differential Scanning Calorimetry (DSC) analysis, an endothermic melting event was observed for the residue and an exothermic degradation event for the regenerated film. The analysis of the film's morphology showed a smooth and homogeneous surface, with no impurities and/or undissolved fibers. To obtain regenerated filaments, the wet spinning technique was used and the samples of cotton waste were dissolved in EMIMCl associated with DMSO concentrations of 30%, 50% and 70% (g DMSO/g LI). Filaments regenerated in ethanol showed a higher degree of polymerization (DP) than in water, with the highest values obtained for a concentration of 70% DMSO. Among the filaments regenerated in water, the highest DP was obtained for the concentration of 50% DMSO. The thermal stability of regenerated filaments was reduced when compared to the thermal stability of regenerated films. The main degradation temperature of the regenerated film was 339 °C against 275 °C, 325 °C and 283 °C for filaments obtained from DMSO concentrations of 30%, 50% and 70%, respectively. The morphology of the regenerated filaments revealed a smooth, dense and homogeneous microstructure. The mechanical properties of the filaments were not influenced by the proportion of co-solvent and the coagulation bath used for cellulose regeneration. This study showed the possibility of obtaining regenerated cellulose films and filaments from the dissolution of cellulose from pre-consumer textile waste in imidazolium ionic liquids and coagulation in accessible antisolvents, such as water and ethanol. The technology of ionic liquids to obtain new filaments based on regenerated cellulose proved to be a promising field of research with great prospects for industrial applications.

**Keywords:** Cellulose. Ionic liquids. Textile waste. Filaments.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Classificação de Fibras Têxteis .....	22
Figura 2 – Consumo mundial de fibras têxteis de 2016 a 2020 .....	25
Figura 3 – Algodão branco .....	27
Figura 4 – Estrutura morfológica da fibra de algodão.....	28
Figura 5 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fibra de algodão. (a) seção longitudinal de uma fibra com convolução (torção); (b) seção transversal; (c) seção longitudinal de uma fibra imatura e (d) superfície da fibra de algodão .....	30
Figura 6 - Estrutura química da celulose .....	32
Figura 7 – As etapas do polimorfismo da celulose.....	33
Figura 8 – Processos de regeneração da celulose .....	34
Figura 9 – Fluxograma da obtenção de fibras regeneradas pelo processo de viscose.....	36
Figura 10 – Fluxograma do processo de obtenção das fibras de celulose regenerada Liocel ..	39
Figura 11 – Cátions e ânions típicos em líquidos iônicos .....	42
Figura 12 – Esquema da dissolução de fibras de celulose em líquidos iônicos .....	44
Figura 13 – Fluxograma do processo de obtenção de fibras regeneradas com líquidos iônicos .....	48
Figura 14 – Processo de fiação de filamentos de celulose regenerada: a) fiação a úmido e b) fiação a úmido com jato seco .....	49
Figura 15 – Fluxograma das Etapas 1 e 2 da metodologia da pesquisa .....	52
Figura 16 – Fotografia do resíduo de algodão alvejado .....	53
Figura 17 – Fluxograma do processo de obtenção de filamento de celulose regenerada a partir da técnica de fiação a úmido.....	56
Figura 18 – Micrografias da solução de celulose em diferentes líquidos iônicos .....	63
Figura 19 – Imagens de microscopia óptica das amostras de celulose em processo de dissolução em EMIMCl (a), BMIMCl (b) e EMIMAc (c) .....	65
Figura 20 – Imagens do aspecto macroscópico dos filmes de celulose regenerada utilizando líquidos iônicos. (a) BMIMCl/Ácido Acético; (b) EMIMCl/Água e (c) BMIMCl/Etanol .....	66
Figura 21 – Padrões de difração de raios X das amostras de celulose de resíduo de algodão alvejado e de filme de celulose regenerada .....	70
Figura 22 – Imagens de MEV da fibra do resíduo de algodão (a), da superfície do filme de celulose regenerada (b), da seção transversal do filme de celulose regenerada (c, d).....	72

Figura 23 – Gráfico das curvas da termogravimetria (a) e da termogravimetria derivada (b) da fibra de resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada .....	74
Figura 24 – Termogramas de DSC para fibras de resíduo de algodão e filmes de celulose regenerada.....	76
Figura 25 – Espectros de FTIR para resíduo de algodão e filme de celulose regenerada.....	77
Figura 26 - Sobreposição dos espectros de FTIR para resíduo de algodão e filme de celulose regenerada, na faixa 1600 – 800 cm <sup>-1</sup> .....	78
Figura 27 – Filamentos de celulose regenerada obtidos por fiação a úmido.....	80
Figura 28 – Gráfico das curvas da termogravimetria (a) e da termogravimetria derivada (b) dos filamentos de celulose regenerada .....	83
Figura 29 – Imagens da microestrutura da superfície e da seção transversal dos filamentos de celulose regenerada produzidos em EMIMCl/Água, com diferentes concentrações de DMSO .....	86
Figura 30 – Imagens da microestrutura da superfície e da seção transversal dos filamentos de celulose regenerada produzidos em EMIMCl/Etanol, com diferentes concentrações de DMSO .....	86

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Condições de dissolução de celulose em LI's imidazólicos.....	45
Quadro 2 – Líquidos iônicos imidazólicos utilizados na dissolução de celulose.....	53
Quadro 3 – Condições de dissolução e regeneração da celulose utilizando três líquidos iônicos e quatro antissolventes.....	66

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição da fibra de algodão seca, do gênero <i>Gossypium</i> .....	28
Tabela 2 – Propriedades da fibra de algodão .....	31
Tabela 3 – Propriedades físicas da fibra viscosa .....	37
Tabela 4 – Propriedades da fibra de celulose regenerada Liocel .....	40
Tabela 5 – Propriedades das fibras regeneradas com líquido iônico imidazólico .....	50
Tabela 6 – Grau de polimerização e massa molar média de filmes de celulose regenerada ....	68
Tabela 7 – Índice de cristalinidade para celulose de resíduo de algodão alvejado e filme de celulose regenerada.....	71
Tabela 8 – Grau de polimerização e massa molar dos filamentos de celulose regenerada .....	81
Tabela 9 – Diâmetro e título dos filamentos produzidos em EMIMCl e em diferentes proporções de cossolvente. Regenerados em água e etanol .....	87
Tabela 10 – Resistência à tração ( $\sigma$ ), tenacidade dos filamentos de celulose regenerada obtida em líquido iônico EMIMCl/DMSO a uma taxa de fluxo de 45 mL/h.....	88

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANOVA	Análises de Variância
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATR	Refletância Total Atenuada
BMIMCl	cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio
CO	Fibra de algodão
CUEN	Hidróxido de Bis(Etilenodiamina) Cobre(II)
DMSO	Dimetilsulfóxido
DP	Grau de Polimerização
DRX	Cristalinidade
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
DTG	Termogravimetria Derivada
EMIMAc	acetato de 1-etil-3-metilimidazólio
EMIMCl	cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio
FTIR	Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier
IEMI	Inteligência de Mercado
LCME	Laboratório Central de Microscopia Eletrônica
LCP	Laboratório de Controle e Processos de Polimerização
LINDEN	Laboratório Interdisciplinar para o Desenvolvimento de Nanoestruturas
LI's	Líquidos Iônicos
MCC	Celulose Microcristalina
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira
NMMO	N-metilmorfolina-N-óxido
ODS	Objetivos do Desenvolvimento Sustentável
ONU	Organização das Nações Unidas
REACH	Registro, Avaliação, Autorização de Produtos Químicos
TGA	Análise Termogravimétrica
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina

## LISTA DE SÍMBOLOS

MJ	megajoule
°C	graucelsius
CS <sub>2</sub>	dissulfeto de carbono
%	por cento
µm	micrômetro
g/cm <sup>3</sup>	grama por centímetro cúbico
cN/Tex	centinewton por tex
GPa	gigapascal
β	basicidade de ligação de hidrogênio
α	acidez de ligação de hidrogênio
h	hora
min	minuto
g/mol	grama por mol
Tex	peso em gramas de 1 quilômetro de fio (1000 metros)
g	grama
rpm	rotações por minuto
mL	mililitro
η	viscosidade intrínseca
η <sub>sp</sub>	viscosidade específica
η <sub>rel</sub>	viscosidade relativa
C	concentração do polímero
dL/g	decilitro por grama
g/dL	grama por decilitro
k	constante de Huggins (0,13)
kV	quilovolt
mA	miliampere
°/min	grau por minuto
2θ	ângulo
I <sub>c</sub>	índice de cristalinidade
I <sub>110</sub>	intensidade máxima do pico
I <sub>AM</sub>	intensidade da região amorfa
°C/min	graucelsius por minuto
mm	milímetros
m	metros
N	newton
cm	centímetros
m/m	massa por massa
MPa	megapascal
σ	resistência à tração
ε	alongamento

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>17</b>
1.1	OBJETIVOS .....	20
1.1.1	<b>Objetivo Geral.....</b>	<b>20</b>
1.1.2	<b>Objetivos Específicos .....</b>	<b>20</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>21</b>
2.1	FIBRAS APLICADAS À INDÚSTRIA TÊXTIL .....	21
2.1.1	<b>Classificação das Fibras Têxteis .....</b>	<b>21</b>
2.1.2	<b>Consumo de Fibras Têxteis.....</b>	<b>25</b>
2.2	FIBRA DE ALGODÃO .....	26
2.3	CELULOSE.....	31
2.4	PROCESSOS DE OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CELULOSE REGENERADA	34
2.4.1	<b>Processo Viscose.....</b>	<b>35</b>
2.4.2	<b>Processo Liocel/NMMO .....</b>	<b>38</b>
2.4.3	<b>Processo com líquidos iônicos .....</b>	<b>41</b>
2.4.3.1	<i>Dissolução da celulose com líquidos iônicos .....</i>	<i>43</i>
2.4.3.2	<i>Produção de filamentos de celulose regenerada com líquidos iônicos imidazólicos</i>	<i>47</i>
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>52</b>
3.1	MATERIAIS.....	52
3.1.1	<b>Substrato têxtil.....</b>	<b>52</b>
3.1.2	<b>Reagentes químicos.....</b>	<b>53</b>
3.2	MÉTODOS .....	54
3.2.1	<b>Preparação das amostras .....</b>	<b>54</b>
3.2.2	<b>Processo de dissolução e regeneração de celulose .....</b>	<b>54</b>
3.2.3	<b>Obtenção de filamentos de celulose regenerada .....</b>	<b>55</b>
3.2.3.1	<i>Grau de Polimerização (DP) e viscosidade intrínseca .....</i>	<i>56</i>
3.2.3.2	<i>Cristalinidade .....</i>	<i>58</i>
3.2.3.3	<i>Análise Termogravimétrica – TGA.....</i>	<i>59</i>
3.2.3.4	<i>Calorimetria exploratória diferencial – DSC.....</i>	<i>59</i>
3.2.3.5	<i>Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier – FTIR .....</i>	<i>59</i>
3.2.3.6	<i>Morfologia.....</i>	<i>60</i>
3.2.3.7	<i>Diâmetro e título direto .....</i>	<i>60</i>

3.2.3.8	<i>Resistência mecânica</i> .....	60
3.2.3.9	<i>Tratamento estatístico</i> .....	61
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	62
4.1	DISSOLUÇÃO DA CELULOSE EM LÍQUIDO IÔNICO IMIDAZÓLICO .....	62
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE CELULOSE REGENERADA EM FORMA DE FILME.....	67
4.2.1	<b>Grau de polimerização (DP)</b> .....	67
4.2.2	<b>Cristalinidade</b> .....	69
4.2.3	<b>Morfologia</b> .....	71
4.2.4	<b>Comportamento térmico</b> .....	73
4.2.4.1	<i>Análise termogravimétrica (TGA)</i> .....	73
4.2.4.2	<i>Calorimetria exploratória diferencial (DSC)</i> .....	75
4.2.4.3	<i>Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)</i> .....	77
4.3	FILAMENTOS DE CELULOSE REGENERADA .....	79
4.3.1	<b>Grau de polimerização (DP)</b> .....	80
4.3.2	<b>Análise Termogravimétrica (TGA/DTG)</b> .....	82
4.3.3	<b>Morfologia</b> .....	84
4.3.4	<b>Diâmetro e Título direto</b> .....	87
4.3.5	<b>Resistência mecânica</b> .....	87
5	<b>CONCLUSÕES</b> .....	89
6	<b>RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	90
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	91

## 1 INTRODUÇÃO

A indústria têxtil tem apresentado um crescimento importante no cenário mundial. O Brasil está entre as cinco maiores indústrias têxteis mundiais e é a quarta no segmento de vestuário, com exportação anual de mais de 900 mil toneladas de produtos têxteis, alcançando cerca de 2,5 bilhões de dólares (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA TÊXTIL E DE CONFECÇÃO, 2021; MINISTÉRIO DA ECONOMIA; COMEX STAT, 2022).

Dentre as fibras utilizadas na indústria têxtil, o algodão tem se destacado por suas características que inclui hipoalergenicidade, baixa toxicidade, propriedades de resistência térmica, além de maciez e baixo custo, que são atrativas tanto ao setor industrial quanto ao consumidor (ATALIE; ROTICH, 2021; KHANZADA; KHAN; KAYANI, 2020; SHUVO, 2020; VAN DER SLUIJS, 2022). Vale ressaltar que, somente no ano de 2022, cerca de 860 mil toneladas de fibras de algodão foram exportadas, com alcance de cerca de dois bilhões de dólares (MINISTÉRIO DA ECONOMIA; COMEX STAT, 2022).

Por outro lado, o crescimento do uso de fibras de algodão pela indústria têxtil tem gerado implicações econômicas, sociais e, sobretudo, ambientais. Fand e colaboradores (2019); Liu e colaboradores (2021); Nguyen e colaboradores (2021) indicaram que o cultivo de algodão requer quantidades elevadas de água, com consumo estimado de 14,8 MJ de energia fóssil. Além disso, o uso de produtos químicos na lavoura tem gerado perturbação ecológica e impactos na qualidade do solo.

Com essas limitações, tem sido crescente a busca por novas fibras com propriedades similares às do algodão. As fibras de celulose regenerada, por exemplo, apresentam propriedades interessantes que incluem respirabilidade, boa absorção de umidade, conforto e biodegradabilidade e podem ser aplicadas na indústria têxtil, para o desenvolvimento de produtos funcionalizados e de aplicações médicas (ATES; CERKEZ, 2017; KOCIĆ *et al.*, 2019; MA, Y. *et al.*, 2020; VERGARA *et al.*, 2018; ZHANG, Q. *et al.*, 2022).

O processamento da celulose em novos materiais, ao contrário dos polímeros termoplásticos convencionais que são processados pela técnica de fiação por fusão, requer uma prévia dissolução, devido à temperatura de degradação (315–400 °C) ser inferior à temperatura de fusão (~ 470 °C) (KRUMM; PFAENDTNER; DAUENHAUER, 2016; LIANG; RIES; HINE, 2022; YANG, H. *et al.*, 2007). No entanto, sua estrutura polimérica com múltiplas ligações de hidrogênio e interações hidrofóbicas faz com que a celulose seja

insolúvel em água e na maioria dos solventes orgânicos comuns (VAKILI *et al.*, 2020; YANG, J.; LI, 2018).

Os dois principais processos para obtenção de fibras de celulose regenerada são o processo Viscose e o Liocel. No processo Viscose ocorre a formação da celulose alcalina, que reage com o CS<sub>2</sub> para a produção de xantato de celulose. Este reage em meio ácido para a dissolução e regeneração da celulose, com a geração de subprodutos tóxicos como dissulfeto de carbono, sulfeto de hidrogênio e metais pesados. Já no processo Liocel, a celulose é solubilizada, diretamente, no solvente N-metilmorfolina-N-óxido (NMMO). Após completa dissolução, a regeneração da celulose ocorre em solução aquosa de NMMO, que apesar de ter sido considerado, nos últimos anos, uma alternativa ecológica na obtenção de fibras de celulose regenerada, apresenta desvantagens que incluem volatilidade, toxicidade e baixa recuperação de solvente (REN *et al.*, 2021; SAYYED; DESHMUKH; PINJARI, 2019; SHARMA, A. *et al.*, 2019; XU, A. *et al.*, 2019).

As limitações observadas nos processos Viscose e Liocel têm impulsionado a busca por solventes mais eficientes e ecológicos para a dissolução da celulose. Neste contexto estão inseridos os Líquidos Iônicos (LI's) à base de imidazólio, um grupo de novos sais orgânicos que possuem ponto de fusão inferior a 100 °C, estabilidade química e térmica, não inflamabilidade, ausência de hidrólise e toxicidade, baixa pressão de vapor e de fácil recuperação do solvente (LIU, S. *et al.*, 2021; VERMA *et al.*, 2019). Dentre a grande variedade de LI's, os do tipo imidazólicos têm se destacado para a dissolução da celulose, tanto pela simplicidade envolvendo a sua preparação, quanto pela elevada capacidade de dissolução da celulose. Em relação ao cátion do LI, a solubilidade da celulose tende a diminuir à medida que o comprimento da cadeia alquil aumenta. Os ânions desempenham um papel importante na dissolução da celulose, sendo que os de elevada basicidade são considerados melhores para a dissolução da celulose, como os ânions cloreto e acetato (CAO *et al.*, 2017; HANDY; OKELLO, 2005). Neste estudo, portanto, será investigado o potencial de dissolução de LI's imidazólicos formados por ânions cloreto e acetato e por cátions de dois diferentes tamanhos de cadeia alquil: etil e butil.

Uma abordagem recente e sustentável para a produção de fibras de celulose regenerada inclui a utilização de resíduos têxteis de algodão, os quais possuem alto teor de celulose (ASAADI *et al.*, 2016; MOHAMED *et al.*, 2021). No entanto, os estudos envolvendo resíduos têxteis e líquidos iônicos têm sido pouco explorados, sendo limitados a resíduos

têxteis de pós-consumo (LIANG *et al.*, 2021) e línter do algodão, um subproduto do processamento da semente de algodão (AZIMI *et al.*, 2022).

Este fato evidencia o potencial de investigação dos resíduos têxteis e a sua utilização para a obtenção de celulose regenerada, a qual representa uma alternativa vantajosa em termos de economia e sustentabilidade para a indústria têxtil, além de reduzir a dependência de fibras sintéticas, provenientes de fontes não renováveis e ser uma alternativa de tratamento dos resíduos resultantes das diversas etapas que envolvem o processamento do algodão.

A obtenção de novas fibras a partir da celulose dissolvida em líquidos iônicos imidazólicos requer que a viscosidade da solução celulósica permita a fiação sem obstrução de feiras. Diante disso, a incorporação de cossolventes apróticos e polares, como o dimetilsulfóxido (DMSO), aos sistemas contendo líquidos iônicos tem sido realizada a fim de reduzir a viscosidade da solução e viabilizar o processo de fiação. Além disso, o uso dos cossolventes tende a melhorar a eficiência da dissolução da celulose, uma vez que a elevada polaridade reduz a viscosidade do sistema e facilita o transporte de massa (HAWKINS *et al.*, 2021; MINNICK *et al.*, 2016).

Diante do exposto, esta pesquisa prevê um estudo do potencial da utilização dos resíduos têxteis pré-consumo para a produção de filamentos de celulose regenerada por meio da dissolução em LI's imidazólicos, combinando, assim, princípios importantes da química verde, que inclui o uso de matérias-primas renováveis e o uso de solventes ecológicos.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral desta pesquisa é a obtenção e caracterização de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir de resíduos têxteis de algodão utilizando líquidos iônicos imidazólicos.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

- a) Estudar a capacidade de dissolução de um resíduo têxtil de algodão pré-consumo por três diferentes líquidos iônicos imidazólicos;
- b) Avaliar a influência da composição do banho de coagulação no grau de polimerização de filmes de celulose regenerada;
- c) Avaliar a estrutura cristalina, o grau de cristalinidade o comportamento térmico e as características químicas e morfológicas do resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada;
- d) Definir as condições de processo para obtenção de filamento de celulose regenerada;
- e) Avaliar a influência do cossolvente e do banho de coagulação no grau de polimerização, nas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas dos filamentos obtidos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo traz uma revisão de literatura abordando aspectos importantes para a compreensão dos processos que envolvem a dissolução da celulose e a produção de filamentos de celulose regenerada.

### 2.1 FIBRAS APLICADAS À INDÚSTRIA TÊXTIL

As fibras têxteis apresentam características e propriedades específicas, que estão intrinsecamente relacionadas com a sua origem, podendo ser contínuas ou descontínuas, as quais requerem estudo e análise antes da aplicação. Para tanto, é importante observar a definição de fibra têxtil que consiste em

“toda matéria natural, de origem vegetal, animal ou mineral, assim como toda matéria artificial ou sintética, que, pela alta relação entre seu comprimento e seu diâmetro, e, ainda, por suas características de flexibilidade, suavidade, elasticidade, resistência, tenacidade e finura, está apta às aplicações têxteis” (Capítulo III, item 4, do Anexo Regulamento Técnico MERCOSUL sobre Etiquetagem de Produtos Têxteis (INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, 2021).

A Norma ASTM D123-19 também define a fibra têxtil como qualquer material de origem natural (animal, vegetal ou mineral), sendo o termo manufaturada utilizado para caracterizar a origem artificial ou sintética da fibra. Esta Norma acrescenta ainda que tais fibras apresentam características de flexibilidade, coesão e resistência, o que lhes fornece condições para a produção de artigos têxteis. Uma das características fundamentais da fibra têxtil é o fato de seu comprimento apresentar uma dimensão pelo menos 100 vezes maior que o seu diâmetro (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2019).

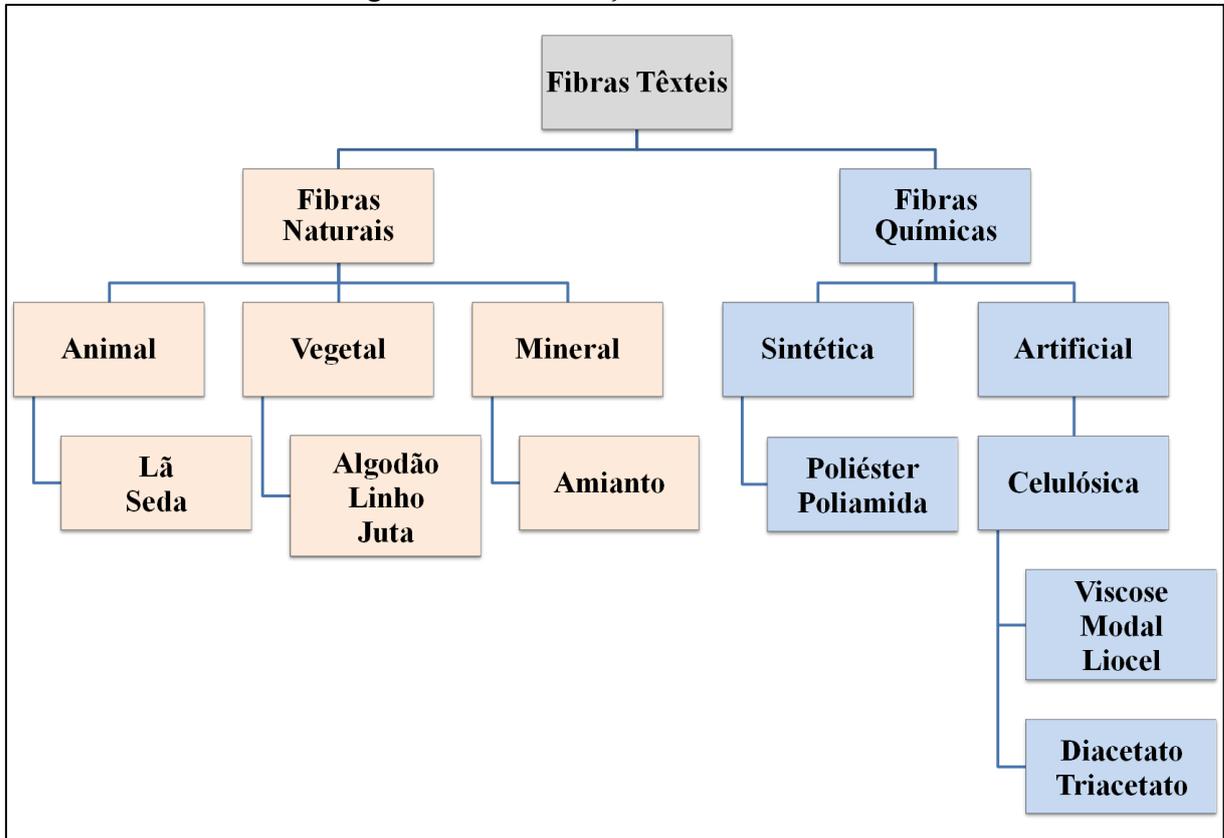
#### 2.1.1 Classificação das Fibras Têxteis

A especificidade de cada fibra levou à necessidade de classificá-la em grupos de características e propriedades semelhantes ou comuns entre si, de forma que tal agrupamento permita a identificação de sua origem.

As fibras têxteis podem ser classificadas em fibras naturais e fibras manufaturadas (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1992) ou fibras naturais e fibras

químicas (MIÚRA, MARCELO; MUNOZ, 2015). A Figura 1 apresenta a classificação das fibras têxteis.

Figura 1 – Classificação de Fibras Têxteis



Fonte: Adaptado de Woodings (2001).

De acordo com a NBR 12.744/1992, as fibras naturais são aquelas encontradas na natureza, sendo elas de origem animal, vegetal ou mineral. As fibras de origem animal são provenientes de secreção de larvas de insetos sericígenos, como o bicho-da-seda, ou de pelos de animais, como a ovelha, a cabra, o camelo, tendo como produto fibras de seda, lã e *cashmere*, por exemplo. Por outro lado, as fibras de origem vegetal, são provenientes da semente, da folha, do caule e do fruto, produzindo fibras de algodão, linho, juta, rami, dentre outras. Em se tratando de fibras de origem mineral, cuja síntese vem a partir da rocha, tem-se como exemplo de produto o asbesto (amianto) (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1992).

As fibras naturais, em geral, apresentam propriedades interessantes como menor densidade, boa resistência a álcalis, são hipoalergênicas e biodegradáveis (LI, M. *et al.*, 2020).

No entanto, sua natureza hidrofílica eleva a propriedade de absorção de umidade dessas fibras, o que compromete as propriedades de resistência mecânica. Vale ressaltar que as fibras naturais apresentam ainda baixa estabilidade térmica e baixa resistência ao impacto (GUPTA; RAMESH; THOMAS, 2021).

Apesar do cunho sustentável que as fibras naturais oferecem ao mercado têxtil, tendo em vista que a sua matéria-prima provém de fonte renovável, é importante ressaltar que o processo produtivo apresenta limitações no atendimento à demanda populacional, que, segundo a ONU (Organização das Nações Unidas), chegou a oito bilhões de pessoas no mundo (UNITED NATIONS, 2022). Assim, a atenção do segmento têxtil passa a ser a busca por área, seja para o cultivo dos vegetais seja para a criação de animais que forneçam sua matéria-prima, a fim de suprir essa demanda mundial. Com essa demanda, sobrevém o aumento do consumo de água e energia, e do uso de agrotóxicos, comprometendo ainda a qualidade do solo, da água e da biodiversidade (SURAN, 2018).

Quanto às fibras químicas, estas são produzidas a partir de processos químicos e podem ser de origem sintética (produzidas a partir de derivados de petróleo) ou artificial (produzidas a partir de celulose). À manufatura das fibras sintéticas, atribuiu-lhe o termo *man-made fibers*. Neste processo, os polímeros são fundidos e passados por fieiras, obtendo fibras de acrílico, elastano, náilon, poliéster e polipropileno, dentre outras (HEARLE, 2009).

Essas fibras apresentam vantagens importantes sobre as fibras naturais, dentre as quais se destacam a resistência ao impacto, a elasticidade, a baixa absorção de umidade, além da maciez e da boa aceitação de acabamentos. O processo produtivo dessas fibras é vantajoso, também, em função de ter maior controle no seu volume de produção, quando comparado à produção de fibras naturais, tendo em vista que não há dependência das condições ambientais para colheita, tampouco de área para plantação. Vale ressaltar que, em média, são plantados 35 milhões de hectares de algodão, anualmente, no mundo todo (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DOS PRODUTORES DE ALGODÃO, 2021; KANELLI *et al.*, 2017).

No entanto, este processo apresenta fatores limitantes quanto à obtenção de sua matéria-prima, levando em consideração que é de fonte fóssil, não renovável e de baixa biodegradabilidade, implicando de forma negativa no cumprimento dos princípios da sustentabilidade, elencados nos Objetivos do Desenvolvimento Sustentável (ODS), da ONU (CARLOS, 2019; ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS, 2018).

Por outro lado, as fibras de origem artificial, produzidas a partir de processos químicos de regeneração da celulose têm se tornado potencial em fibras sustentáveis (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1992; BASIT *et al.*, 2018). O material celulósico utilizado na produção de fibras artificiais pode ser proveniente de materiais virgens de origem natural como a madeira e o algodão (LIU, Yun *et al.*, 2020; XU, J. *et al.*, 2017), ou ainda de resíduos vegetais como o línter de algodão ou de resíduo agrícola como a espiga de milho (LI, J. *et al.*, 2021; TENG *et al.*, 2018). A matéria-prima das fibras artificiais pode ser também um subproduto de processos industriais, como os resíduos têxteis (BJÖRQUIST *et al.*, 2018).

O processo de obtenção das fibras artificiais ocorre por meio da transformação química do material celulósico, que decorre de processos de extrusão ou a partir dos métodos denominados como direto e derivativo. O método direto requer a dissolução da celulose, diretamente, no solvente específico, sendo este combinado ou não a um cossolvente, seguido da regeneração da celulose e passando, em sequência, pelo processo de fiação. Já no método derivativo, a etapa da derivatização ocorre antes da dissolução, a fim de que o derivado de celulose seja dissolvido e fiado antes do processo de regeneração da fibra (MAIA, 2017; NACCI *et al.*, 2022).

A dissolução direta tem demonstrado ser uma tecnologia promissora, tendo em vista os resultados de excelentes propriedades mecânicas e a boa biocompatibilidade dos filmes de celulose regenerada com um ciclo produtivo não poluente (ZHUANG; WANG; WANG, 2022).

As características das fibras artificiais são de grande interesse tecnológico, dentre as quais se destacam conforto térmico, versatilidade, segurança, renovabilidade, absorção, maciez, alta tenacidade, estabilidade estrutural, alto *regain*, tingibilidade, baixo *pilling*, pouca estática, facilidade de manuseio e boa higroscopia (BASIT *et al.*, 2018; PARAJULI *et al.*, 2021; POONGODI *et al.*, 2021; SHARMA, E. *et al.*, 2022).

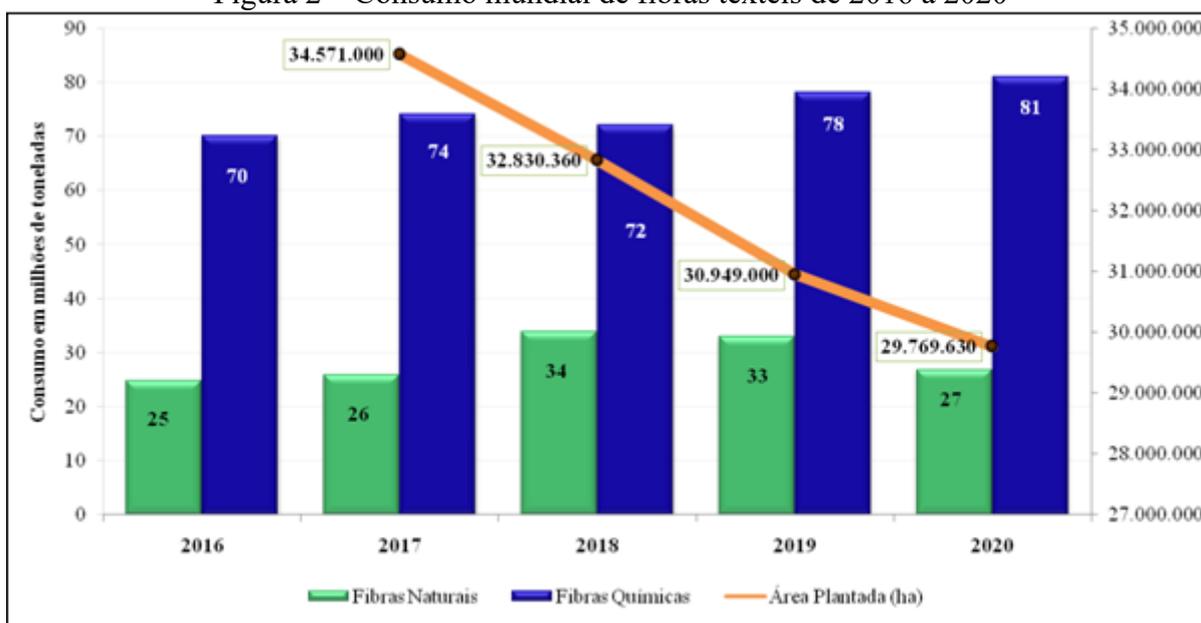
É importante salientar que as fibras artificiais vêm ganhando espaço no mercado da indústria têxtil, haja vista que além de apresentarem as mesmas vantagens que as fibras sintéticas, denotam sobre as fibras naturais o viés sustentável que tem sido constantemente aperfeiçoado, visando melhorias no desempenho das fibras artificiais com menor impacto ambiental, seja na redução de consumo de energia, de água e de produtos químicos, seja na

redução de emissão de poluentes no meio ambiente (PETERS; SANDIN; SPAK, 2019; TOPRAK; ŞARDAĞ; ANIS, 2018; VENKATESAN; PERIYASAMY, 2019).

### 2.1.2 Consumo de Fibras Têxteis

O consumo mundial de fibras têxteis em 2020 foi cerca de 108 milhões de toneladas, sendo 25% de fibras naturais e 75% de fibras químicas. Entre os anos 2016 e 2020 houve um aumento no consumo de fibras têxteis em torno de 14%. É possível observar um consumo praticamente estável de fibras naturais nesse mesmo período, enquanto que o consumo das fibras químicas apresentou uma oscilação em cerca de 5% (INTELIGÊNCIA DE MERCADO, 2021). A Figura 2 apresenta o consumo mundial de fibras têxteis no intervalo de cinco anos e a área plantada de algodão no período de 2017 a 2020.

Figura 2 – Consumo mundial de fibras têxteis de 2016 a 2020



Fonte: Associação Brasileira dos Produtores de Algodão (2021); Inteligência de Mercado (2021).

De acordo com os dados da Inteligência de Mercado (IEMI), é possível observar que a tendência mundial da indústria têxtil tem sido a utilização de fibras químicas em seu processo produtivo, reduzindo assim a necessidade de área plantada como é mostrado nos dados fornecidos pela Associação Brasileira dos Produtores de Algodão (2021).

No relatório da Textile Exchange (2020), foi possível observar que as fibras sintéticas alcançaram 63% da produção mundial de fibras têxteis em 2019, o equivalente a

cerca de 70 milhões de toneladas. Dentre as quais, o poliéster respondeu com, aproximadamente, 58 milhões de toneladas (52% da produção total) e a poliamida apresentou um consumo, no mesmo ano, de 5% da produção total de fibras têxteis, alcançando 5,6 milhões de toneladas. Vale ressaltar que o poliéster reciclado também vem ganhando espaço no mercado, com um crescimento de cerca de 5% entre os anos 2009 e 2019, reduzindo de forma significativa a demanda de resíduos enviados aos aterros sanitários, tendo em vista que sua matéria-prima inclui resíduos plásticos pós-consumo, resíduos oceânicos e resíduos têxteis de poliéster.

Outra categoria de fibra que tem se destacado dentre as fibras químicas são as fibras celulósicas artificiais, as quais incluem viscose, liocel, acetato, modal e cupro. Apesar de sua tímida participação no mercado, o volume de produção mundial vem crescendo. Em 2019 houve uma produção de cerca de sete milhões de toneladas de fibras artificiais no mundo todo, alcançando um percentual de 6,4%. Com o desenvolvimento de pesquisas, o setor espera um crescimento ainda maior nos próximos anos (TEXTILE EXCHANGE, 2020).

Diante desses dados significativos, é possível inferir que as fibras químicas (sintéticas e artificiais) são a nova tendência no mercado têxtil global, cujo impacto socioambiental tem marcado essas fibras como preferenciais.

## 2.2 FIBRA DE ALGODÃO

Estudos recentes apontam que, apesar de a produção de fibra de algodão demandar em seu processo produtivo o uso de grandes quantidades de recursos naturais como água e solo, por exemplo, ela ainda é a fibra natural mais utilizada na indústria têxtil, tendo em vista as suas características de maciez, absorção de umidade, respirabilidade, conforto térmico e durabilidade (ADLER *et al.*, 2022; CHENG *et al.*, 2021; MATHER; WARDMAN, 2011; UL-ALLAH *et al.*, 2021).

As espécies de algodão mais cultivadas são *Gossypium hirsutum* e *Gossypium barbadense*, ambos da família *Malvaceae*, cujas características são as fibras de comprimentos, médio e extralongo, respectivamente. Estima-se que 97% de todo o algodão industrializado seja obtido da espécie *G. hirsutum*, enquanto que somente 3% são provenientes da espécie *G. barbadense* (IMMICH *et al.*, 2022; TARAZI; JIMENEZ; VASLIN, 2019).

O algodão está disponível comercialmente em uma variedade de cores, tais como marrom, ferrugem, vermelho, bege e verde. As fibras com pigmentos naturais são cultivadas há milhares de anos e, apesar de sua procura ter sido reduzida em função das novas tecnologias de alta produtividade, elas estão novamente no foco, tendo em vista a necessidade em minimizar os impactos ambientais provenientes dos processos têxteis. Vale ressaltar que o algodão branco (Figura 3), ainda é o mais desejável pelo consumidor, seja pelo custo de produção, seja pela facilidade de poder ser tingido e estampado (BLAS-SEVILLANO *et al.*, 2018; MATHER; WARDMAN, 2011; SUN; SUN; ZHU, 2021).

Figura 3 – Algodão branco



O algodão é constituído, em sua maioria, de celulose, ainda que a proporção definida leve em consideração a origem do algodão e suas condições de cultivo (MATHER; WARDMAN, 2011). Uma composição média da fibra de algodão seca, do gênero *Gossypium*, comum em várias regiões do mundo, pode ser observada na Tabela 1.

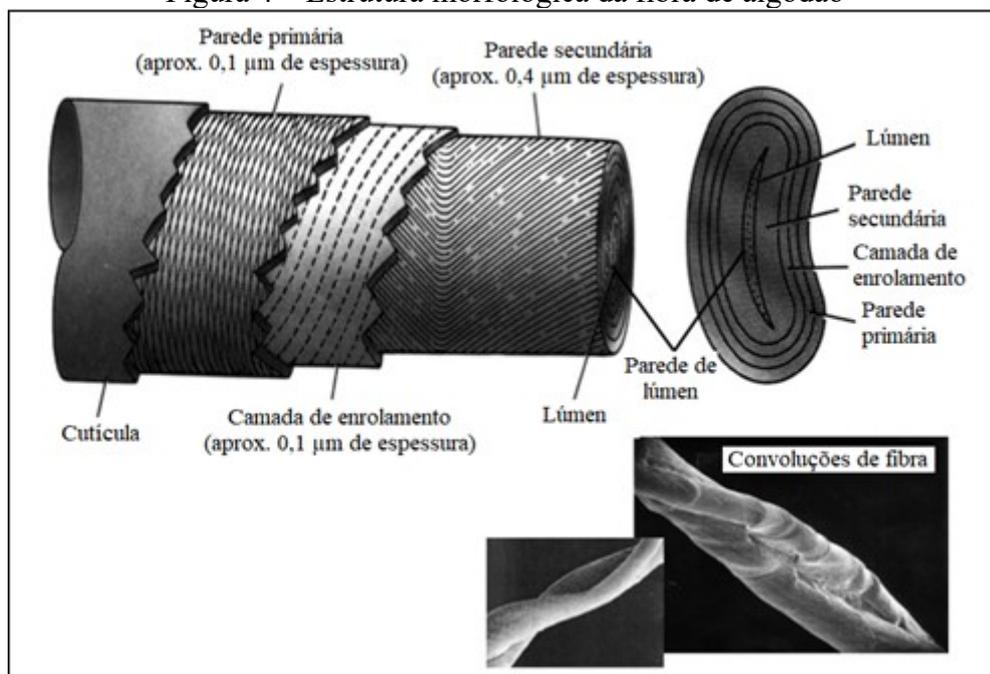
Tabela 1 – Composição da fibra de algodão seca, do gênero *Gossypium*

Tipo Constituinte	Faixa de Concentração (%)
Celulose	88,0 a 96,5
Ceras	0,4 a 1,2
Gorduras	0,7 a 1,6
Pectinas	0,4 a 1,2
Proteínas	1,0 a 1,9
Substâncias inorgânicas	0,7 a 1,6
Outras substâncias	0,5 a 8,0

Fonte: Immich et al. (2022); Mather; Wardman (2011).

A morfologia das fibras de algodão consiste em várias camadas estruturadas em quatro partes principais, a saber, a cutícula, a parede celular primária, a parede celular secundária e o lúmen, conforme apresentado na Figura 4.

Figura 4 – Estrutura morfológica da fibra de algodão



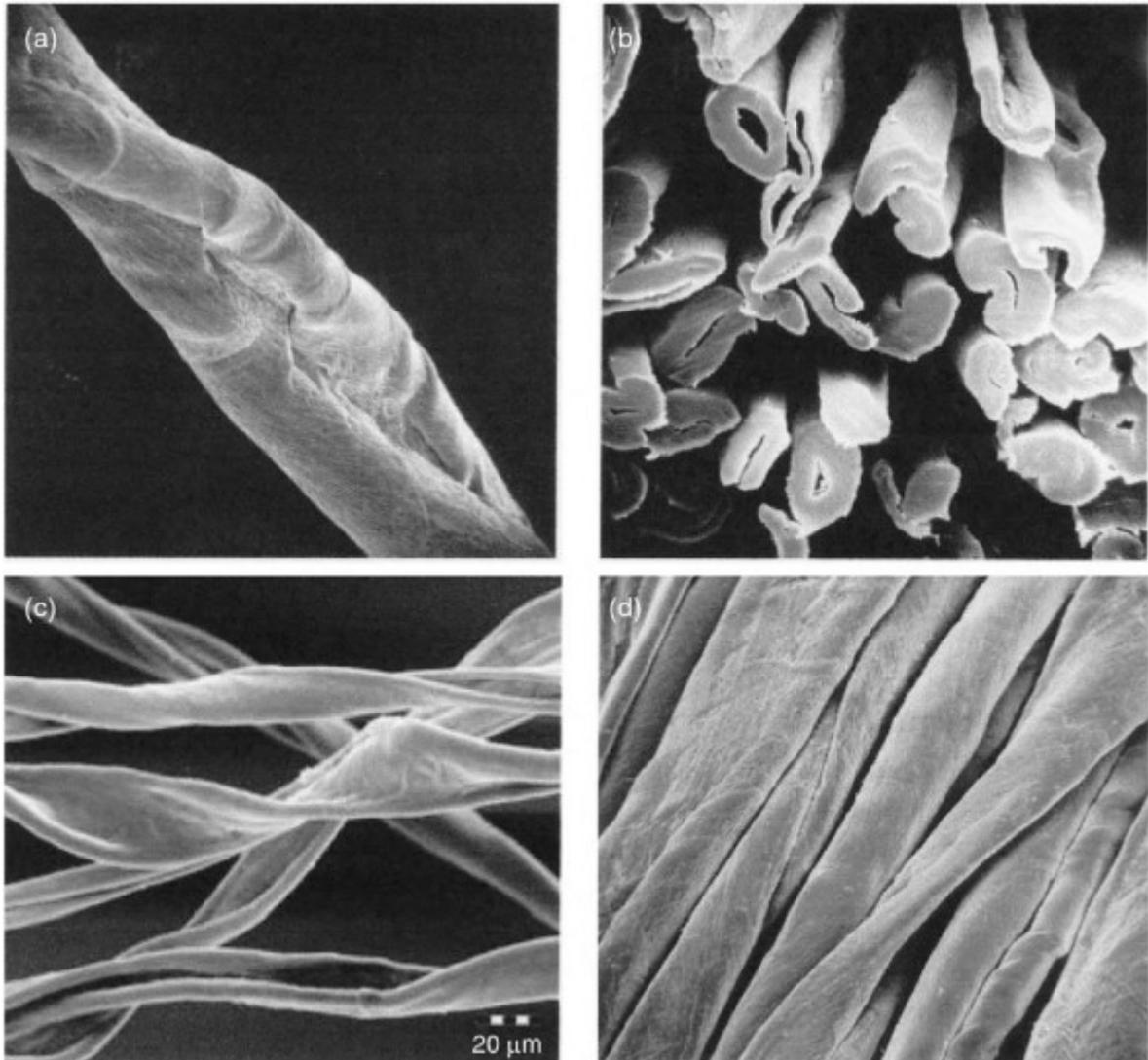
Fonte: Adaptado de Elmogahzy e Farag, (2018).

A cutícula é uma camada fina, mais externa, constituída por materiais não celulósicos, como a cera, sendo responsável pela propriedade hidrofóbica do algodão,

conferindo uma característica de proteção à fibra. Na camada imediatamente abaixo da cutícula, se encontra a parede celular primária, com uma espessura cerca de 0,1  $\mu\text{m}$  e contendo fibrilas de celulose em sua composição. Na sequência, encontra-se a parede celular secundária, com espessura de aproximadamente 0,4  $\mu\text{m}$ , composta pela maior parte de material celulósico, representado por fibrilas de celulose. Vale ressaltar que as fibrilas apresentam características que conferem propriedades como resistência mecânica e alta cristalinidade às fibras. Por fim, na camada tubular mais interna da fibra de algodão, está o lúmen, onde são encontrados outros materiais não celulósicos como açúcar, proteínas, sais minerais e corantes responsáveis pela coloração natural de branco. É importante mencionar que somente em fibras de algodão maduras é possível observar o lúmen (HARZALLAH; DRE, 2011; SILVA, A. A. G. P. Da, 2019; WAKELYN, 2006).

A estrutura fibrilar das fibras de algodão apresenta convoluções que variam entre 4 a 6  $\mu\text{m}$  por milímetro, cuja reversibilidade ocorre em cada milímetro ou ao longo do eixo da fibra, conforme observado na Figura 5. Algumas propriedades físicas do algodão estão apresentadas na Tabela 2 (HANCOX, 1995; SEGAL; WAKELYN, 2012; WAKELYN, 2006).

Figura 5 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fibra de algodão. (a) seção longitudinal de uma fibra com convolução (torção); (b) seção transversal; (c) seção longitudinal de uma fibra imatura e (d) superfície da fibra de algodão



Fonte: Adaptado de Segal e Wakelyn (2012).

Tabela 2 – Propriedades da fibra de algodão

<b>Propriedade</b>	<b>Descrição</b>
Densidade	1,50-1,54 g/cm <sup>3</sup>
Tenacidade	20-36 cN/Tex - seco 26-40 cN/Tex - úmido
Módulo de elasticidade	5,0-9,0 GPa - seco n.d. GPa - úmido
Alongamento	7-10 % - seco 12-14 % - úmido
<i>Regain</i>	7-8 %
Resistência à tração	20-36 cN/Tex - seco 25-40 cN/Tex - úmido
Cristalinidade	74 %

Fonte: Jiang *et al.* (2020); Mendes; Prates; Evtuguin (2021).

### 2.3 CELULOSE

A celulose é o polímero de ocorrência natural mais abundante no planeta, podendo ter origem bacteriana, animal e vegetal. Esta última tem como fonte celulósica plantas, colheitas, resíduos de colheitas e subprodutos pós-colheita (INAMUDDIN, 2016; UMESH *et al.*, 2022).

Por ser o componente estrutural mais importante nas paredes das células vegetais, a celulose tem a capacidade de lhes conferir resistência mecânica e estabilidade química (BAJPAI, 2022; JIMAT; AVICEENA, 2019). As características atrativas da celulose em uma diversidade de aplicações se destacam, principalmente, por sua estabilidade química, facilidade de processamento, boa flexibilidade, elevada resistência mecânica e biodegradabilidade (BAI *et al.*, 2021; WANG, G. *et al.*, 2021; ZHANG, X. *et al.*, 2021; ZHAO *et al.*, 2021).

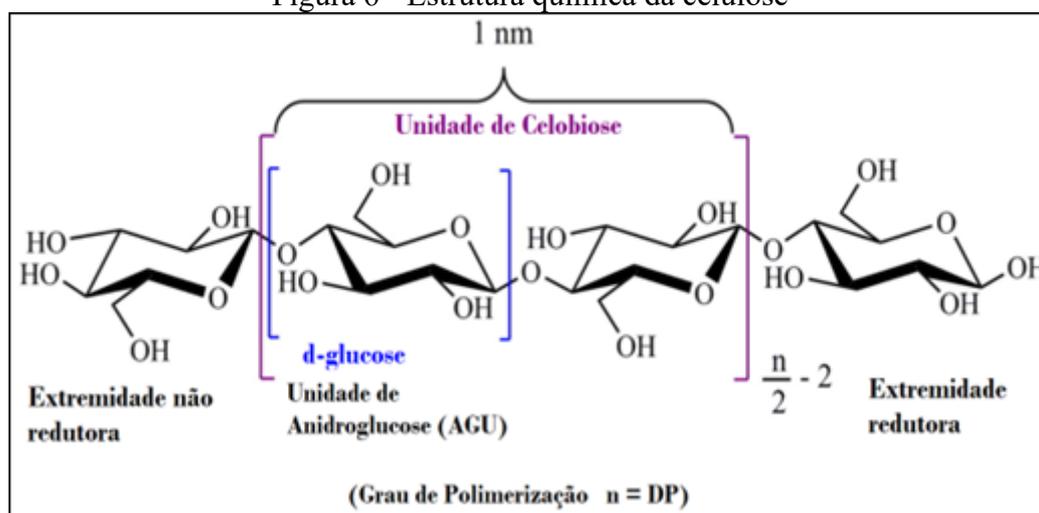
A celulose e seus derivados têm sido muito utilizados na produção de materiais funcionais, com aplicação em diversos segmentos industriais que incluem tratamento de água, embalagem de alimentos, papel, têxtil, farmacêutica, biomedicina, dentre outros (CHEN, X. *et*

*al.*, 2021; LIU, Yaowen *et al.*, 2021; LONG *et al.*, 2021; MORAES *et al.*, 2021; SALLEH *et al.*, 2021; YAN *et al.*, 2020).

Este polímero possui uma região solúvel em meio aquoso (hidrofílica ou polar) e uma região insolúvel em água, contudo solúvel em solventes orgânicos (hidrofóbica ou não polar), dando à celulose uma propriedade anfifílica (LI, Y. Y. *et al.*, 2018). Os solventes anfifílicos facilitam a solubilidade da celulose, em função de suas características de polaridade serem semelhantes, cujas propriedades enfraquecem as interações hidrofílicas e anfifílicas, contribuindo na solubilização da celulose (DUARTE, 2014).

Quimicamente, a celulose é um polímero linear constituído por unidades de glicose (VERMA *et al.*, 2019) unidas por ligações glicosídicas do tipo  $\beta$ -1,4, sendo considerada um 1,4- $\beta$ -D-glucano de alto grau de polimerização (THOMAS, S.; PAUL, S. A.; POTHAN, L. A.; DEEPA, 2011). Na Figura 6 pode ser observada a estrutura química da celulose.

Figura 6 - Estrutura química da celulose



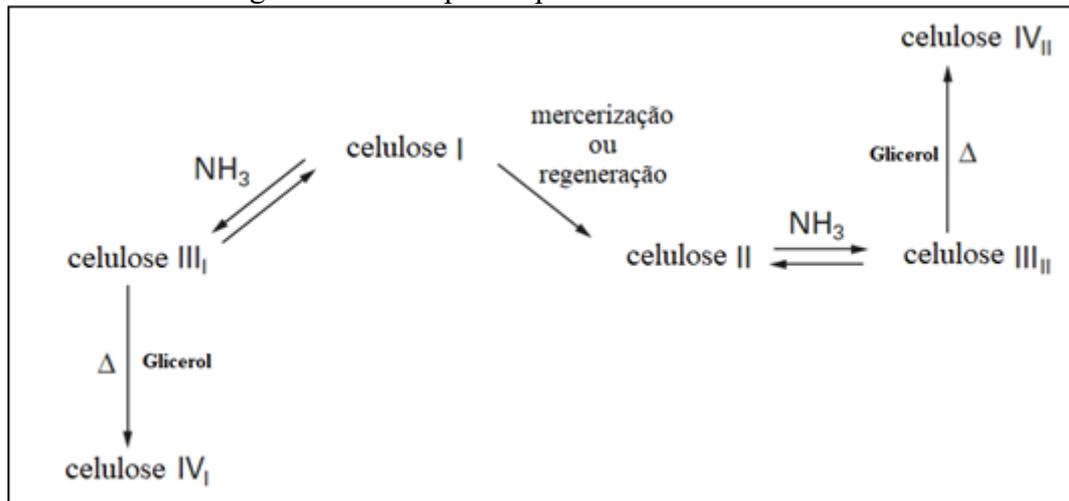
Fonte: Adaptado de Coseri (2017).

As interações hidrofóbicas desse polímero possibilitam a constituição de múltiplas ligações de hidrogênio intramoleculares (entre unidades de glicose da mesma molécula) e intermoleculares (entre unidades de glicose de moléculas adjacentes) (CHEN, R. *et al.*, 2017). Essa interação favorece a formação de uma estrutura altamente cristalina da celulose, levando à estabilidade termoquímica de suas moléculas, resultando em sua propriedade de baixa solubilidade em água e em diversos solventes orgânicos comuns (HUANG *et al.*, 2018).

A celulose apresenta polimorfismo decorrente da variação da posição do grupo hidroximetila e consequente variação na orientação e empacotamento dos domínios

cristalinos. Esses polímeros são denominados celulose I, celulose II, celulose III e celulose IV (LEE, C. M. *et al.*, 2013). A Figura 7 apresenta o esquema do polimorfismo da celulose.

Figura 7 – As etapas do polimorfismo da celulose



Fonte: Adaptado de Jordão (2020).

A celulose I é também chamada de celulose nativa, porque é a forma cristalina encontrada na natureza, presente nas paredes celulares de plantas superiores, em algas, bactérias e outros organismos. É caracterizada por ter o maior grau de cristalinidade dentre os polímeros. A celulose nativa possui uma estrutura metaestável, em termos termodinâmicos, podendo ser convertida em celulose II e celulose III a depender do processo utilizado (BAGHAEI; SKRIFVARS, 2020; LEE, C. M. *et al.*, 2013; MUDDASAR *et al.*, 2022; PETER, 2021).

A estrutura cristalina da celulose II é formada por processos de regeneração ou mercerização da celulose I. A regeneração acontece por meio da solubilização e recristalização, enquanto que a mercerização, utiliza tratamentos com hidróxido de sódio aquoso. Este polímero apresenta boas propriedades de estabilidade termodinâmica, não podendo ser convertida em celulose I. A celulose II tem sido amplamente aplicada na produção de filmes transparentes (celofane) e de fibras têxteis artificiais, como a Viscose e o Liocel (MATHER; WARDMAN, 2011; OLIVEIRA, 2017).

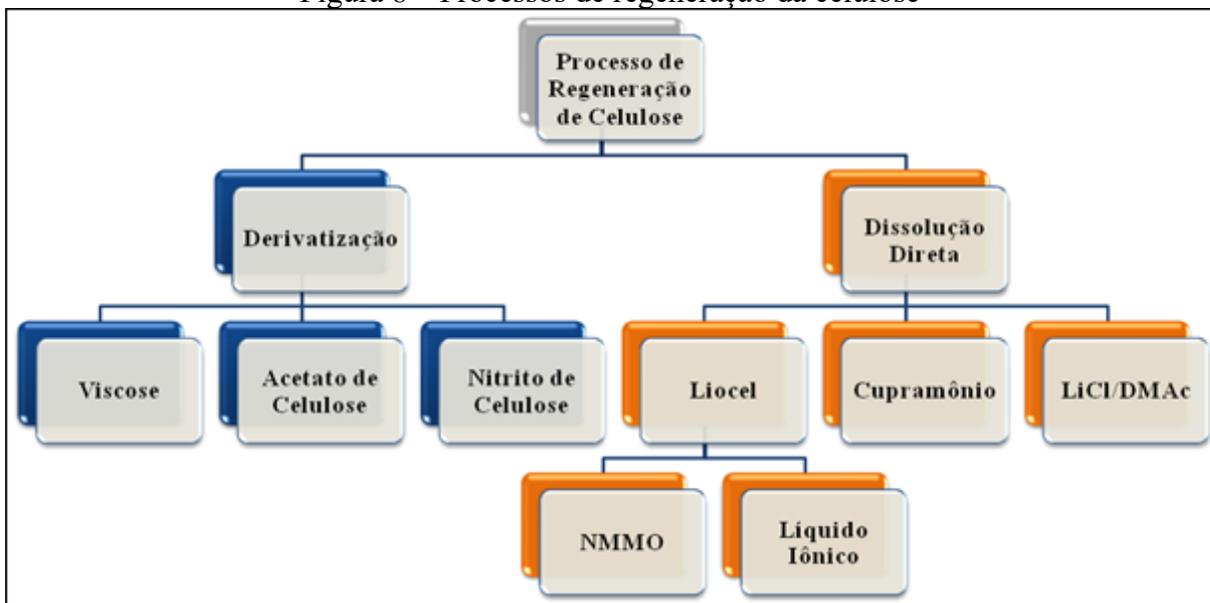
A estrutura cristalina da celulose III é formada a partir de processo reversível, utilizando tratamentos com amônia líquida. Assim, a celulose I é convertida em celulose III<sub>I</sub> e a celulose II é convertida em celulose III<sub>II</sub>. Enquanto que a celulose IV<sub>I</sub> e celulose IV<sub>II</sub> são produzidas a partir do tratamento térmico da celulose III<sub>I</sub> e celulose III<sub>II</sub>, respectivamente, na

presença de glicerol. Vale ressaltar que as características da estrutura da celulose IV<sub>1</sub> e celulose IV<sub>2</sub> se assemelham a seus polimorfos originais, celulose I e celulose II, respectivamente (BAGHAEI; SKRIFVARS, 2020; MATHER; WARDMAN, 2011; MOON *et al.*, 2011; NAGARAJAN *et al.*, 2017; OLIVEIRA, 2017; PETER, 2021; POLETTO; PISTOR; J., 2013).

## 2.4 PROCESSOS DE OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CELULOSE REGENERADA

A produção de fibras de celulose regenerada é realizada a partir de duas tecnologias industriais muito difundidas: a derivatização e a dissolução direta. A derivatização requer a transformação da celulose antes do processo de dissolução, enquanto que a dissolução direta envolve a dissolução da celulose, diretamente, em um solvente (HAURU *et al.*, 2014; LIEBERT, 2010). Na Figura 8 estão apresentados os principais processos de regeneração da celulose.

Figura 8 – Processos de regeneração da celulose



Fonte: Adaptado de Sayyed, Deshmukh e Pinjari (2019).

Os processos industriais de regeneração da celulose têm como matérias-primas a celulose extraída da polpa de madeira, do línter de algodão ou de caules e folhas de bambu. O material celulósico natural é dissolvido em solvente orgânico, para posterior processo de regeneração. A solução é extrudada em feiras produzindo filamentos contínuos, os quais

podem ser cortados em filamentos curtos. Embora as fibras de celulose regenerada apresentem menor cristalinidade, elas se destacam por apresentarem mais brilho e serem mais hidrofílicas que o algodão. No geral, as suas propriedades físico-químicas são muito semelhantes às fibras naturais, tais como algodão, linho e cânhamo, por exemplo (HAJLANE; JOFFE; KADDAMI, 2018; IMMICH *et al.*, 2022; MAHLTIG, 2018; SAYYED; DESHMUKH; PINJARI, 2019; SHARMA, A. *et al.*, 2019).

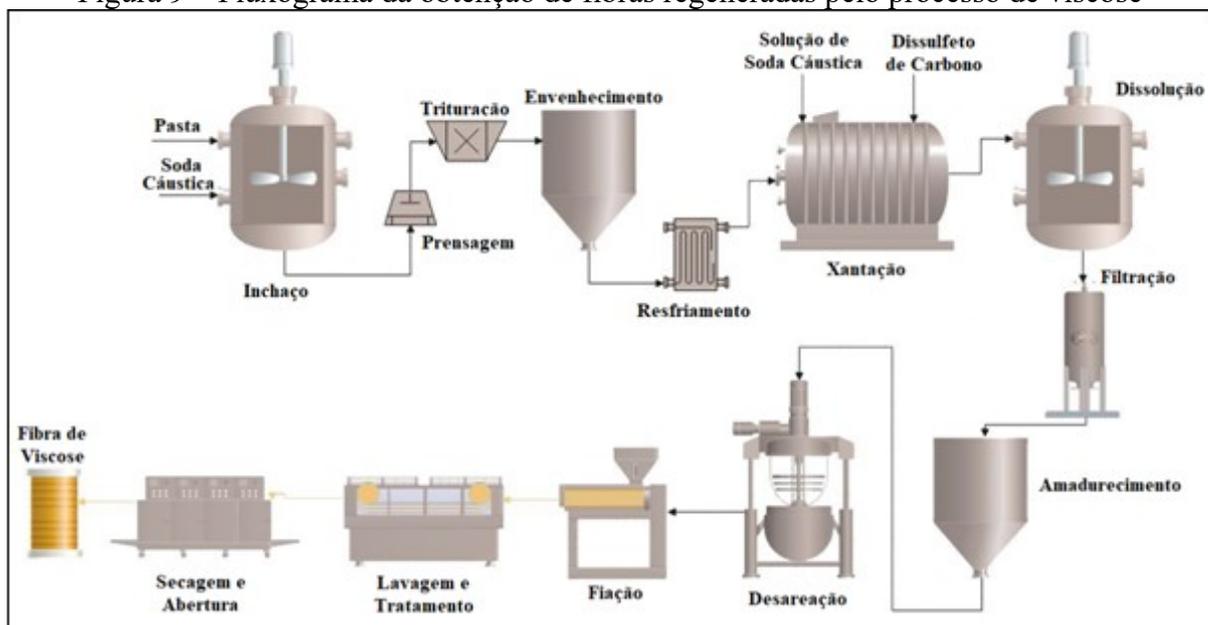
Dentre os processos de regeneração, destacam-se o processo Viscose e o processo Liocel, os quais serão detalhados nos itens a seguir. Por ser objeto desta pesquisa, será também abordado o processo com líquidos iônicos.

#### **2.4.1 Processo Viscose**

A tecnologia de viscose foi desenvolvida pelos químicos britânicos Charles Croos, Edward Bevan e Clayton Beadle no final do século XIX e patenteada por Samuel Courtauld & Co. Ltda, quando as fibras de viscose passaram a ser comercializadas, utilizando o método de fiação a úmido (CHEN, J., 2015; IMMICH *et al.*, 2022).

A fibra de viscose é resultante do tratamento químico da celulose que ocorre por meio de um processo que envolve soda cáustica e dissulfeto de carbono. O fluxograma representando o processo convencional de produção de fibras de viscose ocorre em diversas etapas, conforme apresentado na Figura 9.

Figura 9 – Fluxograma da obtenção de fibras regeneradas pelo processo de viscose



Fonte: Adaptado de Knihš *et al.* (2022).

A polpa de celulose é dissolvida em uma base alcalina de hidróxido de sódio, provocando a mercerização da celulose, que consiste no inchamento irreversível das regiões amorfas da celulose que resulta na formação da celulose alcalina. Nesta etapa, a estrutura cristalina da celulose é alterada, ocorrendo a conversão da celulose I em celulose II, com atuação de NaOH na morfologia da parede primária da celulose (JEDVERT; HEINZE, 2017a; SAYYED; DESHMUKH; PINJARI, 2019; SHARMA, A. *et al.*, 2019).

Em seguida, a solução é aquecida a fim de que o grau de polimerização da celulose alcalina e, conseqüentemente, a sua viscosidade sejam reduzidas. Com a viscosidade reduzida, ocorre o tratamento da celulose alcalina com dissulfeto de carbono, para a formação do xantato de celulose de sódio. Nesta etapa, o xantato de celulose é dissolvido em hidróxido de sódio aquoso para a formação de um líquido viscoso chamado viscose, passando por um processo de fiação a úmido. A solução é, então, extrudada em feiras (*spinnerets*) e solidificadas em fibras, em um banho de coagulação contendo ácido sulfúrico, sulfato de zinco e sulfato de sódio. Após a reação do xantato de celulose com a solução ácida, ocorre a sua neutralização em celulose e a fibra é, então, lavada e seca. Vale ressaltar que a celulose sofre o processo de recristalização tanto na etapa de fiação quanto na de coagulação (ARAGÃO; SANCHES, 2015; JEDVERT; HEINZE, 2017b; SHARMA, A. *et al.*, 2019).

As fibras de viscose apresentam propriedades de grande interesse comercial como toque suave, confortável e frio. Na Tabela 3 estão apresentadas as principais propriedades da fibra de viscose.

Tabela 3 – Propriedades físicas da fibra viscose

<b>Propriedade</b>	<b>Descrição</b>
Densidade	1,52-1,54 g/cm <sup>3</sup>
Tenacidade	20-24 cN/Tex - seco 10-15 cN/Tex - úmido
Módulo de elasticidade	3,0-5,0 GPa - seco 0,6-1,0 GPa - úmido
Alongamento	17-25 % - seco 21-23 % - úmido
<i>Regain</i>	12-14 %
Resistência à tração	22-26 cN/Tex - seco 10-15 cN/Tex - úmido
Cristalinidade	39%

Fonte : Immich *et al.* (2022); Jiang *et al.* (2020); Mendes; Prates; Evtuguin (2021); Tu *et al.* (2022).

O processo de viscose gera subprodutos indesejáveis como carbonato de sódio, tritio carbonato de sódio e sulfeto de sódio, os quais consomem ácido sulfúrico tanto no processo de coagulação quanto na regeneração da celulose obtida. Além disso, o dissulfeto de carbono é altamente tóxico e inflamável, contribuindo de forma negativa para a sustentabilidade ambiental do processo, tendo em vista o elevado custo de produção, seja no consumo de produtos químicos, seja no tratamento de efluentes líquidos e gasosos gerados, com grande carga poluidora (GONDHALEKAR *et al.*, 2019).

Diante disso, a busca por processos mais sustentáveis impulsionou o desenvolvimento de tecnologias para obtenção de celulose regenerada, dentre os quais o processo Liocel, com a utilização do solvente N-metilmorfolina-N-óxido (NMMO).

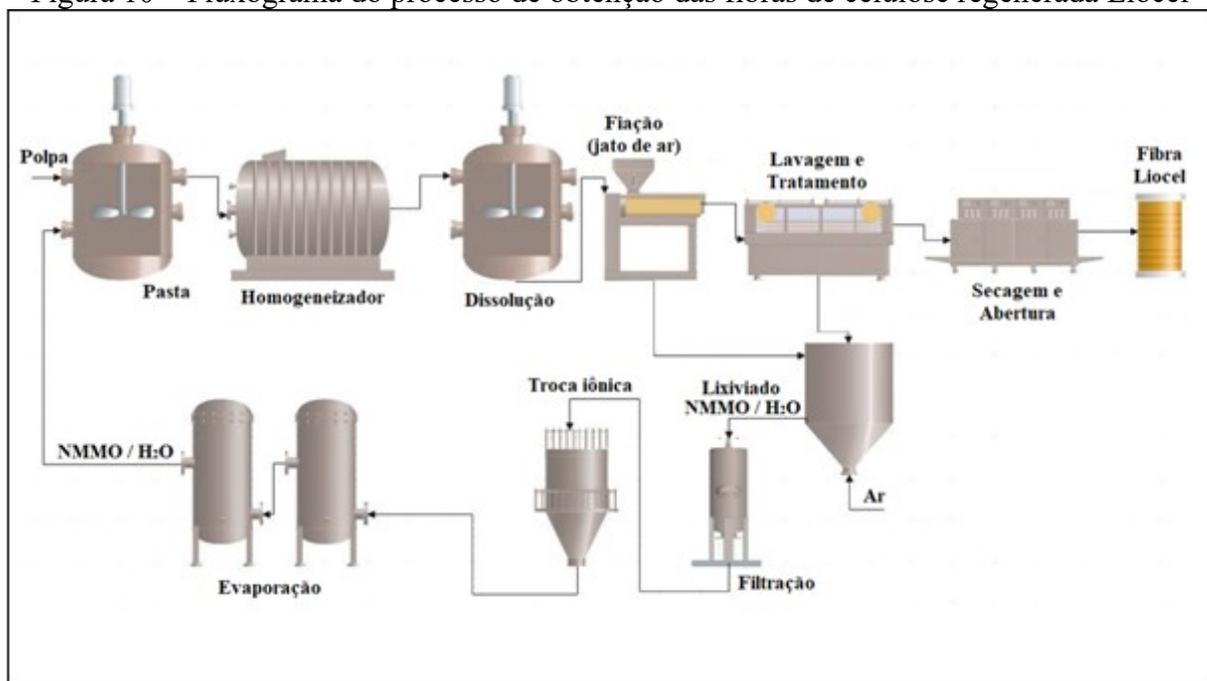
### 2.4.2 Processo Liocel/NMMO

A tecnologia Liocel utilizada na produção de fibras de celulose regenerada iniciou com o desenvolvimento do solvente orgânico N-metilmorfolina-N-óxido (NMMO) pela Eastman Kodak Inc, sendo patenteada pela Akzo Nobel para substituir o dissulfeto de carbono e eliminar os subprodutos tóxicos que eram gerados no processo viscose. Com isso, em 1982 a primeira celulose regenerada foi produzida, utilizando o NMMO como solvente. Cerca de 20 anos depois, foi estabelecida a celulose regenerada, processada com o solvente NMMO, chamada Liocel (MATHER; WARDMAN, 2011; ZHANG, S. *et al.*, 2018).

O processo produtivo das fibras de celulose regenerada Liocel consiste, principalmente, em cinco etapas: dissolução, regeneração por fiação, lavagem, acabamento e secagem (MATHER; WARDMAN, 2011). O processo inicia com a dissolução da celulose em um sistema aquoso de NMMO, para a formação da solução de Liocel de alta viscosidade, a qual é filtrada para a remoção dos componentes grosseiros. A solução viscosa é, então, extrudada em fieira, no processo denominado fiação a úmido com jato seco. Em seguida, no banho de coagulação ocorre a regeneração em forma de filamento. As fibras de Liocel resultantes deste processo são lavadas para a remoção do solvente residual e passam, posteriormente, por processos de acabamento e secagem. O efluente de NMMO gerado é recuperado e reciclado, tornando, assim, um processo de regeneração de celulose ambientalmente adequado (ARAGÃO; SANCHES, 2015; SAYYED; DESHMUKH; PINJARI, 2019; SAYYED *et al.*, 2019).

Vale ressaltar que a fibra Liocel tornou-se a nova geração de fibras de celulose regenerada, tendo em vista seu potencial econômico e com o atendimento às exigências ambientais (ZHANG, S. *et al.*, 2018). O fluxograma do processo da produção de fibras de celulose regenerada Liocel está apresentado na Figura 10.

Figura 10 – Fluxograma do processo de obtenção das fibras de celulose regenerada Liocel



Fonte: Adaptado de Knihš *et al.* (2022).

A dissolúção direta da celulose no solvente NMMO inclui o inchamento da celulose com dissolúção de forma gradativa, formando novas ligações de hidrogênio entre o solvente e a celulose, em substituição às ligações de hidrogênio intra e intermoleculares (SAYYED *et al.*, 2020b; ZHANG, S. *et al.*, 2018).

O processo Liocel para a produçã de fibras de celulose regenerada atribui a essas novas fibras propriedades de grande importãncia tãcnica como elevada resistãncia mecãnica e excelente tenacidade no estado úmido. Outras propriedades de importãncia comercial são identificadas nas fibras Liocel, tais como boa adaptabilidade com outras fibras, absorçã de umidade, respirabilidade, brilho e estabilidade de forma, proporcionando condições satisfatõrias na utilizaçã em produtos para o lar, roupas de cama, vestuãrios, produtos industriais e produtos da área mãdica (YANG, G. *et al.*, 2021; ZHANG, S. *et al.*, 2018). Na Tabela 4 estão apresentadas as propriedades da fibra de Liocel.

Tabela 4 – Propriedades da fibra de celulose regenerada Liocel

<b>Propriedade</b>	<b>Descrição</b>
Densidade	1,50 g/cm <sup>3</sup>
Tenacidade	35-42 cN/Tex - seco 26-38 cN/Tex - úmido
Módulo de elasticidade	8-10 GPa - seco 3-4,5 GPa - úmido
Alongamento	10-17 % - seco 17-19 % - úmido
<i>Regain</i>	10-13 %
Resistência à tração	38-42 cN/Tex - seco 34-38 cN/Tex - úmido
Cristalinidade	62 %

Fonte: Jiang *et al.* (2020); Mendes; Prates; Evtuguin (2021); Tu *et al.* (2022).

Com a utilização da tecnologia de dissolução direta do processo Liocel, subprodutos com impactos ambientais relevantes são evitados, colocando este processo, então, em uma categoria de processo sustentável de regeneração de celulose. Além de não gerar subprodutos, o processo não utiliza produtos químicos tóxicos e cerca de 99% do solvente utilizado na dissolução, o NMMO, pode ser recuperado e reciclado (ZHANG, S. *et al.*, 2018).

Por outro lado, o processo Liocel apresenta também algumas desvantagens, dentre as quais destaca-se a instabilidade térmica, tendo em vista que temperaturas muito baixas ( $\leq 50$  °C), levariam a partículas não dissolvidas, enquanto que em temperaturas muito altas ( $> 105$  °C), podem levar à degradação do material formado, resultando em uma baixa viscosidade. Além disso, este processo de dissolução requer a formação de uma solução de fiação homogênea, sendo necessário incluir uma etapa de pré-tratamento da polpa de celulose para auxiliar na sua melhor dissolução. Este melhoramento demonstra viabilidade técnica, porém baixa viabilidade econômica. A fibrilação formada nas fibras Liocel desgastadas em condições úmidas, também tem sido motivo de busca por melhorias neste processo, pois a fibrilação altera a capacidade de lavabilidade do produto têxtil, bem como o controle da uniformidade de absorção de cor, no processo de tingimento (SAYYED *et al.*, 2020b, 2020a; YANG, G. *et al.*, 2021).

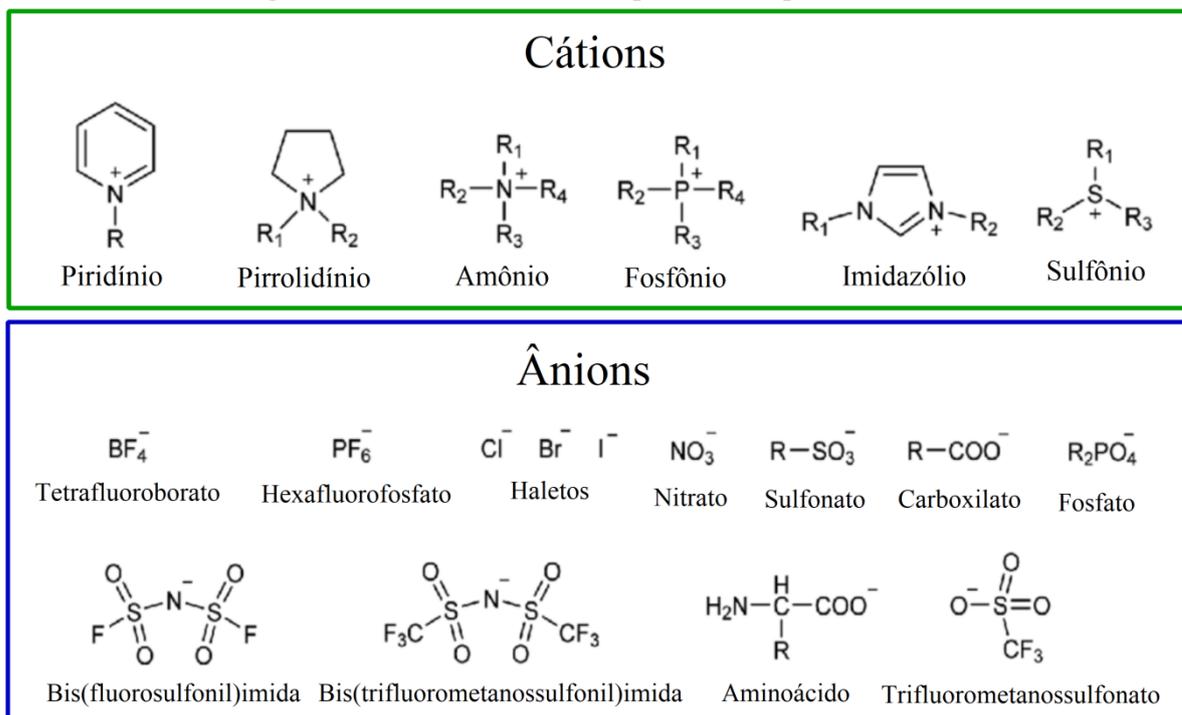
É importante salientar que os processos de obtenção de fibras regeneradas ainda estão em constante evolução, seja na substituição dos sistemas convencionais, que envolvem produtos químicos altamente agressivos ao meio ambiente, seja na otimização de sistemas alternativos, com grandes progressos no eixo da sustentabilidade ambiental (MAI; KOO, 2016). As limitações encontradas tanto no processo Viscose quanto no processo Liocel têm levado pesquisadores a buscar sistemas eficientes de solubilização deste polímero e que sejam menos agressivos ao meio ambiente, como os líquidos iônicos (GHASEMI; TSIANOU; ALEXANDRIDIS, 2017).

### 2.4.3 Processo com líquidos iônicos

Em uma definição clássica, os líquidos iônicos são sais orgânicos, constituídos apenas por íons (cátions orgânicos e ânions inorgânicos), com propriedades de baixa pressão de vapor, alta estabilidade química e térmica, pontos de fusão abaixo de 100 °C, contribuindo para a sua natureza líquida em uma ampla faixa de temperatura, inclusive a temperatura ambiente. Os LI's têm sido apontados como alternativa de solventes sustentáveis para a dissolução e regeneração da celulose, em função de suas características que incluem baixa toxicidade e alto potencial de recuperação, evitando, assim, a liberação de efeitos adversos ao meio ambiente (GRØSSEREID *et al.*, 2019; RIELAND; LOVE, 2020; VEKARIYA, 2017).

Acharya e colaboradores (2017), também identificaram nos LI's propriedades consideradas de grande relevância para uma dissolução eficiente da celulose tais como termoestabilidade e não inflamabilidade, resultando em materiais de excelentes propriedades mecânicas. A estrutura iônica dos líquidos iônicos é uma combinação entre um cátion assimétrico volumoso e um ânion fracamente coordenado. Desta forma, as diferentes combinações de cátions e ânions possibilitam que os LI's apresentem as propriedades físico-químicas necessárias para determinada aplicação (CUMPLIDO *et al.*, 2020; FRANZOI *et al.*, 2011). A Figura 11 mostra os cátions e ânions comuns para formação de líquidos iônicos.

Figura 11 – Cátions e ânions típicos em líquidos iônicos



Fonte: Adaptado de Cruz e Ciach (2021).

Diante dessas inúmeras combinações estruturais, os líquidos iônicos têm se apresentado como “materiais funcionais ajustáveis para uma variedade de aplicações”, permitindo que um único sal seja composto por seleções adequadas de íons ou misturas de íons, a fim de obter propriedades físico-químicas desejadas, que incluem solubilidade, densidade, estabilidade térmica, viscosidade e ponto de fusão abaixo de 100 °C. Na composição de um líquido iônico, aos ânions é atribuído o potencial de miscibilidade, enquanto que os cátions influenciam na viscosidade do solvente (FLIEGER; FLIEGER, 2020; FRANZOI *et al.*, 2011; SMIGLAK; METLEN; ROGERS, 2007).

A pesquisa acerca do processo de obtenção de filamentos utilizando líquidos iônicos tem avançado nos últimos anos e os líquidos iônicos imidazólicos estão entre os solventes mais estudados, tendo em vista sua relevância tecnológica e sua aplicabilidade em escala industrial, permitindo a entrada desses solventes no sistema REACH - Registro, Avaliação, Autorização de Produtos Químicos (MARKIEWICZ *et al.*, 2013).

Nos últimos anos, as pesquisas e aplicações dos LI's aumentaram exponencialmente, cujo interesse está baseado nos princípios da Química Verde, os quais têm buscado por processos químicos ambientalmente adequados, a fim de substituir os solventes moleculares,

que são, geralmente, mais voláteis e nocivos. As aplicações dos LI's incluem processos extrativos, reagentes ou catalisadores em reações orgânicas e como substitutos promissores para solventes orgânicos comuns na dissolução de celulose para a produção de fibras de celulose regenerada (FRANZOI *et al.*, 2011; SADJADI, 2021; VASCONCELOS; PIZZUTI, 2012).

As vantagens na utilização dos líquidos iônicos na dissolução da celulose incluem facilitar o processamento e o isolamento dos compostos de difícil de dissolução, tendo em vista as propriedades de elevada densidade e baixa pressão de vapor dos LI's (BODACHIVSKYI *et al.*, 2020; FRANZOI *et al.*, 2011).

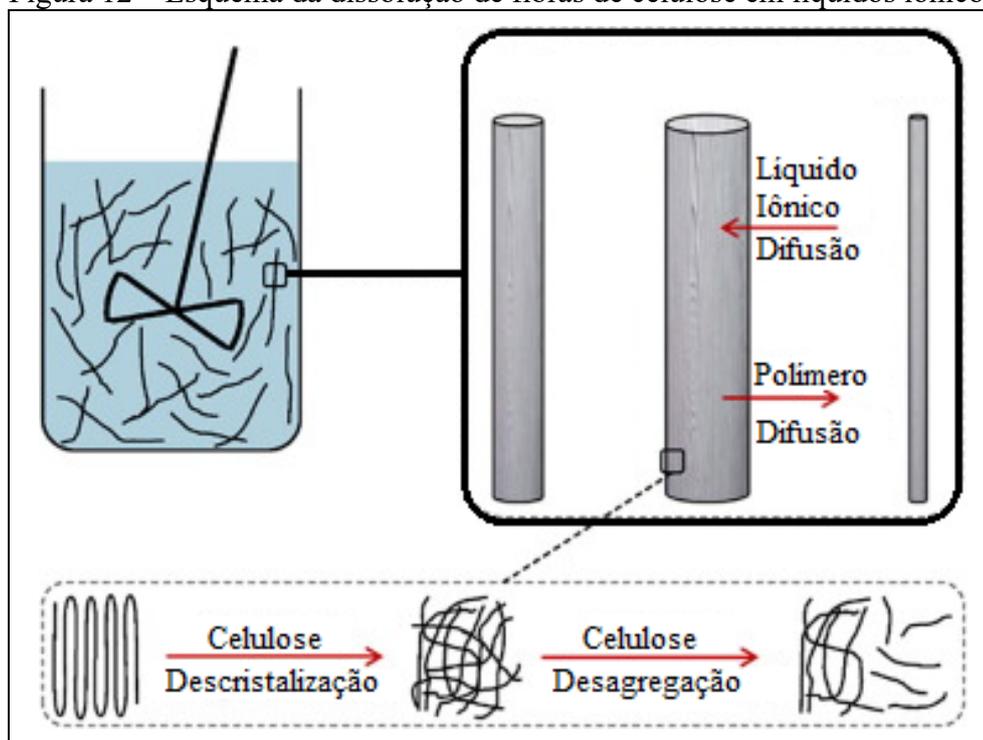
#### 2.4.3.1 Dissolução da celulose com líquidos iônicos

Como já mencionado em seções anteriores, as múltiplas ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila resultam uma estrutura tridimensional rígida e, a qual é responsável pela característica de insolubilidade da celulose na maioria dos solventes orgânicos. Assim como o elevado grau de cristalinidade que dificulta a reatividade química e a sua capacidade de absorção de solventes (JIANG *et al.*, 2020; PINKERT, 2011; SINGH *et al.*, 2015).

A organização estrutural da celulose e sua natureza anfifílica interferem diretamente na solubilidade da celulose. A dissolução da celulose visa, portanto, gerar instabilidade nessa estrutura, com a introdução do solvente no polímero, até que a celulose esteja dispersa na solução (GHASEMI; TSIANOU; ALEXANDRIDIS, 2017; LINDMAN; KARLSTRÖM; STIGSSON, 2010; MEDRONHO; LINDMAN, 2015).

A busca por solventes anfifílicos, capazes de facilitar a dissolução da celulose (Figura 12), impulsionou os estudos da dissolução da celulose em líquidos iônicos, que tiveram como precursor Richard P. Swatloski e colaboradores ainda em 2002 (BAHADUR *et al.*, 2019; SWATLOSKI *et al.*, 2002).

Figura 12 – Esquema da dissolução de fibras de celulose em líquidos iônicos



Fonte: Adaptado de Ghasemi, Tsianou e Alexandridis (2017).

Dentre os trabalhos desenvolvidos desde então, os líquidos iônicos imidazólicos têm recebido destaque em função da alta capacidade de dissolução desses sais orgânicos, cujo caráter hidrofílico facilita o rompimento e a quebra das cadeias intermoleculares de hidrogênio da celulose, enfraquecendo suas interações hidrofóbicas e permitindo a produção de novos materiais com excelentes propriedades mecânicas (PAIVA *et al.*, 2019; ZHU, S. *et al.*, 2006). O mecanismo de dissolução da celulose com líquidos iônicos imidazólicos ocorre a partir de fortes ligações de hidrogênio ( $\beta$ ) que os seus ânions podem formar com os átomos de hidrogênio da hidroxila da celulose, enquanto os cátions imidazólicos podem estabelecer ligações de hidrogênio mais fracas ( $\alpha$ ) com os átomos de oxigênio da hidroxila da celulose, resultando no rompimento da rede de ligações de hidrogênio da celulose (ZHU, C. *et al.*, 2017).

A literatura mostra que o comportamento da dissolução está relacionado com a fonte de celulose, o teor de água, o tipo de líquido iônico e com as condições de dissolução, tais como o tempo e temperatura (LIANG *et al.*, 2021; QUEIRÓS *et al.*, 2020; ZHANG, J. *et al.*, 2017). No Quadro 1 podem ser observadas as condições de dissolução da celulose em líquidos iônicos à base de imidazólio, utilizadas em alguns estudos.

Quadro 1 – Condições de dissolução de celulose em LI's imidazólicos

Solvente	Tempo	Temperatura	Matéria-prima	Referência
Cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio (BMIMCl)	40h	70 °C	5% de $\alpha$ celulose (palha)	Chen, H.-Z.; Wang; Liu, (2012)
	12h	90 °C		
	6h	130 °C		
Sistema Lactato de 1-etilimidazólio (Heim)CH <sub>3</sub> CH(OH)COO <sup>-</sup>	40 min	40 °C	5% de celulose	Meenatchi; Renuga; Manikanda (2017)
	32 min	60 °C		
	20 min	80 °C		
Acetato de 1-benzil-3-metilimidazólio (BnzC <sub>1</sub> im Ac)	4h	90 °C	5% de algodão cardado	Dissanayake <i>et al.</i> (2018)
Cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio EMIMCl	12h	100 °C	~50 $\mu$ m de MCC (avicel)	Babicka <i>et al.</i> (2020)
Sistemas DMSO + (Mmim) DMP; DMSO + (Emim) DMP e DMSO + (Emim) DMP	24h	80 °C	11% de celulose	Zhang, L. <i>et al.</i> (2021)
	72h	120 °C		
Sistema SA / BMIMCl	30 min	50 °C	1% de MCC	Meng; Pang; Dong (2017)
Fenolato (C <sub>2</sub> mim) (OPh) + DMF	3h	20 °C – 100 °C	21% a 40% de MCC	Lethesh <i>et al.</i> (2020)
Acetato de 1-etil-3-metilimidazólio EMIMAc	17h	110 °C	1% de celulose (líter de algodão)	Ebner <i>et al.</i> (2014)
Sistema terciário 1-etil-3-metilimidazólio (EHEMIM) - Acetato de 1-etil-3-metilimidazólio EMIMAc - água	3h	80 °C	14 % de celulose	Hinner <i>et al.</i> (2019)

Dentre as condições de dissolução apresentada no Quadro 1, destacam-se os resultados dos trabalhos que utilizaram o cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio (BMIMCl), o cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMCl) e o acetato de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMAc), os quais têm apresentado potencial na dissolução de celulose, com algumas alterações de suas características iniciais, porém mantendo propriedades relevantes para a produção de filamentos.

Foi observado em estudos de Chen, H.-Z., Wang e Liu (2012) que na dissolução completa de celulose em cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio, o aumento da temperatura intensifica os efeitos de degradação da celulose, pois o grau de polimerização diminuiu de 556 DP para 260 DP, em uma variação de temperatura de 70 °C para 130 °C. No entanto, os

autores salientaram que o aumento de temperatura reduz o tempo de dissolução, chegando a uma diferença de 34 horas a menos no processo total. Além disso, foi relatado por Ebner e colaboradores (2014) que a dissolução de celulose em EMIMAc apresentou resultados significativos à temperatura constante de 110 °C, embora se tenha observado uma redução de peso molecular de 230.000 g/mol para menos de 80.000 g/mol, ao completar 17 horas de dissolução. Já no estudo de Babicka e colaboradores (2020), foi observada a preservação da estrutura da celulose básica I após dissolução completa de celulose microcristalina (MCC) em EMIMCl, à temperatura de 100 °C. Após 12 horas de dissolução, o índice de cristalinidade foi menor quando comparado à MCC inicial, passando de 61% para 47%, indicando, assim, uma discreta decomposição da celulose microcristalina.

Nas pesquisas de Li, X. e colaboradores (2014) e Vitz e colaboradores (2009), os autores relataram que o líquido iônico imidazólico BMIMCl apresenta maior potencial de degradação da celulose quando comparado ao EMIMCl. Enquanto que o EMIMAc dissolve a celulose em até 25% em peso, além de mostrar baixa toxicidade.

Quanto às propriedades físico-químicas dos líquidos iônicos à base de imidazólio, o BMIMCl e o EMIMCl são sólidos à temperatura ambiente, com ponto de fusão de 70 °C e entre 77 °C a 79 °C, respectivamente. Vale ressaltar que os LI's BMIMCl e EMIMCl devem ser, previamente, fundidos antes do processo de dissolução da celulose. Já o EMIMAc é líquido em temperatura ambiente, com ponto de fusão acima de 30 °C. Em termos de massa molar, o BMIMCl tem uma massa molar de 174,67 g/mol, enquanto que EMIMAc tem massa molar de 170,21 g/mol. Levando em consideração a relação direta entre massa molar e viscosidade, é possível inferir que ambos são mais viscosos quando comparados ao EMIMCl, que apresenta massa molar de 146,62 g/mol. No processo de dissolução da celulose, essas características são relevantes, tendo em vista que o aumento da viscosidade do líquido iônico dificulta o inchamento da celulose, influenciando diretamente na sua solubilização (EL SEOUD *et al.*, 2007; SIGMA-ALDRICH, 2021, 2022a, 2022b).

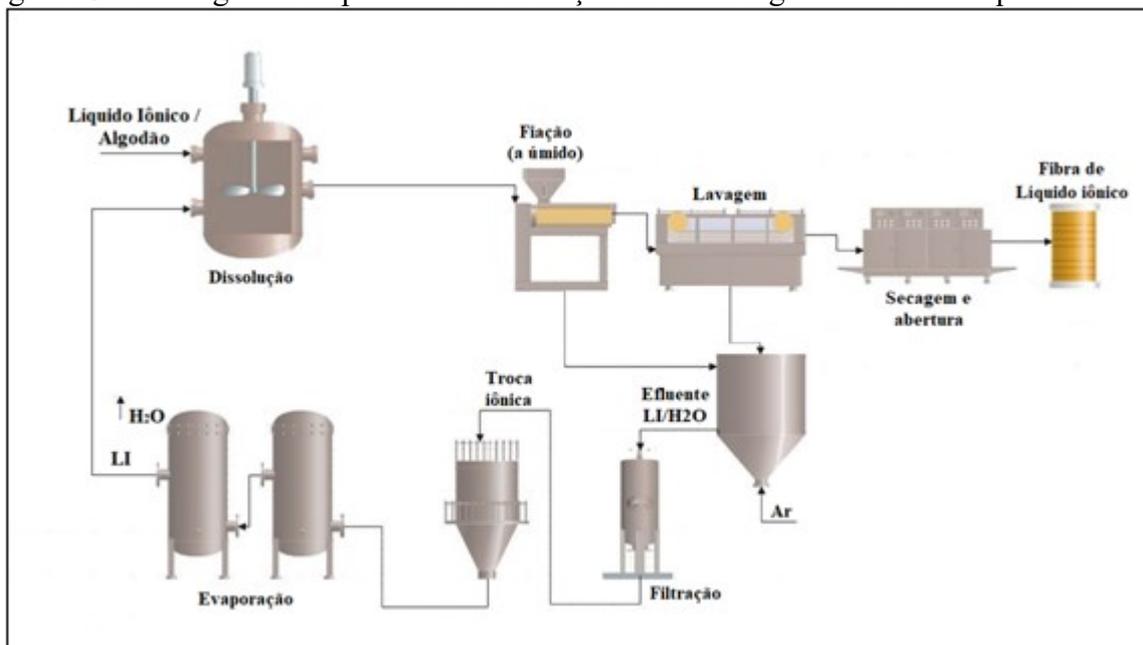
Vale ressaltar que o DMSO, solvente polar, aprótico e incolor, é muito utilizado como cossolvente para compostos orgânicos e polímeros pela sua elevada polaridade. Embora não possa dissolver a celulose, melhora a capacidade de solvatação dos líquidos iônicos, facilitando o transporte de massa por meio da diminuição da viscosidade do sistema (HAWKINS *et al.*, 2021).

Os cossolventes apróticos, como o DMSO, quando misturados ao líquido iônico, em condições específicas, alcançam as duas características essenciais para melhorar a dissolução da celulose, as quais são o aumento do valor de  $\beta$  (capacidade de aceitação das ligações de hidrogênio) dos LI's e a diminuição do valor de  $\alpha$  (capacidade de doação das ligações de hidrogênio) dos líquidos iônicos (MINNICK *et al.*, 2016).

#### 2.4.3.2 *Produção de filamentos de celulose regenerada com líquidos iônicos imidazólicos*

A partir da dissolução da celulose com a utilização de líquidos iônicos imidazólicos, novos produtos como filmes e filamentos podem ser obtidos. Para isso, a celulose precisa passar pelo processo de regeneração, que consiste em mecanismos que compreendem a reorganização da estrutura da celulose, levando em consideração a complexa interação entre as ligações intra e intermoleculares de hidrogênio, os efeitos da ionização e as interações hidrofóbicas da celulose (EL SEOUD *et al.*, 2019). A celulose I pode ser convertida em celulose II ou III (KLEMM *et al.*, 2005; MOON *et al.*, 2011), a depender de fatores como: a solução, o grau de polimerização da celulose, o coagulante e a temperatura. A regeneração normalmente ocorre quando a solução de celulose entra em contato com um meio coagulante, ocorrendo a difusão do solvente da celulose para o banho de coagulação e do coagulante do banho para a solução de celulose. A troca de solvente com não solvente leva a uma dessolvatação das moléculas de celulose e suposta regeneração das ligações de hidrogênio intra e intermoleculares. As propriedades mecânicas e químicas da celulose regenerada dependem fortemente do tipo de solvente de celulose e coagulante (SINGH *et al.*, 2015). Na Figura 13 pode ser observado um fluxograma do processo produtivo de fibras de celulose regenerada utilizando líquidos iônicos.

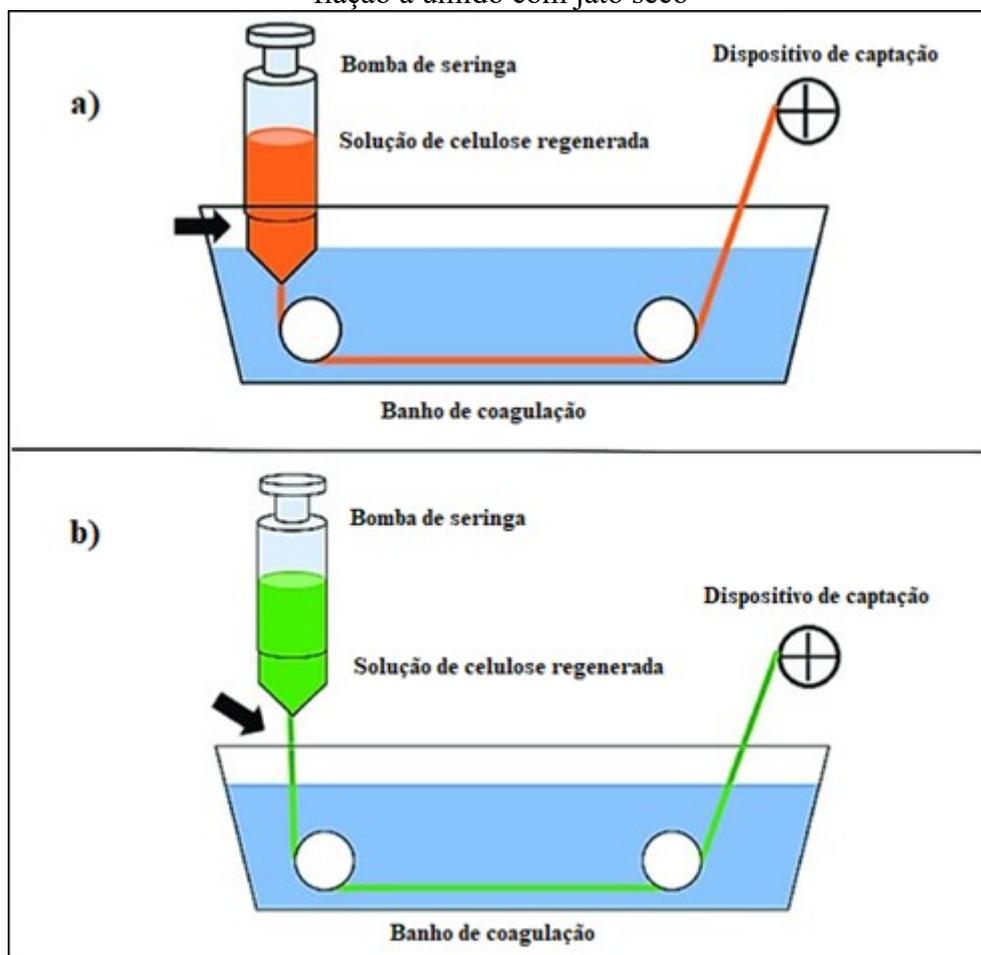
Figura 13 – Fluxograma do processo de obtenção de fibras regeneradas com líquidos iônicos



Fonte: Adaptado de Knihs *et al.* (2022).

O filamento é produzido por meio de uma extrusora, utilizando as técnicas de fiação a úmido (*wet spinning*) ou fiação a úmido com jato seco (*dry-jet wet spinning*). Na fiação a úmido, a solução de celulose é extrudada diretamente no banho de coagulação, seja com a utilização de água, etanol, acetona ou ácido como antissolvente. Já na fiação com jato seco, o processo é o mesmo utilizado na fiação a úmido, porém com a presença de uma pequena distância entre a fieira e o banho de coagulação. Estes processos estão exemplificados na Figura 14.

Figura 14 – Processo de fiação de filamentos de celulose regenerada: a) fiação a úmido e b) fiação a úmido com jato seco



Fonte: Adaptado de DeFrates *et al.* (2018).

De acordo com Olsson (2014), a fiação a úmido produz melhores resultados para soluções de fiação com viscosidade mais baixa, enquanto as soluções de alta viscosidade têm um melhor desempenho na fiação a úmido com jato seco.

As fibras de celulose regenerada produzidas por Olsson e Westman (2013), utilizando o líquido iônico acetato de 1-etil-3-metilimidazólio, foram caracterizadas por meio de ensaios de tração em estado úmido e seco e por microscopia eletrônica de varredura, revelando uma fibra compacta e homogênea. As fibras compostas por polímeros com alto grau de polimerização se destacaram como mais fortes e rígidas, apesar de apresentarem baixa densidade, tendo em vista a estrutura amorfa resultante da dissolução.

A partir dos testes de tração realizados pelos mesmos autores, foi possível observar uma forte correlação entre as propriedades mecânicas e o grau de polimerização médio das fibras, revelando um aumento no alongamento em fibras úmidas de maior grau de

polimerização médio, enquanto que a tenacidade foi afetada tanto pelo procedimento de umidificação quanto pelo grau de polimerização médio. Em se tratando da rigidez das fibras, foi observado um aumento relevante nas fibras secas, revelando o potencial plastificante da água para esse tipo de celulose amorfa. Na Tabela 5 podem ser observadas as propriedades das fibras regeneradas utilizando o líquido iônico como solvente.

Tabela 5 – Propriedades das fibras regeneradas com líquido iônico imidazólico

<b>Propriedade</b>	<b>Descrição</b>
Grau de polimerização médio	330-1340 DP
Título	40,1-69,6 Tex
Densidade	0,83-1,18 g/cm <sup>3</sup>
Tenacidade	7,0-17,0 cN/Tex - seco 1,0-6,5 cN/Tex - úmido
Módulo de elasticidade	11-15 GPa - seco 5,2-10,6 GPa - úmido
Alongamento (%)	3,5-9,0 % - seco 5,0-13,5 % - úmido
<i>Regain</i>	10-12 %
Resistência à tração	32-48 cN/Tex - seco 23-31 cN/Tex - úmido
Cristalinidade	55 %

Fonte: De Silva, R. *et al.* (2016); Lee, Y. J. *et al.* (2019); Olsson; Westman (2013); Tu *et al.* (2022).

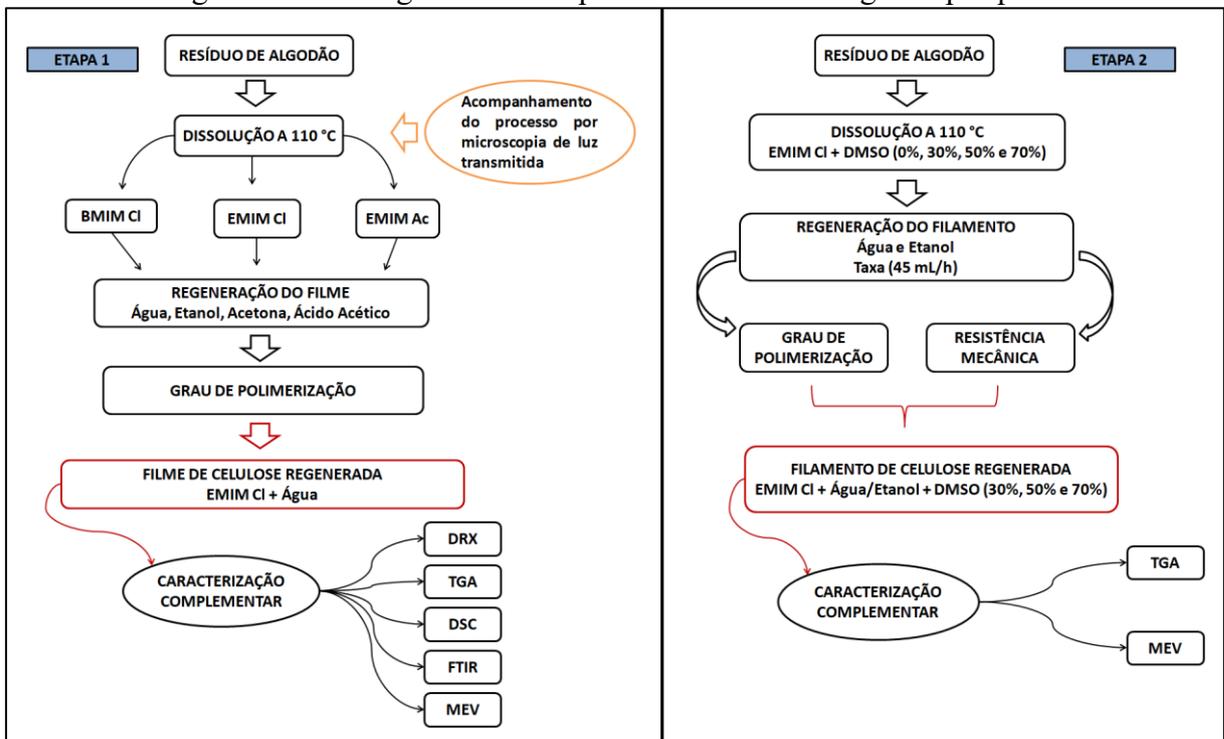
A literatura demonstra que a produção de filmes e filamentos de celulose regenerada a partir da utilização de líquidos iônicos imidazólicos como solventes, no processo de dissolução, tem alcançado resultados interessantes para a indústria têxtil, tendo em vista as suas propriedades. Estes estudos utilizam, em geral, celulose microcristalina ou polpa de celulose como matéria-prima (BABICKA *et al.*, 2020; OLSSON *et al.*, 2014a; PAL; MUKHERJEE; GHOSH, 2021; VOCHT *et al.*, 2021).

É importante salientar que estudos desta natureza não têm sido observados com a utilização de resíduos têxteis pré-consumo como matéria-prima. A utilização de resíduos de algodão para a obtenção de filamentos de celulose regenerada representa, portanto, uma alternativa promissora e sustentável para o setor têxtil, classificado com um dos segmentos mais poluidores.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais e os métodos propostos, inicialmente, para o processo de dissolução dos resíduos de algodão em líquidos iônicos e a caracterização da celulose regenerada em relação à viscosidade intrínseca, grau de polimerização, cristalinidade e comportamento térmico. São também apresentados os métodos para a obtenção e a caracterização de celulose regenerada em forma filamentos. Os métodos propostos serão realizados em duas etapas, conforme apresentado na Figura 15.

Figura 15 – Fluxograma das Etapas 1 e 2 da metodologia da pesquisa



Fonte: Elaborado pela autora (2022).

#### 3.1 MATERIAIS

##### 3.1.1 Substrato têxtil

O substrato têxtil utilizado para obtenção da celulose regenerada foi um resíduo constituído de fibrilas 100 % algodão (CO) com alvejamento (Figura 16), proveniente do processo de peluciamiento têxtil, cedido pela empresa Brandili Têxtil LTDA, localizada na cidade de Apiúna, Santa Catarina.

Figura 16 – Fotografia do resíduo de algodão alvejado



Fonte: Elaborado pela autora (2022).

### 3.1.2 Reagentes químicos

Os reagentes utilizados na dissolução de celulose foram adquiridos da Sigma-Aldrich (EUA) e estão detalhados no Quadro 2.

Quadro 2 – Líquidos iônicos imidazólicos utilizados na dissolução de celulose

Líquido iônico	Estrutura química	Pureza (%)	Ponto de fusão (°C)
Cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio (BMIMCl)		≥98	~70 °C
Cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio EMIMCl		≥95	77 – 79 °C
Acetato de 1-etil-3-metilimidazólio EMIMAc		≥95	>30 °C

Fonte: Sigma-Aldrich (2021a, 2021b, 2022).

Para os banhos de coagulação foram utilizados álcool etílico absoluto (LS Chemicals, Índia); acetona (SAL-R, Brasil) e ácido acético glacial (Vetec, Brasil), todos de grau analítico.

O reagente utilizado nos testes de viscosidade foi a solução 1 M em água de hidróxido de bis(etilenodiamina) cobre (II)(CUEN), da Sigma-Aldrich (EUA).

Como cossolventes para o processo de fiação a úmido, foi utilizado o dimetilsulfóxido (DMSO) de grau analítico.

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 Preparação das amostras

A preparação das amostras seguiu o procedimento realizado por Liu, Z. e colaboradores (2011) e Ohno e Miyafuji (2014). Previamente à dissolução, as amostras de resíduo de algodão foram secas por 30 minutos a 60 °C para remoção da umidade, em estufa de renovação e circulação de ar (modelo NL 82-81, da marca New Lab, Brasil).

### 3.2.2 Processo de dissolução e regeneração de celulose

O processo de dissolução do resíduo de algodão nos três diferentes líquidos iônicos ocorreu utilizando uma proporção de 0,09 g de algodão para 3 g de líquido iônico, conforme procedimento descrito por Ohno e Miyafuji (2014), com algumas modificações.

Os líquidos iônicos BMIMCl e EMIMAc, cujos estados físicos à temperatura ambiente são líquido e semissólido, respectivamente, foram pesados diretamente em balança analítica, sem tratamento prévio. Já o líquido iônico EMIMCl, de estado sólido, exigiu a prévia fusão em banho de glicerina a 80 °C. Os líquidos iônicos foram então aquecidos até atingir 110 °C ( $\pm 5$  °C) em placa de aquecimento com controle de temperatura (modelo TE-0853/1, da marca Tecnal, Brasil).

Após atingir a temperatura, o resíduo de algodão (previamente seco e pesado) foi adicionado ao solvente à temperatura de 110 °C. A dissolução ocorreu em sistema fechado e foi submetido à agitação magnética contínua de até 400 rpm. O processo foi interrompido em tempos diferentes para cada líquido iônico (EMIMCl em 1h30; BMIMCl em 2 h e EMIMAc

em 4 h), quando a solução se tornou visualmente límpida, sem presença de fibrilas e com boa viscosidade, permitindo a formação do filme.

Após o processo de dissolução da celulose, 15 mL de antissolvente (água, etanol, acetona e solução aquosa de ácido acético 20%) foram adicionados ao recipiente contendo a celulose dissolvida e o sistema foi mantido em repouso por 15 minutos em temperatura ambiente, até a formação de um filme de celulose regenerada.

O filme de celulose regenerada foi removido do recipiente e lavado com água deionizada em abundância, até a remoção do líquido iônico residual. Na sequência, os filmes foram secos em estufa, à temperatura de 60 °C.

### **3.2.3 Obtenção de filamentos de celulose regenerada**

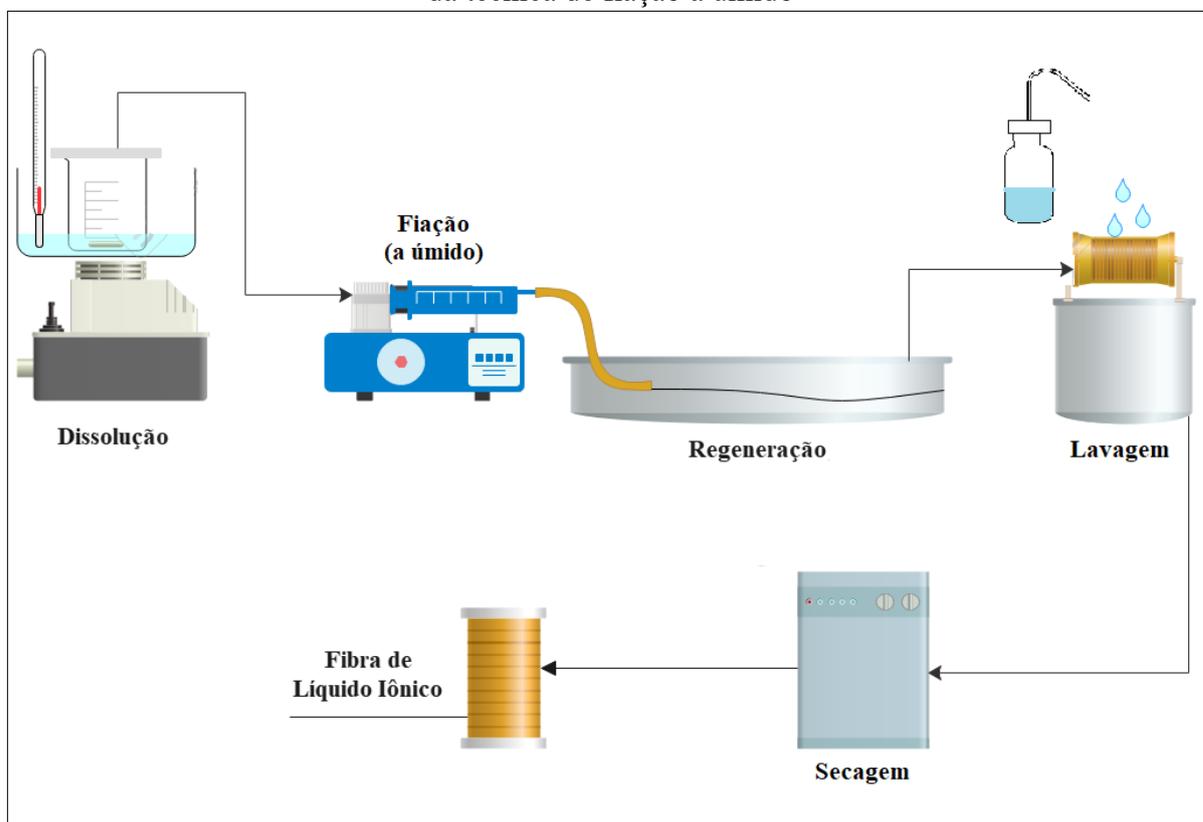
Para a obtenção de filamentos de celulose regenerada, as amostras de resíduo de algodão foram inicialmente dissolvidas em líquido iônico EMIMCl, a fim de produzir uma solução celulósica com viscosidade adequada para o processo de fiação a úmido. No entanto, a partir de ensaios preliminares, foi verificado que o processamento direto da solução de celulose não era possível devido à elevada viscosidade que provocava a obstrução da bomba infusora, mesmo nas maiores taxas de bombeamento. Cabe ressaltar que a bomba utilizada não possui ajuste de pressão, somente de taxa de infusão.

Diante disso, o resíduo de algodão foi inicialmente dissolvido no líquido iônico EMIMCl, conforme descrito no item 3.2.2. Após a dissolução, o cossolvente DMSO foi adicionado em proporções mássicas de 30 %, 50 % e 70 % em relação à quantidade de líquido iônico. A partir da solução contendo a celulose dissolvida, os filamentos foram obtidos pela técnica de fiação a úmido (*wet spinning*), com base no método descrito por De Silva, R. e Byrne (2017), com algumas adaptações.

A solução foi transferida para uma seringa de 10 mL, acoplada em uma bomba de infusão (modelo Injectomat Agilia, da marca Fresenius Kabi, Alemanha) e então extrudada a uma taxa de 45 mL/h diretamente para um banho de coagulação contendo água ou etanol a temperatura ambiente (25 °C). Após 15 minutos de coagulação, os filamentos foram lavados com água deionizada, em abundância, para remoção completa do sistema de solvente residual (EMIMCl / DMSO). Na sequência, os filamentos de celulose regenerada foram secos em

estufa, por 30 minutos a 60 °C, para posterior caracterização. O fluxograma apresentado na Figura 17 ilustra o processo utilizado para obtenção dos filamentos.

Figura 17 – Fluxograma do processo de obtenção de filamento de celulose regenerada a partir da técnica de fiação a úmido



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

### 3.2.3.1 Grau de Polimerização (DP) e viscosidade intrínseca

A determinação do grau de polimerização e da viscosidade intrínseca da celulose do resíduo de algodão e das amostras provenientes da dissolução em líquido iônico seguiu os procedimentos das Normas NBR 7730/1998, da ABNT e D1795-13/2021, da ASTM, a partir da “Técnica do frasco fechado” (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2021a; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1998).

Inicialmente, todas as amostras foram secas à temperatura de 105 °C por 30 minutos, para remoção de umidade e, na sequência, foram pesados 0,018 g das amostras de resíduo de algodão e de filmes e filamentos de celulose regenerada. Fracionada em pequenos pedaços, cada amostra foi inserida em um erlenmeyer de 250 mL, contendo pérolas de vidro. Ao

erlenmeyer foram adicionados 15 mL de água e em seguida o frasco foi tampado e agitado, continuamente, por 15 minutos e a solução foi colocada em repouso por 2 minutos. Após esse período, foram acrescentados 15 mL de solução de hidróxido de bis(etilenodiamina) cobre(II)(CUEN) ao erlenmeyer, mantendo-se a agitação por 10 minutos adicionais. Na sequência, com o auxílio de uma junta conectante para vácuo, acoplada ao frasco, foi realizada a aplicação de gás nitrogênio por um minuto, com o objetivo de remover o oxigênio presente na solução. Em seguida, com o sistema totalmente fechado, a solução foi submetida à aplicação de nitrogênio um minuto adicional, a fim de deixar o ambiente sob a atmosfera inerte de nitrogênio.

O sistema foi mantido sob agitação de 150 rpm em um agitador orbital (modelo NL-343-01, da marca New Lab, Brasil), à temperatura de 25 °C, por 1 h. Após a dissolução completa, uma alíquota de 7,0 mL da solução foi transferida para o viscosímetro capilar *Cannon-Fenske* n. 75 mantido a 25 °C, a fim de se determinar o tempo de fluxo. O tempo de fluxo da solução de hidróxido de bis(etilenodiamina) cobre(II)(CUEN), sem presença de celulose, foi também medida.

O grau de polimerização (DP) foi determinado a partir da Equação (1), cujos procedimentos se basearam nas Normas NBR 7730/1998, da ABNT e D1795-13/2021, da ASTM.

$$DP = [\eta]. 190 \quad (1)$$

Onde:

DP = grau de polimerização;

$\eta$  = viscosidade intrínseca (dL/g).

A viscosidade intrínseca foi determinada a partir da Equação (2), da Norma ASTM D1795-13/2021.

$$\log \frac{\eta_{sp}}{C} = \log[\eta] + k. [\eta]. C \quad (2)$$

Onde:

$\eta_{sp}$  = viscosidade específica (dL/g) determinada por:  ${}^1\eta_{rel} - 1$ ;

C = concentração do polímero (g/dL);

$\eta$  = viscosidade intrínseca (dL/g);

k = 0,13.

Este procedimento foi realizado para o resíduo de algodão e para os filmes de celulose regenerada formados com os três líquidos iônicos, utilizando os quatro antissolventes, em triplicata. O procedimento se repetiu para os filamentos de celulose regenerada obtidos com o líquido iônico EMIMCl, utilizando água deionizada e etanol como coagulante.

### 3.2.3.2 *Cristalinidade*

As informações acerca da cristalinidade das amostras de algodão (CO) alvejado e do filme de celulose regenerada e o seu estado polimórfico foram obtidos a partir da técnica de difração de raios X (DRX), utilizando um difratômetro de raios X (modelo MiniFlex600, da marca Rigaku, Japão), no Laboratório Interdisciplinar para o Desenvolvimento de Nanoestruturas (LINDEN) do Departamento de Engenharia Química e de Alimentos da UFSC. O tubo de raios-x foi operado em 45 kV e 40 mA e a intensidade de difração foi medida no modo de reflexão a uma taxa de 0,1 °/min. para  $2(\theta) = 5 - 90^\circ$ . O índice de cristalinidade foi determinado de acordo com a metodologia utilizada por Duan e colaboradores (2018), cujo valor de  $I_c$  (%) foi obtido por meio da Equação (3).

$$I_c \% = \frac{I_{110} - I_{AM}}{I_{110}} \times 100 \quad (3)$$

Onde:

$I_{110}$ : correspondente à intensidade máxima do pico em  $2\theta = 22,5^\circ$ ;

$I_{AM}$ : correspondente à intensidade da região amorfa, que está em  $2\theta = 18^\circ$ .

---

<sup>1</sup> $\eta_{rel}$  é a viscosidade relativa determinada, diretamente, pela razão entre os tempos de fluxo da solução pelo solvente, em segundos, quando esses fluxos são medidos no mesmo viscosímetro (ASTM D1795/13/2021).

### 3.2.3.3 *Análise Termogravimétrica – TGA*

A estabilidade térmica das amostras de algodão, dos filmes e filamentos de celulose regenerada foi avaliada a partir da técnica de termogravimetria (TGA). Foi utilizado analisador térmico STA 449-F3 Jupiter (Netzsch, Alemanha) do Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP) do Departamento de Engenharia Química e de Alimentos da UFSC. A análise foi conduzida sob atmosfera inerte de nitrogênio, com aquecimento da temperatura ambiente, a 600 °C, taxa de aquecimento de 10 °C/min. e vazão de gás de 60 mL/min.

### 3.2.3.4 *Calorimetria exploratória diferencial – DSC*

O comportamento térmico das amostras de algodão e de filme de celulose regenerada foi avaliado a partir da técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), utilizando um analisador térmico Jade-DSC (Perkin-Elmer, EUA) da Central de Análises do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da UFSC. As análises foram realizadas em atmosfera inerte de nitrogênio, com um ciclo de aquecimento de 0 °C até 450 °C. A taxa de aquecimento e de resfriamento foi de 10 °C/min.

### 3.2.3.5 *Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier – FTIR*

Os grupos funcionais presentes na estrutura das amostras de algodão e do filme de celulose regenerada foram avaliados por meio da técnica de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), em modo de refletância total atenuada (ATR). Foi utilizado o equipamento Cary 660 FTIR (Agilent Technologies, EUA) com cristal de ZnSe da Central de Análises do Departamento de Engenharia Química e de Alimentos da UFSC. Os espectros foram obtidos em número de onda de 4000 a 650  $\text{cm}^{-1}$ , por acúmulo de 32 varreduras, com uma resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.2.3.6 Morfologia

As características morfológicas das amostras de algodão e da superfície e seção transversal dos filmes e filamentos de celulose regenerada foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Previamente à análise, as amostras foram fixadas com fita de carbono nos suportes metálicos (*stubs*) e recobertas por uma fina camada de ouro com o equipamento metalizador LEICA (modelo EM SCD 500, Áustria) para obterem a condutividade necessária. As amostras foram então analisadas em um microscópio JEOL (modelo JSM-6390 LV, EUA) com tensão de aceleração de 10 kV a 15 kV. Esta análise foi realizada no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da UFSC.

### 3.2.3.7 Diâmetro e título direto

O diâmetro dos filamentos de celulose foi obtido pela média aritmética dos valores de dez medidas aleatórias em diferentes pontos de um filamento contínuo, utilizando-se um micrômetro digital (Digimess, Brasil), e foi expresso em (mm). O título direto dos filamentos foi determinado pela relação entre massa e o comprimento do filamento pela Equação (4) e expresso em Tex.

$$T = \frac{K \times M}{C} \quad (4)$$

Onde:

K: constante resultante da divisão do comprimento fixo pela base massa (1000);

M: massa do fio, em g;

C: comprimento do fio, em m;

T: título do fio, em Tex.

### 3.2.3.8 Resistência mecânica

A resistência mecânica dos filamentos foi avaliada em termos de resistência à tração e alongamento pela norma ASTM D2256/D2256M (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2021b). Foram utilizados corpos de prova com 150 mm de comprimento

e estes foram manuseados de forma a evitar qualquer torção ou estiramento. Os ensaios de tração foram realizados no equipamento texturômetro (modelo TA.XT Plus, Stable Micro Systems, Reino Unido) da Central de Análises do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da UFSC, utilizando célula de carga de 50 N, espaçamento entre as garras de 10 cm e velocidade de tração de 2 mm/min. Foram realizadas 10 análises para cada tipo de amostra.

#### 3.2.3.9 *Tratamento estatístico*

A análise estatística dos dados de resistência mecânica foi realizada por meio de análises de variância (ANOVA) e do teste de Tukey, o qual foi utilizado para determinar as diferenças significativas das médias, a um nível de probabilidade de 5%. Foi utilizado o programa computacional SAS System ®.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nos processos de dissolução e regeneração de celulose, que definiu o solvente aplicado na obtenção de filamentos a partir de resíduo têxtil de algodão. Serão apresentados ainda os resultados do grau de polimerização (DP) dos filmes de celulose regenerada, utilizando os três líquidos iônicos imidazólicos e quatro antissolventes (água, etanol, acetona e solução aquosa de ácido acético), bem como a caracterização dos filmes e filamentos de celulose regenerada.

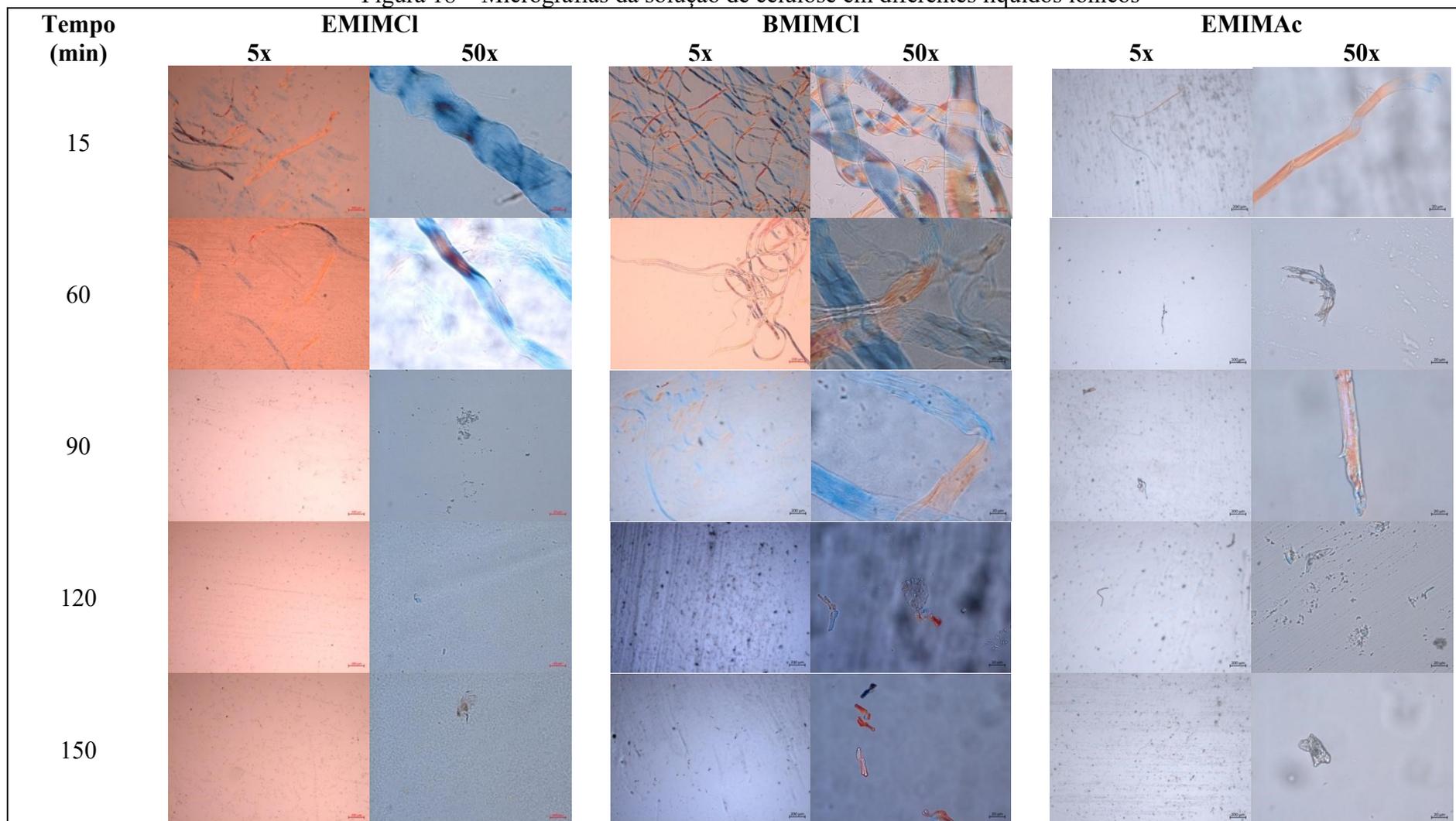
### 4.1 DISSOLUÇÃO DA CELULOSE EM LÍQUIDO IÔNICO IMIDAZÓLICO

A dissolução da celulose do resíduo têxtil de algodão foi estudada em três diferentes líquidos iônicos imidazólicos. A temperatura de dissolução foi definida a partir de ensaios preliminares, onde se buscou o menor tempo de dissolução da celulose, que resultasse em uma solução macroscopicamente límpida e homogênea e que permitisse uma adequada regeneração e formação de filmes finos e incolores. Verificou-se que o aumento da temperatura contribuía para a dissolução mais rápida da celulose. No entanto, temperaturas acima de 120 °C tendiam a provocar a mudança na coloração da solução e a regeneração adequada da celulose era dificultada.

A temperatura de 110 °C foi, então, selecionada para avaliar a cinética de dissolução da celulose proveniente de resíduo de algodão alvejado, utilizando os líquidos iônicos imidazólicos cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio (BMIMCl), cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMCl) e acetato de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMAc).

O processo de dissolução da celulose do resíduo de algodão com os diferentes líquidos iônicos imidazólicos foi acompanhado ao longo do tempo por meio de microscopia óptica e as imagens estão apresentadas na Figura 18. A análise das micrografias indica que a dissolução das fibras apresentou diferenças em relação ao tempo e ao aspecto da fibra para cada líquido iônico utilizado, diante das mesmas condições de processo, como temperatura (110 °C) e concentração de resíduo em solução (3 % m/m).

Figura 18 – Micrografias da solução de celulose em diferentes líquidos iônicos



Fonte: Elaborado pela autora (2022).

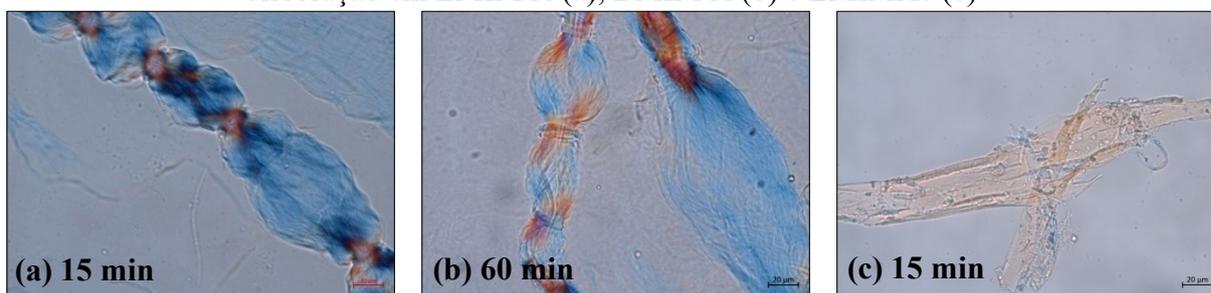
A partir das imagens, foi possível observar o efeito do tempo na dissolução da celulose do resíduo de algodão, utilizando os três líquidos iônicos. A quantidade de fibras diminuiu com o aumento do tempo de dissolução. No entanto, observou-se a presença de prováveis impurezas, tendo em vista que a matéria-prima é um resíduo.

O comportamento dos líquidos iônicos imidazólicos na dissolução da celulose apresentado nas imagens de microscopia óptica revela, ainda, que o líquido iônico EMIMAc apresentou melhor desempenho na dissolução, uma vez que as fibras já se encontravam bem mais dissolvidas quando comparadas às fibras em contato com os demais líquidos iônicos. Liu, Z. e colaboradores (2011) também observaram que o EMIMAc foi mais eficiente para a dissolução da celulose. O ânion acetato de EMIMAc tem forte capacidade de protonação. Sendo assim, pode interagir com hidroxilas da celulose a fim de interromper a forte rede de ligações de hidrogênio inerente e destruir a estrutura original da celulose. Em função disso, a celulose tende a ser dissolvida em EMIMAc com aquecimento e suas cadeias são dispersas de forma homogênea. No entanto, os autores também ressaltam que o ânion acetato pode provocar derivatização da celulose (TAN *et al.*, 2019).

A diferença na eficiência da dissolução dos três líquidos iônicos, observada na Figura 18 pode ser atribuída, ainda, à qualidade de cada solvente associada aos mecanismos de dissolução, uma vez que fatores como modos de dissolução identificados por Cuissinat, Navard e Heinze (2007), pequenas variações de composição, temperatura, pH, teor de água etc., relatado por Medronho e Lindman (2014), e a natureza higroscópica dos líquidos iônicos discutida por Olsson e colaboradores (2014), foram inibidores dessa eficiência em seus respectivos estudos.

Os modos de dissolução estudados por Cuissinat, Navard e Heinze (2007) foram identificados nesta pesquisa, conforme apresentados na Figura 19. Os autores descrevem que no modo 1, ocorre uma dissolução rápida, com a desintegração em fragmentos (Figura 19c), enquanto que no modo 2, ocorre o inchaço heterogêneo, seguido de dissolução completa (Figura 19a e Figura 19b). Já o modo 3, é caracterizado por um grande inchaço heterogêneo, sem dissolução completa, enquanto que no modo 4 ocorre um inchaço homogêneo e sem dissolução. Por fim, no modo 5, não ocorre inchaço e nem a dissolução da celulose.

Figura 19 – Imagens de microscopia óptica das amostras de celulose em processo de dissolução em EMIMCl (a), BMIMCl (b) e EMIMAc (c)



Fonte: Elaborado pela autora (2022).

As imagens da microscopia observadas na Figura 18 e na Figura 19 revelaram que ocorre um inchamento (intumescimento) das fibras já nos primeiros 15 minutos de contato com o líquido iônico. Para Medronho e Lindman (2014), o inchamento da celulose normalmente precede a dissolução, quando o solvente induz mudanças na estrutura molecular do polímero nativo com interações modificadas pela derivatização química da celulose. Assim, o solvente provoca o intumescimento das fibras naturais de celulose, onde o inchamento ocorre de forma não regular ao longo da fibra.

O intumescimento das fibras de celulose ocorreu por meio de um inchaço heterogêneo da parede secundária, causando uma extensão da parede primária até a sua ruptura (MÄKELÄ *et al.*, 2018), como foi observado claramente para a dissolução nos líquidos iônicos EMIMCl e BMIMCl.

Os anéis identificados na Figura 19a e na Figura 19b também foram observados por Le Moigne e colaboradores (2008), que sugeriram que os inchaços são originados pelos anéis, que pressionam a celulose dissolvida no interior de membranas finas. No líquido iônico EMIMAc, o intumescimento das fibras foi menos pronunciado, sobretudo em tempos maiores de dissolução.

Tendo em vista que os três líquidos iônicos apresentaram capacidade de dissolução da celulose, com diferença na eficiência indicada no processo de cinética da dissolução da celulose, o tempo para a obtenção de solução adequada para a formação de filme de celulose regenerada foi considerado como fator decisivo na seleção do líquido iônico a ser utilizado para a fiação de filamentos, nas etapas seguintes desta pesquisa.

As condições de dissolução e regeneração da celulose, e o tempo necessário para a obtenção de um filme de celulose regenerada podem ser observados no Quadro 3.

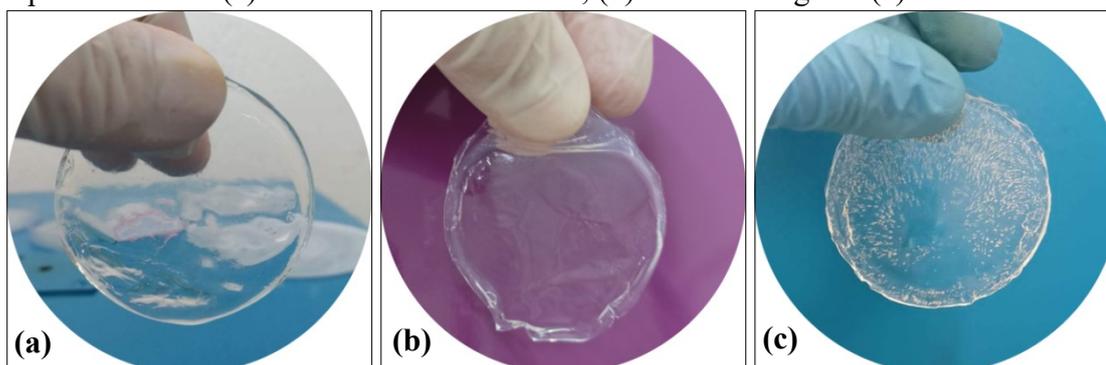
Quadro 3 – Condições de dissolução e regeneração da celulose utilizando três líquidos iônicos e quatro antissolventes

Líquido iônico	Tempo de dissolução	Antissolvente	Formação de filme
EMIMCl	1h30	Água	Sim
		Etanol	Sim
		Acetona	Não
		Ácido Acético	Sim
BMIMCl	2h	Água	Sim
		Etanol	Sim
		Acetona	Não
		Ácido Acético	Sim
EMIMAc	4h	Água	Sim
		Etanol	Sim
		Acetona	Sim
		Ácido Acético	Sim

Fonte: Elaborado pela autora (2022).

As soluções nestas condições viabilizaram a formação de filmes finos, homogêneos e transparentes, conforme apresentado na Figura 20. Os filmes de celulose regenerada foram formados, em sua maioria, com exceção do processo que utilizou acetona como antissolvente para a dissolução com os líquidos iônicos EMIMCl e BMIMCl. Destaca-se o bom desempenho da água, solvente abundante e atóxico, que permitiu a formação dos filmes regenerados nos três líquidos iônicos avaliados.

Figura 20 – Imagens do aspecto macroscópico dos filmes de celulose regenerada utilizando líquidos iônicos. (a) BMIMCl/Ácido Acético; (b) EMIMCl/Água e (c) BMIMCl/Etanol



Fonte: Elaborado pela autora (2022).

A regeneração da celulose é o processo em que ocorre a sua reconstrução estrutural, compatível com as propriedades desejadas, a partir da utilização de antissolventes que atuam na separação da celulose com o seu solvente. Portanto, os antissolventes devem ser miscíveis com os líquidos iônicos, mas não com celulose. A solubilidade da celulose em seus solventes

sofre uma redução tal que leva à precipitação desta, formando então o produto de celulose regenerada (TAN *et al.*, 2019).

Nos estudos de Tan e colaboradores (2019) a água e o etanol desempenharam uma função essencial no controle da estrutura e das propriedades da celulose regenerada após a dissolução com líquido iônico EMIMAc. A água facilitou o realinhamento das cadeias moleculares, bem como a reconstrução de uma estrutura de celulose ordenada e cristalina, tendo em vista as fortes interações das ligações de hidrogênio da água com o ânion do líquido iônico e os grupos hidroxila da celulose. Por outro lado, o etanol apresentou maior desorganização das cadeias moleculares da celulose, devido às fracas interações inter e intramoleculares das ligações de hidrogênio entre o etanol e o ânion do líquido iônico. Além disso, apresentou menor tendência de interação com os grupos hidroxila da celulose, devido sua menor polaridade, quando comparada à água.

Em outro estudo, a acetona foi utilizada para regeneração de biomassa após a dissolução em EMIMAc. Os resultados mostraram que a biomassa foi regenerada, no entanto, mais celulose foi dissolvida no antissolvente durante o processo de regeneração, quando comparado o teor de celulose resultante do sistema que utilizou a água como antissolvente (DASH; MOHANTY, 2019). Já Elhi, Aid e Koel (2016), destacam que os filmes regenerados em etanol e acetona tendem a reter líquido iônico. A água regenerou mais celulose dos líquidos iônicos quando comparado à acetona e ao etanol, tendo em vista o potencial que a água tem em formar ligações de hidrogênio com os íons dos líquidos iônicos. Os demais antissolventes, com moléculas maiores que a água, apresentam maiores dificuldades em se mover entre os polímeros. Os autores observaram a importância da agitação do antissolvente para a eficácia da regeneração e a obtenção de filmes mais homogêneos.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE CELULOSE REGENERADA EM FORMA DE FILME

### 4.2.1 Grau de polimerização (DP)

Os resultados dos testes de viscosidade realizados nos filmes de celulose regenerada, utilizando três tipos de líquidos iônicos e quatro antissolventes, sugerem que o processo de dissolução e regeneração da celulose influencia, diretamente, no grau de polimerização da celulose, conforme pode ser observado na Tabela 6. De forma geral, foi verificada uma

intensa redução no grau de polimerização dos filmes de celulose regenerada quando comparada à celulose proveniente do resíduo de algodão alvejado. Este resultado é consistente com estudos de Sangtarashani e colaboradores (2020) e Stolarska e colaboradores (2017) que relataram a despolimerização da celulose original após a dissolução em líquidos iônicos imidazólicos EMIMCl, BMIMCl e EMIMAc.

Tabela 6 – Grau de polimerização e massa molar média de filmes de celulose regenerada

<b>Matéria-prima</b>	<b>Viscosidade intrínseca média (mL/g)</b>	<b>Grau de Polimerização médio (DP)</b>	<b>Massa molar média (g/mol)</b>
Filme EMIMCl+Água	281	533 ± 38	86.363
Filme EMIMCl+Etanol	186	354 ± 25	57.371
Filme EMIMCl+Ác. Acético	157	298 ± 165	48.186
Filme BMIMCl+Água	135	256 ± 36	41.543
Filme BMIMCl+Etanol	223	424 ± 44	68.651
Filme BMIMCl+Ác. Acético	162	308 ± 68	49.884
Filme EMIMAc +Água	434	825 ± 48	133.604
Filme EMIMAc +Etanol	307	583 ± 120	94.349
Filme EMIMAc +Acetona	437	829 ± 120	134.375
Filme EMIMAc+Ác. Acético	361	685 ± 70	111.000
Algodão hidrófilo comercial	1402	2.665 ± 89	431.675
Resíduo de Algodão alvejado	1888	3.587 ± 100	581.076

Fonte: Elaborado pela autora (2022).

Dentre os diferentes líquidos iônicos, o filme de celulose regenerada produzido com EMIMAc foi o que apresentou menor despolimerização, sendo os maiores valores de DP obtidos para a acetona e água como antissolventes, seguido da solução de ácido acético e etanol. Entre os cloretos, o maior grau de polimerização foi em EMIMCl, com 533 DP, utilizando água como antissolvente, enquanto que o BMIMCl alcançou um grau de polimerização máximo de 424 DP, utilizando etanol como coagulante.

Wei e colaboradores (2022) estudaram a degradação da polpa de celulose da madeira a temperaturas de 80, 100 e 120 °C em líquidos iônicos a base de fosfatos e verificaram que o grau de polimerização do sistema EMIMCl/Água é maior quando comparado ao sistema BMIMCl/Água, assim como encontrado no presente estudo. Os autores observaram que o

sistema EMIMCl/Água alcançou grau de polimerização de 290, 270 e 230 DP nas três temperaturas, respectivamente, enquanto que o sistema BMIMCl/Água alcançou de 280, 250 e 210 DP. Esses autores sugeriram que o cátion e o ânion de LI's podem afetar o grau de polimerização da celulose. O menor comprimento da cadeia do cátion 1-etil-3-metilimidazólio, quando comparado ao cátion 1-butil-3-metilimidazólio, leva a uma menor viscosidade dos LI's, proporcionando o aumento da capacidade de dissolução e degradação da celulose. Por outro lado, quando os ânions Cl<sup>-</sup> dos LI's formam ligações de hidrogênio com o grupo hidroxila da cadeia molecular da celulose, ocorre, também, a ligação do cátion ao hidrogênio da hidroxila. E, de acordo com Dong e colaboradores (2006), um cátion com estrutura de tamanho maior, enfraquece a capacidade dos líquidos iônicos de formar ligações de hidrogênio.

Os resultados de grau de polimerização nos sistemas de EMIMAc, com os quatro antissolventes foram mais elevados que os demais sistemas, em função de ter uma basicidade de ligação de hidrogênio mais forte ( $\beta = 1,132 \pm 0,028$ ), quando comparado ao EMIMCl ( $\beta = 0,893 \pm 0,150$ ) e ao BMIMCl ( $\beta = 0,846 \pm 0,020$ ). Diante disso, é possível inferir que houve maior facilidade do EMIMAc em permitir a doação de pares de elétrons em suas ligações de hidrogênio com as moléculas de celulose regenerada, inibindo, assim, o aumento da degradação (HU *et al.*, 2021; WEI *et al.*, 2022).

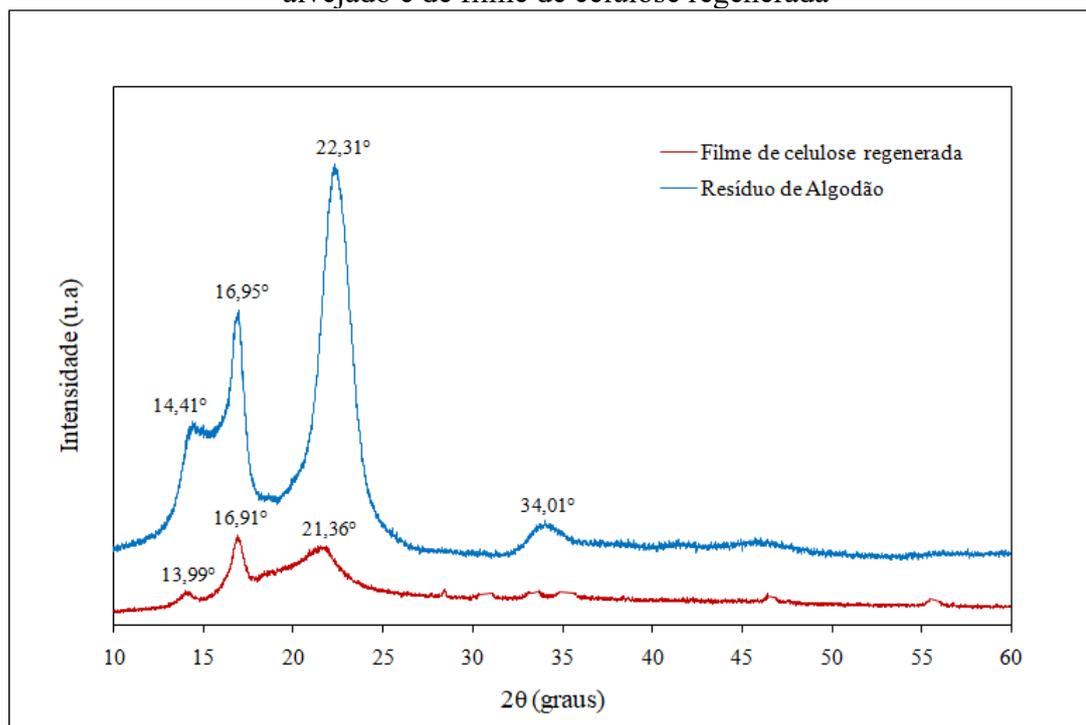
Diante dos resultados apresentados, o líquido iônico EMIMCl foi selecionado como solvente para obtenção de filamentos, considerando que sua capacidade de dissolução e de formação de solução adequada para regeneração foi confirmada em menor tempo, quando comparado aos demais líquidos iônicos. Adicionalmente, este líquido iônico apresenta o menor custo dentre os avaliados neste estudo. Os antissolventes escolhidos para a regeneração da celulose foram água e etanol, tendo em vista que apresentaram maior grau de polimerização, sendo avaliados como grande potencial de regeneração da celulose e obtenção de filmes homogêneos e transparentes.

#### 4.2.2 Cristalinidade

Os padrões de difração de raios X (DRX) das amostras de celulose de resíduo de algodão alvejado e do filme regenerado em água após a dissolução em líquido iônico EMIMCl podem ser observados na Figura 21. O resultado observado no difratograma de raios

X para o resíduo de algodão alvejado apresentou ângulos de difração ( $2\theta$ ) com os quatro picos em, aproximadamente,  $14,4^\circ$ ,  $16,9^\circ$ ,  $22,3^\circ$  e  $34,0^\circ$ , com um pico, significativamente, mais alto em  $2\theta = 22,31^\circ$ , confirmando sua estrutura cristalina de celulose tipo I. A literatura indica que a celulose de algodão apresenta picos de difração localizados em  $2\theta = 14,9^\circ$ ,  $16,7^\circ$ ,  $22,8^\circ$  e  $34,5^\circ$  relacionados aos planos cristalográficos  $(1\bar{1}0)$ ,  $(110)$ ,  $(200)$  e  $(004)$ , respectivamente, mostrando, dessa forma, que o cristal da celulose original é característico da estrutura polimórfica atribuída à celulose I (ABIDI; MANIKE, 2018; LIU, Zhenghui *et al.*, 2015). O padrão de difração das amostras do filme de celulose regenerada, por outro lado, apresentaram estruturas cristalinas diferentes, com ângulos de difração localizados em, aproximadamente,  $2\theta = 13,99^\circ$ ,  $16,91^\circ$  e  $21,36^\circ$ , correspondendo aos planos de rede  $(1\bar{1}0)$ ,  $(110)$  e  $(020)$ , respectivamente (PANG *et al.*, 2014; WEI *et al.*, 2022).

Figura 21 – Padrões de difração de raios X das amostras de celulose de resíduo de algodão alvejado e de filme de celulose regenerada



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Os picos de difração resultantes do tratamento da celulose de resíduo de algodão em líquido iônico EMIMCl indicam a tendência de mudança da estrutura cristalina de celulose I para celulose II, após a regeneração em água, uma vez que apresentaram em sua estrutura cristalina um pico largo em, aproximadamente,  $2\theta = 21,36^\circ$  (020) e um pequeno pico largo

em  $2\theta = 13,99^\circ$  ( $1\bar{1}0$ ), correspondendo à forma cristalina da celulose II, o que é consistente com os resultados de Pang e colaboradores (2014). Vale ressaltar que esses resultados indicam que as ligações inter e intramoleculares de hidrogênio da celulose de resíduo de algodão são quebradas na dissolução e reconstituídas após o processo de regeneração, que converte a estrutura cristalina da celulose I em celulose II (Z LIU *et al.*, 2015).

Na Tabela 7 podem ser observados os valores de índice de cristalinidade da celulose de resíduo de algodão alvejado e do filme regenerado, os quais foram determinados pelo método da diferença de picos ( $I_c$ ), cuja intensidade máxima de difração ( $2\theta \cong 22^\circ$ ), corresponde às regiões cristalinas da amostra e a intensidade mínima de difração ( $2\theta \cong 18^\circ$ ) é atribuída às regiões amorfas das amostras (DUAN *et al.*, 2018). O índice de cristalinidade do resíduo de algodão alvejado foi de 70,9%. Este resultado já era esperado, pois corresponde a diversas pesquisas disponíveis na literatura, dentre elas a celulose microcristalina pré-tratada com ultrassom (71%), o avicel sem tratamento (71,1%) e o resíduo de algodão sem tratamento (71%) (DE SILVA, R.; BYRNE, 2017; LI, Z. *et al.*, 2023; LIU, W. *et al.*, 2015). A celulose regenerada na forma de filme apresentou um índice de cristalinidade de 22,9%, com uma redução de 68% quando comparado à celulose original. Essa diferença pode ser atribuída como uma consequência dos processos de dissolução e regeneração da celulose, tendo em vista a quebra das ligações de hidrogênio intra e intermoleculares da celulose. Comportamento semelhante foi observado em outros estudos que envolvem dissolução e regeneração da celulose, utilizando líquido iônico como solvente (ACHARYA *et al.*, 2021; RIBEIRO *et al.*, 2021; XIA *et al.*, 2021).

Tabela 7 – Índice de cristalinidade para celulose de resíduo de algodão alvejado e filme de celulose regenerada

Amostras	$I_c$ (%)
Celulose de resíduo de algodão alvejado	70,9
Filme de celulose regenerada	22,9

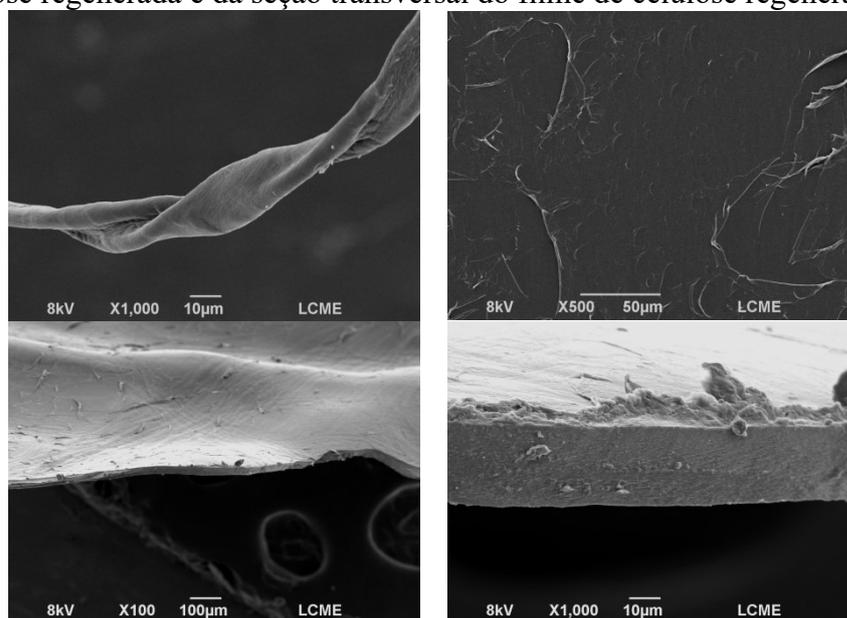
Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

### 4.2.3 Morfologia

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usada para avaliar a microestrutura da celulose proveniente do resíduo têxtil de algodão e do filme de celulose formado após dissolução em líquido iônico EMIMCl e regeneração em água. A Figura 22 apresenta a

morfologia da celulose de resíduo de algodão e da celulose regenerada. A microscopia do resíduo mostra um aspecto morfológico típico da fibra de algodão, em forma de fita com torções ao longo do comprimento. Essas torções são denominadas convoluções, sendo que a torção de  $180^\circ$  ao redor do eixo da fibra corresponde a uma convolução. O número e o ângulo de convolução dependem da espécie de algodão e, também, da maturidade da fibra (ERISMANN *et al.*, 1998). Em relação ao filme, a microscopia indica uma superfície lisa e homogênea, com ausência de estruturas fibrosas e poros. Este resultado evidencia a qualidade da dissolução da celulose no líquido iônico, ausência de impurezas e/ou fibras não dissolvidas, bem como uma regeneração relativamente uniforme, confirmada na microscopia da seção transversal do filme de celulose regenerada e consistente com as pesquisas de Ichwan e Son (2012); Pang e colaboradores (2014) e Taokaew e Kriangkrai (2022). Algumas ranhuras observadas na superfície do filme de celulose regenerada podem ser decorrentes do processo de coagulação ou da secagem em estufa após a regeneração.

Figura 22 – Imagens de MEV da fibra do resíduo de algodão, da superfície do filme de celulose regenerada e da seção transversal do filme de celulose regenerada



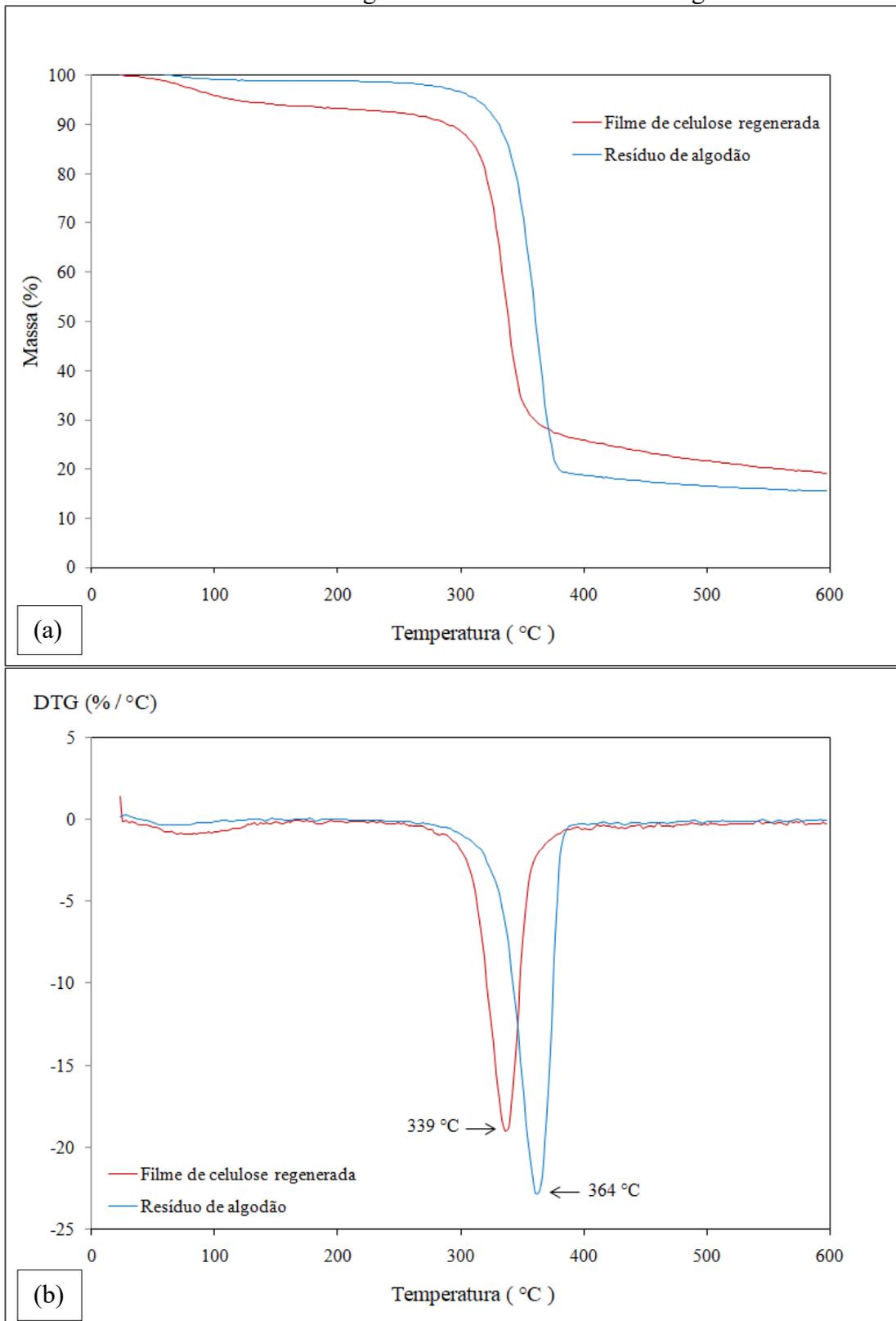
Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

#### 4.2.4 Comportamento térmico

##### 4.2.4.1 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica foi realizada para avaliar possíveis diferenças na degradação térmica da fibra original, proveniente de resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada. As curvas termogravimétricas e das respectivas derivadas da perda de massa em função da temperatura (DTG) estão apresentadas na Figura 23a e na Figura 23b, respectivamente. Ambas as amostras apresentaram dois eventos térmicos. A pequena perda de massa que ocorre em temperaturas abaixo de 100 °C pode ser atribuída à perda de umidade, tendo em vista a característica hidrofílica da celulose e da celulose regenerada (CABRALES; ABIDI, 2019; D'ACIERNO *et al.*, 2020). O percentual de perda massa a 100 °C foi de 1 % para o resíduo de algodão e de 4 % para o filme regenerado. A maior perda de massa para a celulose regenerada é devido à redução das forças intra e intermoleculares das ligações de hidrogênio após o processo de dissolução e regeneração, de acordo com Yang, X. e colaboradores (2016).

Figura 23 – Gráfico das curvas da termogravimetria (a) e da termogravimetria derivada (b) da fibra de resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

O principal evento de degradação térmica ocorreu na faixa de temperatura de 244–391 °C (perda de massa de 66 %) para o filme e na faixa de 249–396 °C (perda de massa de 79 %) para o resíduo de algodão. Este evento está relacionado com a despolimerização da celulose. As temperaturas máximas de decomposição, observadas na Figura 23b foram de 364 °C para o resíduo de algodão e de 339 °C para o filme de celulose regenerada.

Nesta etapa, a maior temperatura de degradação nas amostras de resíduo de algodão se deve, provavelmente, à maior quantidade de ligações de hidrogênio entre as cadeias de celulose, o que leva à maior ordenação e empacotamento das regiões de celulose. Resultados semelhantes foram observados por Reddy e colaboradores (2017). Já na celulose regenerada, há maior facilidade de decomposição dos grupos hidroxila, provavelmente devido à modificação da estrutura cristalina e organizada da celulose (REBIÈRE *et al.*, 2016).

Este comportamento é consistente com os resultados da pesquisa de Meenatchi, Renuga e Manikandan (2017), que avaliaram a dissolução da celulose proveniente do pó de celulose comercial com diversos líquidos iônicos imidazólicos e observaram uma redução na temperatura de degradação de 300–310 °C para 200–290 °C. De acordo com esses autores, a variação da estabilidade térmica da celulose serve como um indicador do grau de modificação estrutural.

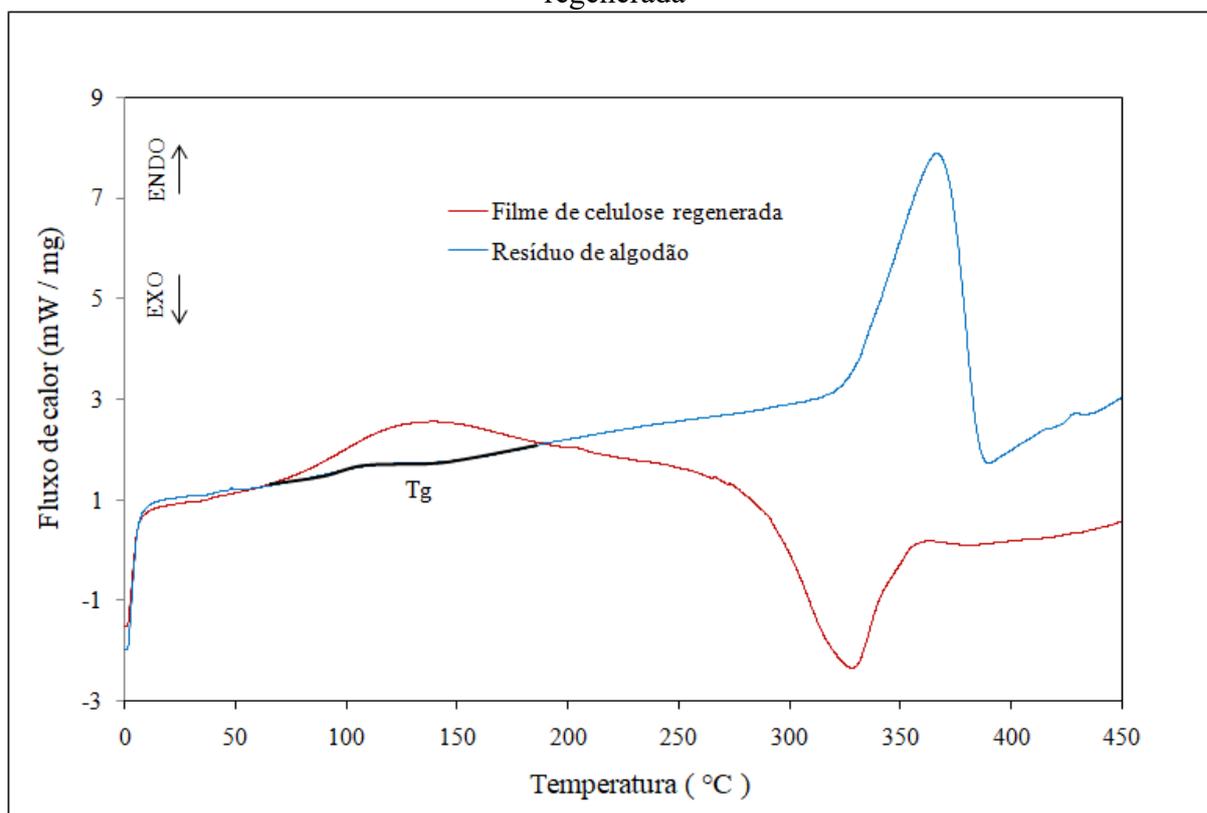
Diante disso, é possível inferir que a estabilidade térmica da celulose regenerada foi reduzida após o tratamento com o líquido iônico EMIMCl na dissolução da celulose, que promoveu a decomposição de ligações de hidrogênio e de cadeias moleculares da celulose, com conseqüente redução da sua massa molar e da sua cristalinidade.

#### 4.2.4.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

O comportamento térmico do resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada foi também avaliado pela técnica de DSC e os resultados obtidos para o segundo ciclo de aquecimento estão apresentados nos termogramas da Figura 24. A curva de DSC do resíduo de algodão revelou um pico endotérmico entre 310 °C e 380 °C, com máximo em 368 °C. Esse evento térmico está relacionado à fusão da estrutura cristalina da celulose, o qual pode ter se sobreposto à degradação, que é exotérmica (MANZATO *et al.*, 2017). Ao analisar a celulose comercial (celulose microcristalina) por DSC, Morán e colaboradores (2008) observaram um pico endotérmico a 330 °C e atribuíram à fusão da parte cristalina da celulose.

Já o filme de celulose regenerada apresentou um pico endotérmico em 140 °C, associado à dessorção de água (SZCZEŚNIAK; RACHOCKI; TRITT-GOC, 2008). A presença desse evento térmico indica que o filme é mais hidrofílico do que o resíduo de algodão e corrobora com os resultados de TGA. O filme regenerado apresentou um evento exotérmico com pico em 329 °C. Este evento está relacionado com a decomposição da cadeia polimérica da celulose levando à formação de produtos voláteis. Esse resultado é semelhante ao de Manzato e colaboradores (2017), que observaram a degradação exotérmica da celulose a 339 °C. A ausência do pico endotérmico de fusão se correlaciona bem com o fato do filme regenerado ser semicristalino.

Figura 24 – Termogramas de DSC para fibras de resíduo de algodão e filmes de celulose regenerada



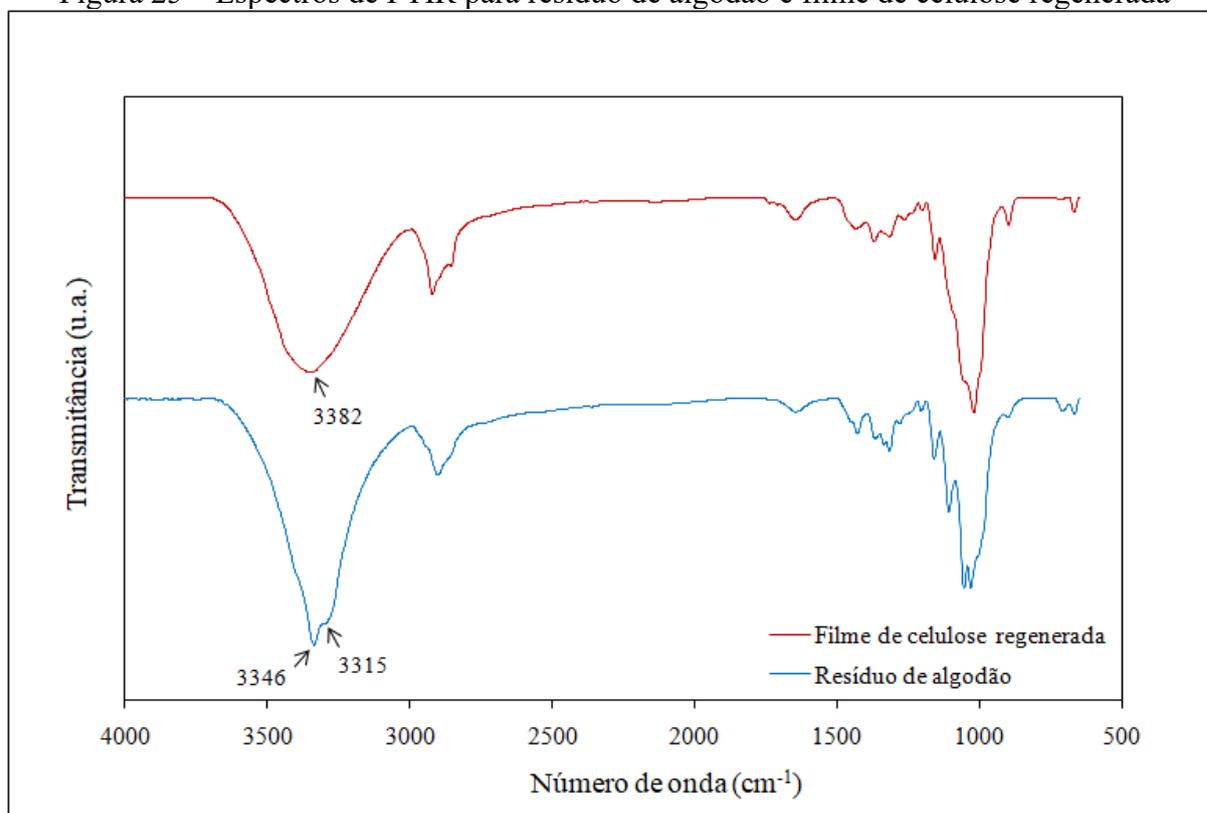
Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

#### 4.2.4.3 Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A técnica de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi utilizada para a avaliação das características estruturais da celulose regenerada, a fim de identificar a ocorrência ou não de modificações químicas após o processo de dissolução da celulose em líquido iônico EMIMCl e regeneração em água. Os espectros obtidos para as amostras de fibras de resíduo de algodão alvejado e de filme de celulose regenerada podem ser observados na Figura 25. Observa-se que os espectros das amostras estudadas apresentam bandas típicas da celulose. A banda larga na faixa de  $3700\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$  corresponde ao estiramento dos grupos hidroxila (OH), indicando a ocorrência de ligação inter e intramolecular de hidrogênio pertencentes às cadeias de celulose.

A banda na região de  $2929\text{ cm}^{-1}$  está relacionada com a vibração de estiramento do C-H (grupos  $\text{CH}_2$ ). A banda na região de  $1680\text{ cm}^{-1}$  é característica da vibração de alongamento H-O-H (grupos OH), provavelmente, devido à absorção de água. Na banda em  $1469\text{ cm}^{-1}$ , foi observada uma absorção característica da deformação de grupos  $\text{CH}_2$ .

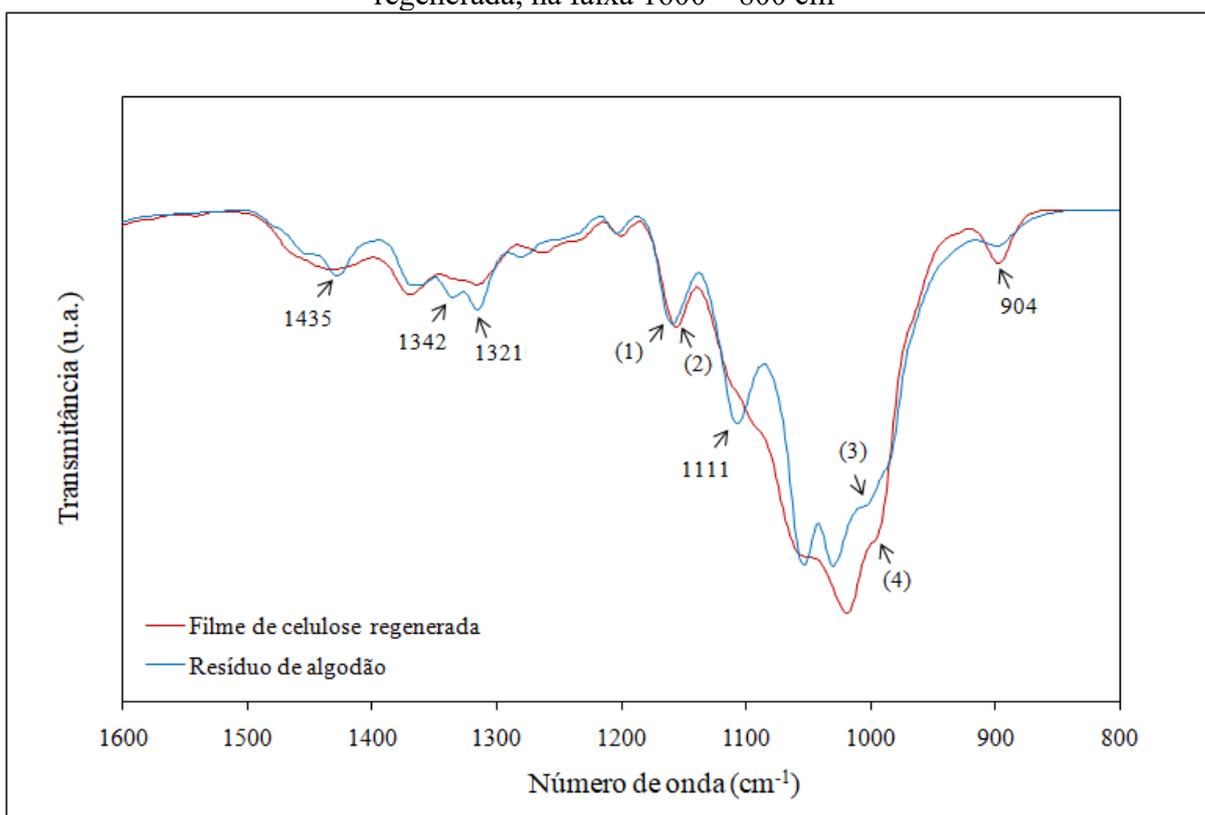
Figura 25 – Espectros de FTIR para resíduo de algodão e filme de celulose regenerada



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Na Figura 26 podem ser observados os espectros do resíduo de algodão e do filme de celulose regenerada, com sobreposição entre a região de 1600–800  $\text{cm}^{-1}$ . Foi observada uma transição estrutural, a qual pode ser atribuída tanto à redução de intensidade quanto ao deslocamento das bandas, como o deslocamento observado na banda a 1163  $\text{cm}^{-1}$  (1) no algodão, para valores de 1161  $\text{cm}^{-1}$  (2) e pelos deslocamentos das bandas a 1007  $\text{cm}^{-1}$  (3) e 997  $\text{cm}^{-1}$  (4). A intensidade da banda a 904  $\text{cm}^{-1}$ , atribuída à ligação  $\beta$  da celulose, foi maior para o filme de celulose regenerada do que para o resíduo de algodão. Além disso, o filme regenerado apresentou intensidade muito reduzida em 1435  $\text{cm}^{-1}$ . De acordo com a literatura, mudanças nesta região indicam alterações da estrutura cristalina da celulose tipo I para o tipo II (Yue; Han; Wu, 2013).

Figura 26 - Sobreposição dos espectros de FTIR para resíduo de algodão e filme de celulose regenerada, na faixa 1600 – 800  $\text{cm}^{-1}$



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Comportamento semelhante foi observado por Liyanage e Abidi (2019), que compararam os espectros de fibras de algodão antes e após um tratamento de mercerização, e atribuíram a uma redução no índice de cristalinidade. De acordo com esses mesmos autores,

outro indício da mudança da celulose tipo I para celulose tipo II é o desaparecimento da banda a  $1111\text{ cm}^{-1}$ .

Os resultados da análise de FTIR, portanto, corroboram com os obtidos na análise de DRX, demonstrando a redução da cristalinidade e a alteração da estrutura cristalina da celulose nativa tipo I para a celulose tipo II.

### 4.3 FILAMENTOS DE CELULOSE REGENERADA

A fiação direta da solução de celulose após a dissolução em líquido iônico foi dificultada devido à obstrução na bomba infusora, ocasionada pela elevada viscosidade da solução. Diante disso, foi avaliada a incorporação de diferentes proporções de DMSO, de forma que promovessem a redução da viscosidade e viabilizassem a obtenção dos filamentos. Desta forma, foram avaliadas as proporções de 30%, 50% e 70% de DMSO em relação à massa de líquido iônico. Ou seja, a quantidade de líquido iônico permaneceu fixa e foram adicionadas crescentes quantidades de DMSO, resultando em concentrações finais de celulose de 2,3%, 2 % e 1,8 % m/m para as proporções de 30%, 50% e 70%, respectivamente. Em proporções acima de 70%, não havia a formação do filamento, devido à baixa concentração de celulose, e em proporções abaixo de 30%, a solução permanecia viscosa, inviabilizando o processo.

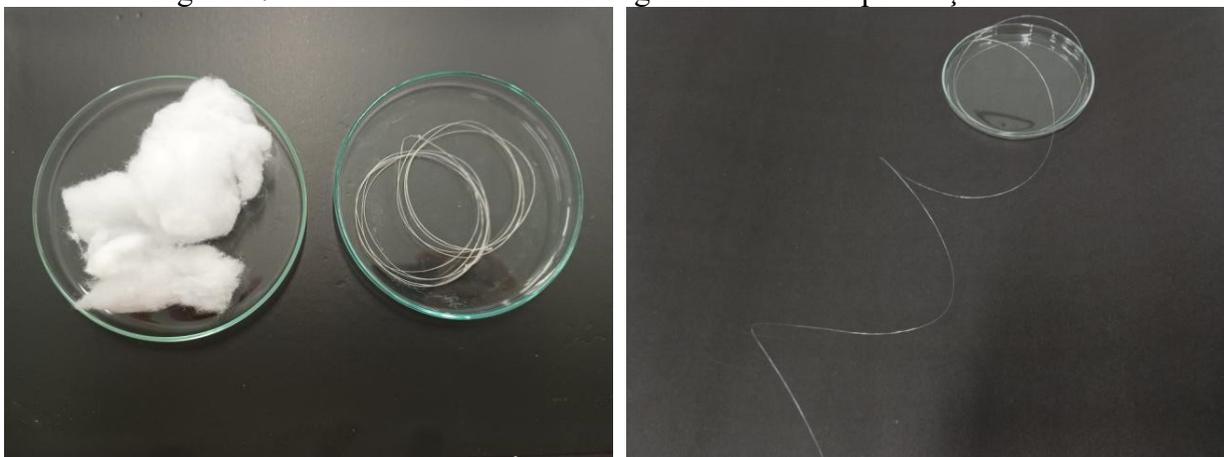
Para as condições selecionadas, o processo de produção dos filamentos de celulose regenerada pelo método de fiação a úmido atingiu bons resultados no que diz respeito à formação do filamento. De forma geral, foi possível realizar um processo contínuo, sem a obstrução da passagem do polímero pela extrusora, no entanto, houve uma maior tendência de rompimento do filamento nos sistemas que utilizou concentrações superiores a 30%. Após a regeneração da celulose, que ocorreu no banho de coagulação com água, os filamentos foram dispostos para secagem em estufa, a  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos, resultando em filamentos conforme apresentados na Figura 27. Os filamentos de celulose regenerada apresentaram boa estabilidade, uma vez que permaneceram fisicamente íntegros durante o processo de lavagem com água, para remoção do líquido iônico residual.

Minnick e colaboradores (2016) estudaram o aumento do potencial de dissolução da celulose utilizando o sistema LI/DMSO e verificaram que era necessária uma proporção menor que 50% de DMSO, tendo em vista que, em proporções maiores, ocorre a redução de

íons dos LI's na solução e, conseqüentemente, a diminuição da interação com a hidroxila da celulose.

Zhu, C. e colaboradores (2017) também relataram que, em concentrações de DMSO inferiores a 50 %, a força de aceitação da ligação de hidrogênio ( $\beta$ ) do líquido iônico imidazólico diminui lentamente. Enquanto a capacidade de doação de ligação de hidrogênio ( $\alpha$ ) do LI diminui com a adição de DMSO. Os autores concluíram que a proporção moderada para aumentar a capacidade de dissolução do líquido iônico à base de imidazólio foi de 30% em massa de DMSO.

Figura 27 – Filamentos de celulose regenerada obtidos por fiação a úmido



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

#### 4.3.1 Grau de polimerização (DP)

Os resultados dos testes de viscosidade realizados nos filamentos de celulose regenerada sugerem, tal como nos filmes de celulose regenerada, que o processo de dissolução e regeneração da celulose influencia, diretamente, no grau de polimerização da celulose, cujos valores podem ser observados na Tabela 8. Observa-se que os filamentos de celulose regenerada utilizando o líquido iônico EMIMCl, com diferentes proporções de DMSO, e água e etanol como antissolventes apresentaram uma redução do grau de polimerização em comparação ao resíduo de algodão. Quando se compara aos filmes de celulose regenerada obtidos por meio do sistema EMIMCl/Água (533 DP) e EMIMCl/Etanol (354 DP), observa-se que a despolimerização dos filamentos de celulose regenerada em água foi maior, enquanto que em etanol, o grau de polimerização dos filamentos superou o DP dos filmes de celulose regenerada.

Dentre os diferentes antissolventes utilizados na regeneração da celulose, os filamentos regenerados em etanol apresentaram menor despolimerização, sendo os maiores valores de DP obtidos para a concentração de 70% de DMSO em EMIMCl, seguido da concentração de 30% e de 50% de DMSO em EMIMCl. Entre os filamentos regenerados em água, o maior grau de polimerização foi no sistema EMIMCl / 50% DMSO, com 398 DP, seguido da solução com 30% e 70% de DMSO, cujo grau de polimerização foi de 331 DP e 177 DP, respectivamente. Esses resultados são esperados uma vez que a massa molar da solução celulósica é reduzida quando o banho de coagulação muda de etanol (110.867 g/mol) para água (53.612 g/mol).

Tabela 8 – Grau de polimerização e massa molar dos filamentos de celulose regenerada

Filamento de celulose regenerada	Banho de coagulação	Viscosidade intrínseca média (mL/g)	Grau de polimerização médio (DP)	Massa molar média (g/mol)
EMIMCl + 30% DMSO	Água	174	331 ± 33	53.612
EMIMCl + 50% DMSO		210	398 ± 39	64.492
EMIMCl + 70% DMSO		93	177 ± 34	28.700
EMIMCl + 30% DMSO	Etanol	360	684 ± 117	110.867
EMIMCl + 50% DMSO		331	609 ± 45	101.910
EMIMCl + 70% DMSO		446	847 ± 84	137.207
Algodão comercial	-	1402	2.665 ± 89	431.675
Resíduo de Algodão alvejado	-	1888	3.587 ± 100	581.076

Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Wang, L. e colaboradores (2014) avaliaram diferentes composições de cossolvente DMSO na dissolução de celulose em líquido iônico cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIMCl) e observaram que, à medida em que se aumenta a concentração de cossolvente, em relação ao líquido iônico, a viscosidade da solução celulósica é reduzida e, conseqüentemente, o grau de polimerização da celulose é, também, reduzido, tendo em vista da ocorrência de

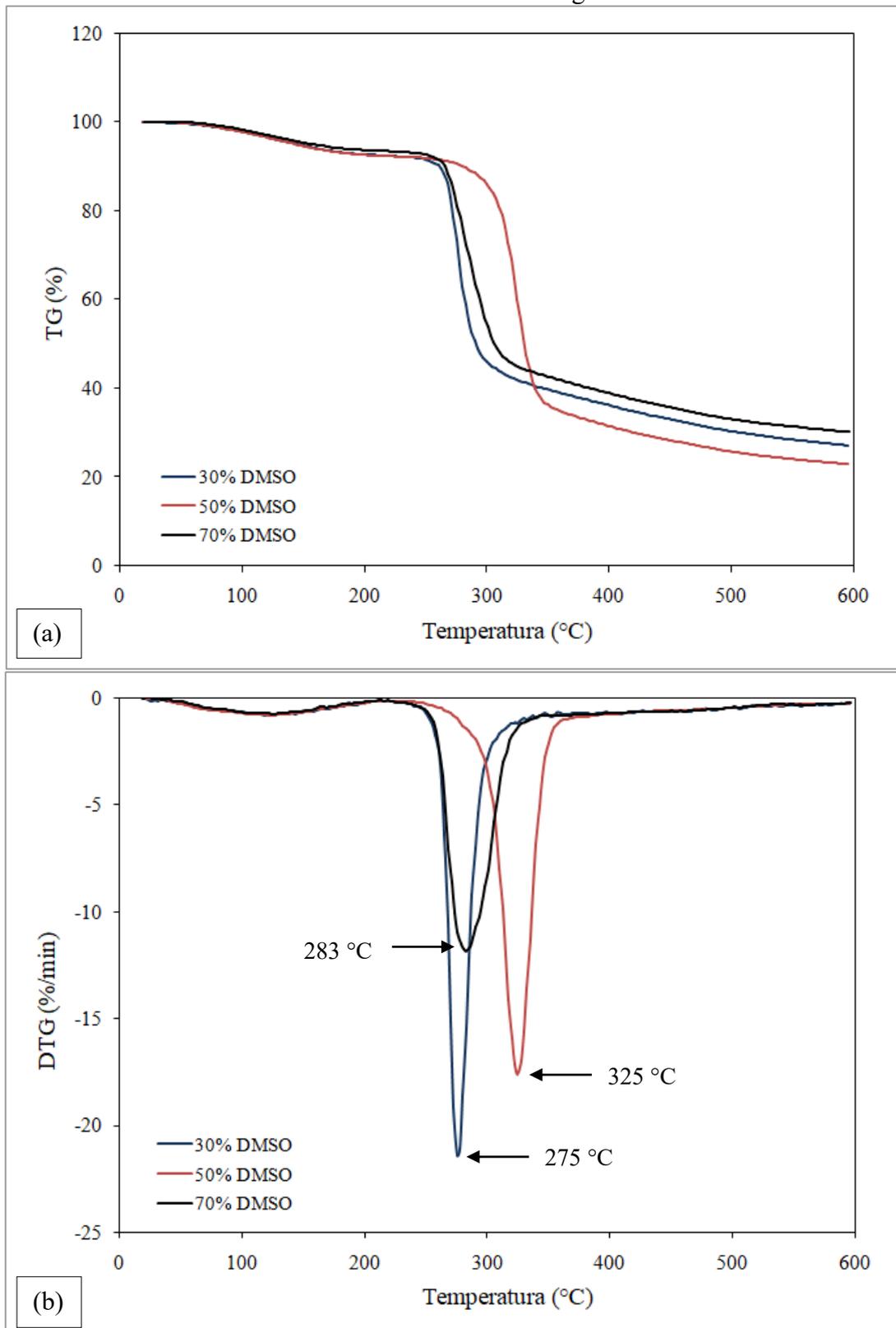
diminuição do coeficiente de atrito do monômero da solução, que é afetado pela adição de DMSO.

Lv e colaboradores (2012) notaram que os líquidos iônicos com ânions haleto são altamente viscosos, o que dificulta a transferência de massa e demanda elevado consumo de energia quando processado na dissolução de celulose. Diante disso, os autores sugerem que a adição de cossolvente orgânico, como o DMSO, é uma estratégia eficaz na redução da viscosidade da solução celulósica melhorando a eficiência do processo, uma vez que a adição de DMSO não tem efeito aparente na capacidade de dissolução do líquido iônico imidazólico à base de cloreto, dentro de certa faixa de concentração de cossolvente, incluindo a faixa de 30 % a 70 % de DMSO, avaliada no presente estudo.

#### **4.3.2 Análise Termogravimétrica (TGA/DTG)**

A termogravimetria foi realizada para avaliar possíveis diferenças na degradação térmica dos filamentos de celulose regenerada obtidos a partir do líquido iônico EMIMCl, com diferentes concentrações de DMSO, utilizando água como coagulante. As curvas termogravimétricas (TG) e das respectivas derivadas da perda de massa em função da temperatura (DTG) estão apresentadas na Figura 28a e na Figura 28b, respectivamente. Ambas as amostras apresentaram dois eventos térmicos. A pequena perda de massa que ocorre em temperaturas em torno de 100 °C é atribuída à perda de umidade, que está relacionada à característica hidrofílica da celulose regenerada (GRZĄBKA-ZASADZIŃSKA; AMIETSZAJEW; BORYSIK, 2017). Na temperatura de 100°C, o percentual de perda de massa foi em torno de 2 % para as diferentes proporções de DMSO.

Figura 28 – Gráfico das curvas da termogravimetria (a) e da termogravimetria derivada (b) dos filamentos de celulose regenerada



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

O evento de degradação térmica do filamento de celulose regenerada ocorreu na faixa de temperatura de 220–322 °C (perda de massa de 50 %) para o sistema EMIMCl / 30% de DMSO, na faixa de 237–359 °C (perda de massa de 57 %) para o sistema EMIMCl / 50% de DMSO e na faixa de 229–337 °C (perda de massa de 49 %) para o sistema EMIMCl / 70% de DMSO. Este evento está relacionado com a despolimerização da celulose. As temperaturas máximas de decomposição, observadas na Figura 28b foram de 275 °C, 325 °C e 283 °C para os filamentos de celulose regenerada dissolvida no sistema EMIMCl, com 30%, 50% e 70% de DMSO, respectivamente.

Há maior facilidade de decomposição dos grupos hidroxila, na celulose regenerada, provavelmente devido à modificação da estrutura cristalina e organizada da celulose (REBIÈRE *et al.*, 2016). Este comportamento é consistente com os resultados observados na pesquisa de Meenatchi, Renuga e Manikandan (2017), que avaliaram a dissolução da celulose proveniente do pó de celulose comercial em diferentes líquidos iônicos imidazólicos e observaram uma redução na temperatura de degradação de 300–310 °C para 200–290 °C. De acordo com esses autores, a variação da estabilidade térmica da celulose serve como um indicador do grau de modificação estrutural.

Quando se compara a temperatura de degradação térmica dos filamentos de celulose regenerada no sistema EMIMCl, com diferentes concentrações de DMSO aos filmes de celulose regenerada em EMIMCl puro, é possível observar que os filamentos apresentam menor estabilidade térmica, uma vez que a temperatura inicial de degradação térmica é menor em relação ao filme regenerado (249 °C). É possível que este resultado esteja relacionado com a incorporação do cossolvente ao sistema de dissolução da celulose em EMIMCl, que promoveu maior despolimerização da celulose, afetando, portanto, a estabilidade térmica da celulose regenerada.

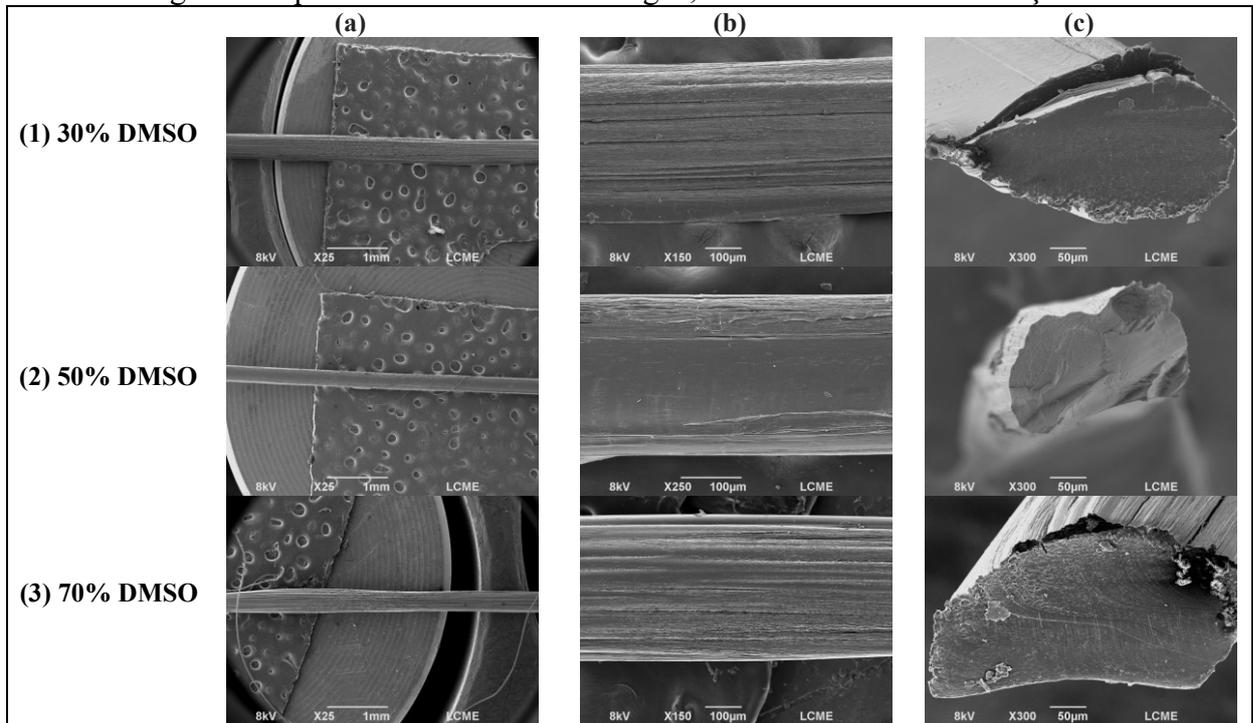
### 4.3.3 Morfologia

A morfologia da superfície e da seção transversal dos filamentos de celulose obtidos no sistema de solvente EMIMCl com diferentes proporções de DMSO e regenerados em água e etanol, investigada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), está apresentada na Figura 29 e na Figura 30. Pode-se observar uma microestrutura lisa, densa, homogênea, sem sinais de vazios e poros nas imagens da superfície e da seção transversal dos filamentos

obtidos no sistema celulose/EMIMCl/DMSO. Este resultado revela a boa capacidade do líquido iônico contendo as diferentes proporções de cossolvente na dissolução da celulose e que o processo de fiação e regeneração ocorreu de forma adequada. A estrutura densa dos filamentos observada nas micrografias está relacionada com o processo de regeneração da celulose no sistema que utilizou a água e o etanol como antissolventes, indicando que as cadeias de celulose se reorganizaram novamente, após o contato com o coagulante. Este resultado é consistente com os filamentos obtidos a partir do sistema BMIMCl/DMSO avaliados por Ma, B. e colaboradores (2013) que utilizaram 25 % de cossolvente para 75 % de líquido iônico na dissolução da celulose, para obtenção de filamentos de celulose regenerada em água.

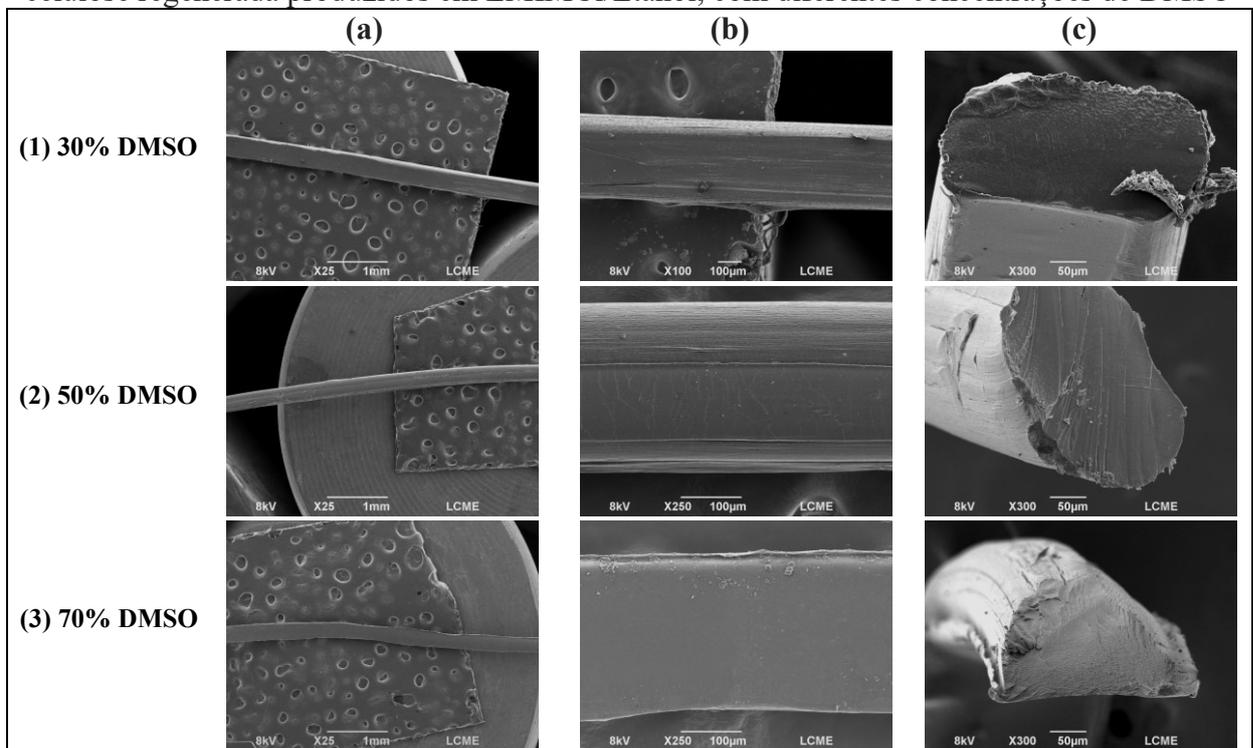
Por outro lado, é possível observar que os filamentos não possuem uma seção circular bem definida, apresentando um achatamento (Figura 29.2c-3c e Figura 30.1c-3c) e uma deformação (Figura 29.1c e Figura 30.3c). Essa característica não era observada macroscopicamente e pode ter sido causada pelas condições de processo de fiação, dentre as quais se destacam a taxa de estiramento, a temperatura de secagem e o diâmetro interno da seringa. Um relato semelhante foi observado por Kim e colaboradores (2019) em estudo anterior sobre processo de fiação a úmido para a obtenção de filamento de nanofibra de celulose.

Figura 29 – Imagens da microestrutura da superfície e da seção transversal dos filamentos de celulose regenerada produzidos em EMIMCl/Água, com diferentes concentrações de DMSO



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Figura 30 – Imagens da microestrutura da superfície e da seção transversal dos filamentos de celulose regenerada produzidos em EMIMCl/Etanol, com diferentes concentrações de DMSO



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

#### 4.3.4 Diâmetro e Título direto

O diâmetro e o título direto dos filamentos de celulose regenerada foram avaliados e podem ser observados na Tabela 9. Os resultados indicam uma tendência de redução nesses parâmetros com a incorporação de quantidades crescentes de DMSO. Este comportamento era esperado tendo em vista que a incorporação de crescentes quantidades de DMSO reduza viscosidade da solução, facilitando o estiramento do filamento no banho de coagulação. Lee, Y. J. e colaboradores (2019) avaliaram as propriedades mecânicas das fibras de celulose regenerada no sistema líquido iônico / cossolvente e observaram que a adição do cossolvente DMSO ao sistema não provocou alterações significativas no diâmetro das fibras de celulose regenerada.

Tabela 9 – Diâmetro e título dos filamentos produzidos em EMIMCl e em diferentes proporções de cossolvente. Regenerados em água e etanol

Antissolvente	% DMSO	Diâmetro (mm)	Título (Tex)
Água	30 – 331	0,248 ± 0,035	114,7
	50 – 398	0,186 ± 0,020	54,35
	70 – 177	0,239 ± 0,010	94,07
Etanol	30 – 684	0,258 ± 0,028	105,0
	50 – 609	0,229 ± 0,016	79,20
	70 – 847	0,202 ± 0,031	83,48

Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

#### 4.3.5 Resistência mecânica

A resistência à tração e o alongamento de todas as composições de filamentos de celulose regenerada podem ser observadas na Tabela 10. Os resultados indicam que as diferentes proporções de cossolvente utilizados na dissolução da celulose em EMIMCl e os diferentes antissolventes utilizados na regeneração não resultaram em mudanças significativas ( $p < 0,05$ ) na resistência à tração e no alongamento dos filamentos de celulose regenerada.

A resistência à tração variou de 122 a 182 MPa. Processos com líquidos iônicos resultam em filamentos com resistência à tração na faixa de 130-375 MPa (HAURU *et al.*, 2014). Quando analisada a tenacidade em cN/Tex, uma unidade comum para expressar a resistência dos filamentos em termos do título, foram observados valores entre 6,04 a 8,60

cN/Tex. Esses resultados são inferiores aos dos filamentos de viscose (22-26 cN/Tex) e Liocel (38-42 cN/Tex).

Filamentos obtidos pela dissolução em líquidos iônicos tendem a apresentar tenacidades similares aos filamentos de viscose e Liocel. Ingildeev e colaboradores (2013), por exemplo, observaram tenacidades de 26,4 cN/Tex para filamentos de celulose regenerada obtida em líquido iônico dietilfosfato de 1-etil-3-metilimidazólio (EMIM DEP). Cabe ressaltar que a cristalinidade e o grau de orientação dos cristais influenciam diretamente na resistência dos filamentos. A baixa cristalinidade da celulose regenerada e a falta de controle do estiramento contribuíram para os resultados de resistência inferiores ao observado na literatura.

Tabela 10 – Resistência à tração ( $\sigma$ ), tenacidade dos filamentos de celulose regenerada obtida em líquido iônico EMIMCl/DMSO a uma taxa de fluxo de 45 mL/h

Antissolvente	% DMSO	$\sigma$ (MPa)	Tenacidade (cN/Tex)	$\epsilon$ (%)
Água	30	168,39 ± 73,65 <sup>a</sup>	6,81 ± 2,24 <sup>a</sup>	2,43 ± 0,94 <sup>a</sup>
	50	180,23±63,29 <sup>a</sup>	8,60 ± 2,19 <sup>a</sup>	5,84 ± 1,86 <sup>a</sup>
	70	174,26±26,59 <sup>a</sup>	8,38 ± 1,07 <sup>a</sup>	6,18 ± 2,45 <sup>a</sup>
Etanol	30	125,47±36,06 <sup>a</sup>	6,04 ± 2,48 <sup>a</sup>	4,64 ± 2,72 <sup>a</sup>
	50	122,78±33,89 <sup>a</sup>	6,44 ± 2,05 <sup>a</sup>	4,53 ± 2,40 <sup>a</sup>
	70	182,32±34,11 <sup>a</sup>	7,84 ± 2,13 <sup>a</sup>	5,03 ± 1,48 <sup>a</sup>

<sup>a</sup>Média ± desvio padrão. Letras iguais em cada coluna indicam que não há diferença significativa ( $p < 0,05$ ) de acordo com o Teste de Tukey.

Fonte: Elaborado pela própria autora (2023).

De Silva, R. e colaboradores (2015) e Olsson e Westman (2013) avaliaram as propriedades mecânicas das fibras de celulose, de algodão e microcristalina, fiadas a úmido em líquido iônico imidazólico e relataram que estas podem ser diretamente afetadas pela taxa de estiramento aplicada durante a fiação.

Em relação ao alongamento, também não foram observadas diferenças significativas entre as amostras. Os valores são da mesma ordem do observado por Cai e colaboradores (2010), que obtiveram alongamentos entre 7 e 8%.

## 5 CONCLUSÕES

O presente estudo permitiu concluir que os líquidos iônicos BMIMCl, EMIMCl e EMIMAc apresentam boa capacidade de dissolução da celulose proveniente de resíduo de algodão pré-consumo, com variação de tempo de dissolução, diante das mesmas condições de processo, como temperatura (110 °C) e concentração de resíduo em solução (3% m/m). A partir da regeneração na forma de filmes utilizando água, etanol, acetona e solução aquosa de ácido acético como antissolventes, foi demonstrado uma redução do grau de polimerização da celulose. A menor despolimerização foi obtida para filmes da dissolução em EMIMAc, seguido do EMIMCl e BMIMCl.

A dissolução completa no líquido iônico EMIMCl e a regeneração homogênea da celulose em água foi confirmada pela análise morfológica, que revelou uma microestrutura lisa e sem estruturas fibrosas e poros. Em comparação com o resíduo de algodão, a celulose regenerada teve uma redução na estabilidade térmica em 25 °C e do grau de cristalinidade em 68%. A estrutura cristalina foi alterada da celulose I, característica da celulose nativa, para celulose II, típica da celulose regenerada.

A utilização do cossolvente dimetilsulfóxido (DMSO) demonstrou ser essencial para reduzir a viscosidade da solução celulósica e viabilizar o processo de fiação a úmido. A proporção máxima de DMSO que permitiu a formação de um filamento contínuo foi de 70%. Os resultados de grau de polimerização indicaram que os filamentos regenerados em etanol apresentaram menor despolimerização do que em água, sendo os maiores valores de DP obtidos para a concentração de 70% de DMSO em EMIMCl.

As diferentes proporções de cossolvente e o uso de água ou etanol como antissolventes não influenciaram a microestrutura dos filamentos, que manteve-se lisa, densa e homogênea. A resistência à tração, a tenacidade e o alongamento dos filamentos também não foram influenciados por essas variáveis. No entanto, a resistência à tração é inferior à dos filamentos de viscose e Liocel, o que pode ser atribuído à baixa cristalinidade da celulose regenerada e à falta de controle do estiramento dos filamentos.

De forma geral, este estudo evidenciou que resíduos industriais de algodão, os quais são geralmente descartados ou destinados a produtos de baixo valor agregado, podem ser utilizados para obtenção de filamentos de celulose regenerada a partir da dissolução em líquidos iônicos, contribuindo com a sustentabilidade da cadeia têxtil.

## 6 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A presente pesquisa recomenda trabalhos futuros que envolvam:

- Avaliar o efeito da proporção de matéria-prima na viscosidade e grau de polimerização das soluções obtidas;
- Estudar os efeitos da viscosidade no processo de dissolução da celulose e no processo de fiação para obtenção de filamentos regenerados;
- Avaliar os efeitos de diferentes condições de dissolução nas propriedades dos filamentos de celulose regenerada;
- Avaliar a influência de diferentes solventes na viscosidade e no grau de polimerização, nas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas dos filamentos obtidos;
- Avaliar o controle de diferentes taxas de bombeamento e de estiramento na obtenção de filamentos de celulose regenerada.

## REFERÊNCIAS

ABIDI, Nouredine; MANIKE, Maheshika. X-ray diffraction and FTIR investigations of cellulose deposition during cotton fiber development. **Textile Research Journal**, [s. l.], v. 88, n. 7, p. 719–730, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0040517516688634>

ACHARYA, Sanjit *et al.* Preparation and characterization of transparent cellulose films using an improved cellulose dissolution process: ARTICLE. **Journal of applied polymer science**, [s. l.], v. 134, n. 21, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.44871>.

ADLER, Anneli *et al.* Lignin-first biorefining of Nordic poplar to produce cellulose fibers could displace cotton production on agricultural lands. **Joule**, [s. l.], v. 6, n. 8, p. 1845–1858, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JOULE.2022.06.021>.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D123-19: Standard Terminology Relating to Textiles. *In*: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) (org.). **Annual Book of ASTM Standards**. United States: American Society for Testing and Materials (ASTM), 2019. p. 70.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D1795-13: Standard Test Method for Intrinsic Viscosity of Cellulose. *In*: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) (org.). **Annual Book of ASTM Standards**. United State: American Society for Testing and Materials (ASTM), 2021a. p. 6. Disponível em: <https://doi.org/10.1520/D1795-13R21>

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D2256/D2256M: Standard Test Method for Tensile Properties of Yarns by the Single-Strand Method. *In*: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) (org.). **Annual Book of ASTM Standards**. United State: American Society for Testing and Materials (ASTM), 2021b. p. 13. *E-book*.

ARAGÃO, Guilherme Hodas; SANCHES, Regina Aparecida. **Estudo comparativo das características das malhas fabricadas com fibras de viscose e de viscose de bambu**. 112 f. 2015. - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.11606/D.100.2013.tde-18082015-152720>

ASAADI, Shirin *et al.* Renewable High-Performance Fibers from the Chemical Recycling of Cotton Waste Utilizing an Ionic Liquid. **ChemSusChem**, Germany, v. 9, n. 22, p. 3250–3258, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/cssc.201600680>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA TÊXTIL E DE CONFECÇÃO. **Perfil do setor têxtil e de confecções**. [S. l.], 2021. Disponível em: <https://www.abit.org.br/cont/perfil-do-setor>. Acesso em: 29 ago. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12744: Fibras têxteis - Classificação**. Esta Norma classifica as fibras têxteis mais utilizadas atualmente. Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), 1992. Seção 1, p. 8.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7730: Pasta celulósica: Determinação de viscosidade intrínseca em solução de cuproetilenodiamina (CUEN) com viscosímetro do tipo capilar C26-1996** Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), 1998. Seção 9, p. 110–118.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DOS PRODUTORES DE ALGODÃO. **Algodão no Mundo**. [S. l.], 2021. Disponível em: [https://www.abrapa.com.br/Paginas/Dados/Algodão no Mundo.aspx](https://www.abrapa.com.br/Paginas/Dados/Algodão%20no%20Mundo.aspx). Acesso em: 22 ago. 2022.

ATALIE, Desalegn; ROTICH, Gideon K. The influence of yarn parameters on thermo-physiological comfort of cotton woven fabrics. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 146, n. 5, p. 2035–2047, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10973-020-10454-Y/TABLES/6>

ATES, Busra; CERKEZ, Idris. Dual antibacterial functional regenerated cellulose fibers. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, v. 134, n. 21, p. np-n/a, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.44872>

AZIMI, Bahareh *et al.* Cellulose-based fiber spinning processes using ionic liquids. **Cellulose** [s. l.], v. 29, n. 6, p. 3079–3129, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-022-04473-1>

BABICKA, Marta *et al.* Preparation of Nanocellulose Using Ionic Liquids: 1-Propyl-3-Methylimidazolium Chloride and 1-Ethyl-3-Methylimidazolium Chloride. **Molecules**, [s. l.], v. 25, n. 7, p. 1544, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/MOLECULES25071544>

BAGHAEI, Behnaz; SKRIFVARS, Mikael. All-Cellulose Composites: A Review of Recent Studies on Structure, Properties and Applications. **Molecules (Basel, Switzerland)**, Switzerland, v. 25, n. 12, p. 2836, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/molecules25122836>

BAHADUR, Indra *et al.* Ionic liquids as environmental benign solvents for cellulose chemistry: a review. **Solvents, Ionic Liquids and Solvent Effects**, [s. l.], p. 1–12, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/INTECHOPEN.76433>

BAI, Yan *et al.* Preparation and application of cellulose gel in flexible supercapacitors. **Journal of Energy Storage**, [s. l.], v. 42, p. 103058, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.EST.2021.103058>

BAJPAI, Pratima. Physical and chemical characteristics of lignocellulosic biomass. **Lignocellulosic Biomass in Biotechnology**, [s. l.], p. 11–24, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821889-1.00001-1>

BASIT, Abdul *et al.* The Mechanical and Comfort Properties of Sustainable Blended Fabrics of Bamboo With Cotton and Regenerated Fibers. **Clothing and textiles research journal**, Los Angeles, CA, v. 36, n. 4, p. 267–280, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0887302X18782778>

BJÖRQUIST, Stina *et al.* Textile qualities of regenerated cellulose fibers from cotton waste pulp. **Textile research journal**, London, England, v. 88, n. 21, p. 2485–2492, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0040517517723021>

BLAS-SEVILLANO, R. H. *et al.* Physicochemical characterization of several types of naturally colored cotton fibers from Peru. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 197, p. 246–252, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2018.06.006>

BODACHIVSKYI, Iurii *et al.* Dissolution of Cellulose: Are Ionic Liquids Innocent or Noninnocent Solvents? **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 27, p. 10142–10150, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c02204>

CABRALES, Luis; ABIDI, Noureddine. Kinetics of Cellulose Deposition in Developing Cotton Fibers Studied by Thermogravimetric Analysis. **Fibers**, [s. l.], v. 7, n. 9, p. 78, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/FIB7090078>

CAI, Tao *et al.* Structure and properties of cellulose fibers from ionic liquids. **Journal of Applied Polymer Science**, [s. l.], v. 115, n. 2, p. 1047–1053, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/APP.31081>

CAO, Yujin *et al.* Imidazolium-based ionic liquids for cellulose pretreatment: recent progresses and future perspectives. **Applied Microbiology and Biotechnology**, [s. l.], v. 101, n. 2, p. 521–532, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S00253-016-8057-8>

CARLOS, Aline Cardoso. **Prospecção de microrganismos e genes envolvidos na biodegradação de petróleo e derivados**. 101 f. 2019. - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, [s. l.], 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/27078>. Acesso em: 1 ago. 2022.

CHEN, Hong-Zhang; WANG, Ning; LIU, Li-Ying. Regenerated cellulose membrane prepared with ionic liquid 1-butyl-3-methylimidazolium chloride as solvent using wheat straw. **Journal of chemical technology and biotechnology (1986)**, Chichester, UK, v. 87, n. 12, p. 1634–1640, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/jctb.3802>

CHEN, J. Synthetic Textile Fibers. *In*: UNIVERSITY OF TEXAS AT AUSTIN (org.). **Textiles and Fashion**. Austin, TX, USA: Elsevier, 2015. p. 79–95. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-931-4.00004-0>

CHEN, Rong *et al.* Methanogenic degradation of toilet-paper cellulose upon sewage treatment in an anaerobic membrane bioreactor at room temperature. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 228, p. 69–76, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2016.12.089>

CHEN, Xi *et al.* Advanced Nanowood Materials for the Water–Energy Nexus. **Advanced Materials**, [s. l.], v. 33, n. 28, p. 2001240, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/ADMA.202001240>

CHENG, Minghui *et al.* Water productivity and seed cotton yield in response to deficit irrigation: A global meta-analysis. **Agricultural Water Management**, [s. l.], v. 255, p. 107027, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.AGWAT.2021.107027>

COSERI, Sergiu. Cellulose: To depolymerize... or not to? **Biotechnology advances**, England, v. 35, n. 2, p. 251–266, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2017.01.002>

CRUZ, Carolina; CIACH, Alina. Phase Transitions and Electrochemical Properties of Ionic Liquids and Ionic Liquid–Solvent Mixtures. **Molecules**, [s. l.], v. 26, n. 12, p. 3668, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/MOLECULES26123668>

CUISSINAT, Céline; NAVARD, Patrick; HEINZE, Thomas. Swelling and dissolution of cellulose, Part V: cellulose derivatives fibres in aqueous systems and ionic liquids. **Cellulose**, [s. l.], v. 15, n. 1, p. 75–80, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-007-9159-3>

CUMPLIDO, M. Pilar *et al.* Separation of the azeotropic mixture 2-propanol + water employing different imidazolium ionic liquids as solvents. **The Journal of Chemical Thermodynamics**, [s. l.], v. 140, p. 105889, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JCT.2019.105889>

D'ACIERNO, Francesco *et al.* Thermal Degradation of Cellulose Filaments and Nanocrystals. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 21, n. 8, p. 3374–3386, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACS.BIOMAC.0C00805>

DASH, Madhusmita; MOHANTY, Kaustubha. Effect of different ionic liquids and anti-solvents on dissolution and regeneration of Miscanthus towards bioethanol. **Biomass and Bioenergy**, [s. l.], v. 124, p. 33–42, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.BIOMBIOE.2019.03.006>

DE SILVA, Rasike *et al.* Development of a novel regenerated cellulose composite material. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 121, p. 382–387, 2015. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.12.018>

DE SILVA, Rasike *et al.* Understanding key wet spinning parameters in an ionic liquid spun regenerated cellulosic fibre. **Cellulose**, [s. l.], v. 23, n. 4, p. 2741–2751, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10570-016-0989-8>

DE SILVA, Rasike; BYRNE, Nolene. Utilization of cotton waste for regenerated cellulose fibres: Influence of degree of polymerization on mechanical properties. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 174, p. 89–94, 2017. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.06.042>

DEFRATES, Kelsey G. *et al.* Protein-Based Fiber Materials in Medicine: A Review. **Nanomaterials**, [s. l.], v. 8, n. 7, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/NANO8070457>

DISSANAYAKE, Niwanthi *et al.* Substituent effects on cellulose dissolution in imidazolium-based ionic liquids. **Cellulose**, [s. l.], v. 25, n. 12, p. 6887–6900, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2055-1>

DONG, Kun *et al.* Hydrogen Bonds in Imidazolium Ionic Liquids. **The Journal of Physical Chemistry A**, [s. l.], v. 110, n. 31, p. 9775–9782, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/jp054054c>

DUAN, Yaqing *et al.* Cellulose and chitin composite materials from an ionic liquid and a green co-solvent. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 192, p. 159–165, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2018.03.045>

DUARTE, Hugo Manuel Matias. **Desenvolvimento e caracterização de solventes aquosos para a dissolução de celulose: reologia e comportamento de fase**. 98 f. 2014. - Universidade do Algarve, [s. l.], 2014. Disponível em: <https://doi.org/http://hdl.handle.net/10400.1/7056>

EBNER, Gerald *et al.* The effect of 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate on the enzymatic degradation of cellulose. **Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic**, [s. l.], v. 99, p. 121–129, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLCATB.2013.11.001>

EL SEOUD, Omar A. *et al.* Applications of ionic liquids in carbohydrate chemistry: A window of opportunities. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 8, n. 9, p. 2629–2647, 2007. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1021/bm070062i>

EL SEOUD, Omar A. *et al.* Cellulose in Ionic Liquids and Alkaline Solutions: Advances in the Mechanisms of Biopolymer Dissolution and Regeneration. **Polymers**, Switzerland, v. 11, n. 12, p. 1917, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym11121917>

ELHI, Fred; AID, Tiina; KOEL, Mihkel. Ionic liquids as solvents for making composite materials from cellulose. **Proceedings of the Estonian Academy of Sciences**, [s. l.], v. 65, n. 3, p. 255–266, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.3176/proc.2016.3.09>

ELMOGAHZY, Yehia; FARAG, Ramsis. 7 - Tensile properties of cotton fibers: Importance, research, and limitations. **Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres**, [s. l.], p. 223–273, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101272-7.00007-9>

ERISMANN, Norma de Magalhães *et al.* Determinação do número e do ângulo de convolução da fibra de algodão e sua relação com propriedades tecnológicas da fibra e do fio. **Bragantia**, [s. l.], v. 57, n. 2, p. 279–283, 1998. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0006-87051998000200010>

FAND, Babasaheb B. *et al.* Widespread infestation of pink bollworm, *Pectinophora gossypiella* (Saunders) (Lepidoptera: Gelechiidae) on Bt cotton in Central India: a new threat and concerns for cotton production. **Phytoparasitica**, [s. l.], v. 47, n. 3, p. 313–325, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s12600-019-00738-x>

FLIEGER, Jolanta; FLIEGER, Michał. Ionic Liquids Toxicity—Benefits and Threats. **International Journal of Molecular Sciences** 2020, Vol. 21, Page 6267, [s. l.], v. 21, n. 17, p. 6267, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/IJMS21176267>

FRANZOI, Ana Cristina *et al.* Incorporação de líquidos iônicos e nanopartículas metálicas na construção de sensores eletroquímicos. **Química Nova**, [s. l.], v. 34, n. 6, p. 1042–1050, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422011000600022>

GHASEMI, Mohammad; TSIANOU, Marina; ALEXANDRIDIS, Paschalis. Assessment of solvents for cellulose dissolution. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 228, p. 330–338, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2016.12.049>

GONDHALEKAR, S C *et al.* Mechanism of xanthation reaction in viscose process. **Cellulose**, Maharashtra, India, v. 26, n. 3, p. 1595–1604, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2213-5>

GRØSSEREID, Ingrid *et al.* New dual functionalized zwitterions and ionic liquids; Synthesis and cellulose dissolution studies. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 292, p. 111353, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2019.11135>

GRZĄBKA-ZASADZIŃSKA, Aleksandra; AMIETSZAJEW, Tazdin; BORYSIK, Sławomir. Thermal and mechanical properties of chitosan nanocomposites with cellulose modified in ionic liquids. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 130, n. 1, p. 143–154, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10973-017-6295-3>

GUPTA, M. K; RAMESH, Manickam; THOMAS, Sabu. Effect of hybridization on properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites (2001–2020): A review. **Polymer Composites**, [s. l.], v. 42, n. 10, p. 4981–5010, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/pc.26244>.

HAJLANE, Abdelghani; JOFFE, Roberts; KADDAMI, Hamid. Cellulose nanocrystal deposition onto regenerated cellulose fibres: effect on moisture absorption and fibre–matrix adhesion. **Cellulose**, [s. l.], v. 25, n. 3, p. 1783–1793, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-018-1680-Z>

HANCOX, Neil. Polymer science and technology. **Materials & Design**, [s. l.], v. 16, n. 3, p. 189, 1995. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(95\)90127-2](https://doi.org/10.1016/0261-3069(95)90127-2)

HANDY, Scott T.; OKELLO, Maurice. The 2-position of imidazolium ionic liquids: Substitution and exchange. **Journal of Organic Chemistry**, [s. l.], v. 70, n. 5, p. 1915–1918, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/JO0480850>

HARZALLAH, Omar; DRE, Jean-Yves. Macro and Micro Characterization of Biopolymers: Case of Cotton Fibre. **Biotechnology of Biopolymers**, [s. l.], 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/16831>

HAURU, Lauri K.J. J *et al.* Dry jet-wet spinning of strong cellulose filaments from ionic liquid solution. **Cellulose**, [s. l.], v. 21, n. 6, p. 4471–4481, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-014-0414-0>

HAWKINS, James E. *et al.* Time temperature superposition of the dissolution of cellulose fibres by the ionic liquid 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate with cosolvent dimethyl sulfoxide. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, [s. l.], v. 2, p. 100021, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARPTA.2020.100021>

HEARLE, J.W.S. Fibre structure: its formation and relation to performance. *In*: HANDBOOK OF TEXTILE FIBRE STRUCTURE. [S. l.]: Elsevier, 2009. v. 1, p. 3–21. Disponível em: <https://doi.org/10.1533/9781845696504.1.3>

HINNER, Lars P. *et al.* Efficient cellulose dissolution in a tertiary [EHEMIM]-[EMIM]OAc-water system. **Journal of molecular liquids**, [s. l.], v. 281, p. 236–242, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.02.096>

HU, Kehui *et al.* Experimental and theoretical studies of chitosan dissolution in ionic liquids: Contribution ratio effect of cations and anions. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 331, p. 115762, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2021.115762>

HUANG, Hailong *et al.* NMR Study on the Roles of Li<sup>+</sup> in the Cellulose Dissolution Process. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, [s. l.], v. 7, n. 1, p. 618–624, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACSSUSCHEMENG.8B04177>

ICHWAN, Muhammad; SON, Tae-Won. Preparation and characterization of dense cellulose film for membrane application. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, v. 124, n. 2, p. 1409–1418, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.35104>

IMMICH, Ana Paula Serafini *et al.* Fibras. *In*: UFSC, Editora da (org.). **Engenharia Têxtil: uma abordagem simplificada**. 1. ed. Florianópolis: [s. n.], 2022. p. 311.

INAMUDDIN (org.). Binders Such as Adhesives, Gums, Wallpaper Paste, Resins, or Any Subclass in Polymer Division. *In*: **Green Polymer Composites Technology: Properties and Applications**. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, 2016. p. 71–84. Disponível em: <https://doi.org/10.1201/9781315371184-12>

INGILDEEV, D *et al.* Comparison of direct solvents for regenerated cellulosic fibers via the lyocell process and by means of ionic liquids. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, v. 128, n. 6, p. 4141–4150, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.38470>

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA-INMETRO. **Portaria n.º 118, de 11 de março de 2021, que aprova o Regulamento Técnico Mercosul sobre Etiquetagem de Produtos Têxteis - Consolidado Brasil**: Ministério da Economia, 2021. p. 20. Disponível em: <http://sistema-sil.inmetro.gov.br/rtac/RTAC002713.pdf>. Acesso em: 26 jul. 2022.

INTELIGÊNCIA DE MERCADO. **Brasil Têxtil 2021: Relatório Setorial da Indústria Têxtil Brasileira**. 21. ed. São Paulo: Inteligência de Mercado (IEMI), 2021. *E-book*.

JEDVERT, Kerstin; HEINZE, Thomas. Cellulose modification and shaping—a review. **Journal of Polymer Engineering**, [s. l.], v. 37, n. 9, p. 845–860, 2017a. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/POLYENG-2016-0272>

JEDVERT, Kerstin; HEINZE, Thomas. Cellulose modification and shaping - A review. **Journal of Polymer Engineering**, [s. l.], v. 37, n. 9, p. 845–860, 2017b. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/polyeng-2016-0272>

JIANG, Xiaoya *et al.* A review on raw materials, commercial production and properties of lyocell fiber. **Journal of Bioresources and Bioproducts**, [s. l.], v. 5, n. 1, p. 16–25, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2020.03.002>

JIMAT, Dzun Noraini; AVICEENA. Isolation of microfibrillated cellulose (MFC) via fungal cellulases hydrolysis combined with ultrasonication. **Multifaceted Protocol in Biotechnology**, [s. l.], p. 109–118, 2019. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-981-13-2257-0\\_10](https://doi.org/10.1007/978-981-13-2257-0_10)

JORDÃO, Caroline. **Caracterização e análise econômica da produção de celulose microfibrilada pelo método grinding**. 91 f. 2020. - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2020. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/68027>. Acesso em: 28 set. 2022.

KANELLI, Maria *et al.* Surface modification of polyamide 6.6 fibers by enzymatic hydrolysis. **Process Biochemistry**, [s. l.], v. 59, p. 97–103, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2016.06.022>

KHANZADA, Haleema; KHAN, Muhammad Qamar; KAYANI, Saleha. **Cotton Based Clothing**. Springer, Singapore, 2020. p. 377–391. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-981-15-9169-3\\_15](https://doi.org/10.1007/978-981-15-9169-3_15)

KIM, Hyun Chan *et al.* Effect of Wet Spinning and Stretching to Enhance Mechanical Properties of Cellulose Nanofiber Filament. **International Journal of Precision Engineering and Manufacturing - Green Technology**, [s. l.], v. 6, n. 3, p. 567–575, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S40684-019-00070-Z>

KLEMM, Dieter *et al.* Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. **Angewandte Chemie International Edition**, [s. l.], v. 44, n. 22, p. 3358–3393, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/ANIE.200460587>

KNIHS, Aline Ferreira *et al.* Propriedades de fibras de celulose regenerada. *In*: EVEN3 (org.). **Anais do Congresso Brasileiro Interdisciplinar em Ciência e Tecnologia**. 3. ed. Diamantina(MG) Online: Even3 – Sistema de Gestão de Eventos, 2022. Disponível em: <https://doi.org/doi.org/10.29327/167942>

KOCIĆ, Ana *et al.* UV protection afforded by textile fabrics made of natural and regenerated cellulose fibres. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 228, p. 1229–1237, 2019. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.355>

KRUMM, Christoph; PFAENDTNER, Jim; DAUENHAUER, Paul J. Millisecond Pulsed Films Unify the Mechanisms of Cellulose Fragmentation. **Chemistry of Materials**, [s. l.], v. 28, n. 9, p. 3108–3114, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACS.CHEMMATER.6B00580>

LE MOIGNE, Nicolas *et al.* Gradient in Dissolution Capacity of Successively Deposited Cell Wall Layers in Cotton Fibres. **Macromolecular Symposia**, [s. l.], v. 262, n. 1, p. 65–71, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/MASY.200850207>

LEE, Christopher M. *et al.* Cellulose polymorphism study with sum-frequency-generation (SFG) vibration spectroscopy: Identification of exocyclic CH<sub>2</sub>OH conformation and chain orientation. **Cellulose**, [s. l.], v. 20, n. 3, p. 991–1000, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-013-9917-3>

LEE, Young Jae *et al.* Structure and Mechanical Properties of Regenerated Cellulose Fibers Wet-Spun from Ionic Liquid/Cosolvent Systems. **Fibers and Polymers**, [s. l.], v. 20, n. 3, p. 501–511, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s12221-019-8335-z>

LETHESH, Kallidanthiyil Chellappan *et al.* Highly efficient cellulose dissolution by alkaline ionic liquids. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 229, p. 115594, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2019.115594>

LI, Jinling *et al.* Structure and Properties of Regenerated Cellulose Fibers Based on Dissolution of Cellulose in a CO<sub>2</sub> Switchable Solvent. **ACS sustainable chemistry & engineering**, [s. l.], v. 9, n. 13, p. 4744–4754, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c08907>

LI, Mi *et al.* Recent advancements of plant-based natural fiber–reinforced composites and their applications. **Composites Part B: Engineering**, [s. l.], v. 200, p. 108254, 2020. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108254>

LI, Xiaojun *et al.* Cellulose fibers from cellulose/1-ethyl-3-methylimidazolium acetate solution by wet spinning with increasing spinning speeds. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, NJ, v. 131, n. 9, p. np-n/a, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.40225>

LI, Ya Yu *et al.* Review of Recent Development on Preparation, Properties, and Applications of Cellulose-Based Functional Materials. **International Journal of Polymer Science**, [s. l.], v. 2018, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2018/8973643>

LI, Ziqian *et al.* Ionic liquid-mediated regeneration of cellulose dramatically improves decrystallization, TEMPO-mediated oxidation and alkyl/alkenyl succinylation. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], p. 123983, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2023.123983>

LIANG, Yunhao *et al.* Dissolution of cotton by 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate studied with time–temperature superposition for three different fibre arrangements. **Cellulose**, [s. l.], v. 28, n. 2, p. 715–727, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-020-03576-X>

LIANG, Yunhao; RIES, Michael E.; HINE, Peter J. Three methods to measure the dissolution activation energy of cellulosic fibres using time-temperature superposition. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 291, p. 119541, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2022.119541>

LIEBERT, Tim. Cellulose solvents-remarkable history, bright future. **ACS Symposium Series**, [s. l.], v. 1033, p. 3–54, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/BK-2010-1033.CH001>

LIMA, Mailon *et al.* Characterization of Cellulosic Cotton Residue Produced by Sanding Process and Applied to Cement Pastes. **Preprints.org**, [s. l.], 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.20944/PREPRINTS201911.0155.V1>

LINDMAN, Björn; KARLSTRÖM, Gunnar; STIGSSON, Lars. On the mechanism of dissolution of cellulose. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 156, n. 1, p. 76–81, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2010.04.016>

LIU, Jianli *et al.* Microfiber pollution: an ongoing major environmental issue related to the sustainable development of textile and clothing industry. **Environment, Development and Sustainability**, [s. l.], v. 23, n. 8, p. 11240–11256, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10668-020-01173-3>

LIU, Shihong *et al.* Synthesis, antibiotic structure-activity relationships, and cellulose dissolution studies of new room-temperature ionic liquids derived from lignin. **Biotechnology for Biofuels**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. NA-NA, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/S13068-021-01898-X>

LIU, Wei *et al.* Enhancement of cellulose reactivity using an ionic liquid pretreatment step. **Cellulose Chem. Technol**, [s. l.], v. 49, n. 6, p. 397–403, 2015.

LIU, Yaowen *et al.* A review of cellulose and its derivatives in biopolymer-based for food packaging application. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 112, p. 532–546, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2021.04.016>

LIU, Yun *et al.* Could the recycled yarns substitute for the virgin cotton yarns: a comparative LCA. **International Journal of Life Cycle Assessment**, [s. l.], v. 25, n. 10, p. 2050–2062, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S11367-020-01815-8/FIGURES/6>

LIU, Zhen *et al.* Characterization of the regenerated cellulose films in ionic liquids and rheological properties of the solutions. **Materials Chemistry and Physics**, [s. l.], v. 128, n. 1–2, p. 220–227, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MATCHEMPHYS.2011.02.062>

LIU, Zhenghui *et al.* Preparation and characterization of regenerated cellulose from ionic liquid using different methods. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 117, p. 54–62, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.09.053>

LIYANAGE, Sumedha; ABIDI, Noureddine. Molecular weight and organization of cellulose at different stages of cotton fiber development. **Textile Research Journal**, [s. l.], v. 89, n. 5, p. 726–738, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/0040517517753642>

LONG, Wei *et al.* State-of-art review on preparation, surface functionalization and biomedical applications of cellulose nanocrystals-based materials. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 186, p. 591–615, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2021.07.066>

LV, Yuxia *et al.* Rheological properties of cellulose/ionic liquid/dimethylsulfoxide (DMSO) solutions. **Polymer**, [s. l.], v. 53, n. 12, p. 2524–2531, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POLYMER.2012.03.037>

MA, Bomou *et al.* Preparation of cellulose hollow fiber membrane from bamboo pulp/1-butyl-3-methylimidazolium chloride/dimethylsulfoxide system. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, [s. l.], v. 52, n. 27, p. 9417–9421, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/IE401097D>

MA, Yibo *et al.* Upcycling of waste textiles into regenerated cellulose fibres: impact of pretreatments. **Journal of the Textile Institute**, Australia, v. 111, n. 5, p. 630–638, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/00405000.2019.1656355>

MAHLTIG, Boris. Cellulosic-Based Composite Fibers. **Inorganic and Composite Fibers: Production, Properties, and Applications**, [s. l.], p. 277–301, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102228-3.00013-X>

MAI, Ngoc Lan; KOO, Yoon Mo. Computer-Aided Design of Ionic Liquids for High Cellulose Dissolution. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, [s. l.], v. 4, n. 2, p. 541–547, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACSSUSCHEMENG.5B00958>

MAIA, Thiago Henrique Silveira. **Compósitos e nanocompósitos de polietileno-celulose: efeito do tamanho e da composição da fibra e do processamento nas propriedades óticas e mecânicas dos filmes**. 132 f. 2017. - Universidade Federal de São Carlos, [s. l.], 2017. Disponível em: [https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/9685/MAIA\\_Thiago\\_2018.pdf?sequence=5&isAllowed=y](https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/9685/MAIA_Thiago_2018.pdf?sequence=5&isAllowed=y). Acesso em: 23 ago. 2022.

MÄKELÄ, Valtteri *et al.* Clustered Single Cellulosic Fiber Dissolution Kinetics and Mechanisms through Optical Microscopy under Limited Dissolving Conditions. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 19, n. 5, p. 1635–1645, 2018. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1021/acs.biomac.7b01797>

MANZATO, L. *et al.* New approach for extraction of cellulose from tucumã's endocarp and its structural characterization. **Journal of Molecular Structure**, [s. l.], v. 1143, p. 229–234, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLSTRUC.2017.04.088>

MARKIEWICZ, Marta *et al.* Changes in zeta potential of imidazolium ionic liquids modified minerals – Implications for determining mechanism of adsorption. **Chemosphere**, [s. l.], v. 90, n. 2, p. 706–712, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2012.09.053>

MATHER, Robert R.; WARDMAN, Roger H. **The chemistry of textile fibres**. Cambridge, England: RSC Publishing, 2011.

MEDRONHO, Bruno; LINDMAN, Björn. Brief overview on cellulose dissolution/regeneration interactions and mechanisms. **Advances in Colloid and Interface Science**, [s. l.], v. 222, p. 502–508, 2015. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.05.004>

MEDRONHO, Bruno; LINDMAN, Björn. Competing forces during cellulose dissolution: From solvents to mechanisms. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, [s. l.], v. 19, n. 1, p. 32–40, 2014.

MEENATCHI, B.; RENUGA, V.; MANIKANDAN, A. Cellulose dissolution and regeneration using various imidazolium based protic ionic liquids. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 238, p. 582–588, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2016.05.008>

MENDES, Inês S.F. F; PRATES, António; EVTUGUIN, Dmitry V. Production of rayon fibres from cellulosic pulps: State of the art and current developments. **Carbohydrate polymers**, [s. l.], v. 273, p. 118466, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118466>

MENG, Yahui; PANG, Zhiqiang; DONG, Cuihua. Enhancing cellulose dissolution in ionic liquid by solid acid addition. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 163, p. 317–323, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2017.01.085>

MINISTÉRIO DA ECONOMIA; COMEX STAT. **Exportação brasileira de produtos têxteis e confeccionados**. [S. l.: s. n.], 2022. Disponível em: [https://sinditextilsp.org.br/home/wp-content/uploads/2022/08/N0\\_EXP-BR-SEG-202207-YTD.pdf](https://sinditextilsp.org.br/home/wp-content/uploads/2022/08/N0_EXP-BR-SEG-202207-YTD.pdf). Acesso em: 29 ago. 2022.

MINNICK, David L. *et al.* Cellulose Solubility in Ionic Liquid Mixtures: Temperature, Cosolvent, and Antisolvent Effects. **Journal of Physical Chemistry B**, [s. l.], v. 120, n. 32, p. 7906–7919, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACS.JPCB.6B04309>

MIÚRA, MARCELO; MUNOZ, Sandra Paola Vilches. **Manual Técnico: Têxtil e Vestuário - Fibras**. 1. ed. São Paulo: SENAI MIX DESIGN, 2015. *E-book*.

MOHAMED, Siti Hajar *et al.* Recycling Waste Cotton Cloths for the Isolation of Cellulose Nanocrystals: A Sustainable Approach. **Polymers**, [s. l.], v. 13, n. 4, p. 626, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/POLYM13040626>

MOON, Robert J. *et al.* Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. **Chemical Society Reviews**, [s. l.], v. 40, n. 7, p. 3941–3994, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/C0CS00108B>

MORAES, Douglas M. *et al.* Environmentally-responsible corporate: Actions analysis of Latin American pulp and paper industry. **Environmental Challenges**, [s. l.], v. 4, p. 100153, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.ENVC.2021.100153>

MORÁN, Juan I. *et al.* Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. **Cellulose**, [s. l.], v. 15, n. 1, p. 149–159, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-007-9145-9>

MUDDASAR, Muhammad *et al.* Cellulose: Characteristics and applications for rechargeable batteries. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 219, p. 788–803, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2022.08.026>

NACCI, Tommaso *et al.* Characterization of textile fibers by means of EGA-MS and Py-GC/MS. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, [s. l.], v. 165, p. 105570, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2022.105570>

NAGARAJAN, Sanjay *et al.* Cellulose II as bioethanol feedstock and its advantages over native cellulose. **Renewable & sustainable energy reviews**, [s. l.], v. 77, p. 182–192, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.03.118>

NGUYEN, Quan V. *et al.* The environmental consequences of a change in Australian cotton lint production. **International Journal of Life Cycle Assessment**, [s. l.], v. 26, n. 12, p. 2321–2338, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S11367-021-01994-Y>

OHNO, Emiko; MIYAFUJI, Hisashi. Decomposition of cellulose in an ionic liquid, 1-ethyl-3-methylimidazolium chloride. **Journal of Wood Science**, [s. l.], v. 60, n. 6, p. 428–437, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10086-014-1421-3>

OLIVEIRA, Leticia Mota de. **Caracterização do compósito de borracha natural reforçado com nanocristais de celulose**. 108 f. 2017. - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, [s. l.], 2017. Acesso em 9 abr. 2023.

OLSSON, Carina. **Cellulose processing in ionic liquid based solvents**. [S. l.]: Chalmers Tekniska Hogskola (Sweden), 2014. *E-book*.

OLSSON, Carina *et al.* Effect of methylimidazole on cellulose/ionic liquid solutions and regenerated material therefrom. **Journal of materials science**, Boston, v. 49, n. 9, p. 3423–3433, 2014a. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8052-3>

OLSSON, Carina *et al.* Influence of water on swelling and dissolution of cellulose in 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 99, p. 438–446, 2014b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2013.08.042>

OLSSON, Carina; WESTMAN, Gunnar. Wet spinning of cellulose from ionic liquid solutions-viscometry and mechanical performance. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, v. 127, n. 6, p. 4542–4548, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.38064>

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. **Guia sobre Desenvolvimento Sustentável: 17 objetivos para transformar o nosso mundo Centro de Informação Regional das Nações Unidas para a Europa Ocidental**. Bruxelas: [s. n.], 2018. Disponível em: <https://unic.org/pt/Objetivos-de-Desenvolvimento-Sustentavel/>. Acesso em: 1 ago. 2022.

PAIVA, Tiago *et al.* On the influence of imidazolium ionic liquids on cellulose derived polymers. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 114, p. 353–360, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2019.02.032>

PAL, S.; MUKHERJEE, A.; GHOSH, P. Imidazolium-based ionic liquid–assisted processing of natural biopolymers containing amine/amide functionalities for sustainable fiber production. **Materials Today Sustainability**, [s. l.], v. 14, p. 100082, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MTSUST.2021.100082>

PANG, Jin-Hui *et al.* Fabrication and Characterization of Regenerated Cellulose Films Using Different Ionic Liquids. **Journal of spectroscopy (Hindawi)**, [s. l.], v. 2014, p. 1–8, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2014/214057>

PARAJULI, Prakash *et al.* 4 - Regenerated cellulose in textiles: rayon, lyocell, modal and other fibres. *In*: MONDAL, Md. Ibrahim H B T - **Fundamentals of Natural Fibres and Textiles (org.)**. **The Textile Institute Book Series**. [S. l.]: Woodhead Publishing, 2021. p. 87–110. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821483-1.00015-2>

PETER, Zugenmaier. Order in cellulose: Historical review of crystal structure research on cellulose. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 254, p. 117417, 2021. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117417>

PETERS, Greg M.; SANDIN, Gustav; SPAK, Björn. Environmental Prospects for Mixed Textile Recycling in Sweden. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, Gothenburg, 41296, Sweden, v. 7, n. 13, p. 11682–11690, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b01742>

PINKERT, Andre. **Investigations on the use of ionic liquids for superior biomass processing**. 185 f. 2011. - University of Canterbury. Chemical and Process Engineering, [s. l.], 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.26021/3312>. Acesso em: 10 out. 2022.

POLETTI, Matheus; PISTOR, Vincios; J., Ademir. Structural Characteristics and Thermal Properties of Native Cellulose. *In*: **Cellulose - Fundamental Aspects**. [S. l.]: InTech, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/50452>. Acesso em: 15 set. 2022.

POONGODI, G.R. R *et al.* Effects of Alkali Treatment and Strain Hardening on the Mechanical, Dye Uptake, and Structural Properties of Regenerated Cellulosic Yarns. **Journal of Natural Fibers**, India, v. 18, n. 1, p. 122–135, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1612809>

QUEIRÓS, C. S.G.P. *et al.* The influence of water on the thermophysical properties of 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 297, p. 111925, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2019.111925>

REBIÈRE, Jérémy *et al.* Structural modifications of cellulose samples after dissolution into various solvent systems. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, [s. l.], v. 408, n. 29, p. 8403–8414, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S00216-016-9958-1>

REDDY, K. Obi *et al.* Preparation and characterization of regenerated cellulose films using borassus fruit fibers and an ionic liquid. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 160, p. 203–211, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2016.12.051>

REN, Fei *et al.* Dissolution of Cellulose in Ionic Liquid-DMSO Mixtures: Roles of DMSO/IL Ratio and the Cation Alkyl Chain Length. **ACS Omega**, [s. l.], v. 6, n. 41, p. 27225–27232, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACSOMEGA.1C03954>

RIELAND, Julie M.; LOVE, Brian J. Ionic liquids: A milestone on the pathway to greener recycling of cellulose from biomass. **Resources, Conservation and Recycling**, [s. l.], v. 155, p. 104678, 2020. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.104678>

SADJADI, Samahe. Magnetic (poly) ionic liquids: A promising platform for green chemistry. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 323, p. 114994, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2020.114994>

SALLEH, Kushairi Mohd *et al.* Cellulose and its derivatives in textiles: primitive application to current trend. 2. In: MONDAL, Md. Ibrahim H B T - Fundamentals of Natural Fibres and Textiles (org.). **The Textile Institute Book Series**. [S. l.]: Woodhead Publishing, 2021. p. 33–63. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821483-1.00014-0>

SANGTARASHANI, Seyed Mostafa Hashemi *et al.* Lignocellulosic hydrogel from recycled old corrugated container resources using ionic liquid as a green solvent. **Journal of Environmental Management**, [s. l.], v. 270, p. 110853, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2020.110853>

SAYYED, Anwar J *et al.* Influence of intensified cellulose dissolution process on spinning and properties of lyocell fibres. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, [s. l.], v. 155, p. 108063, 2020a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.108063>

SAYYED, Anwar J *et al.* Intensification of lyocell dissolution process and dope characteristics using pre-swelled cellulosic pulp. **Chemical engineering and processing**, [s. l.], v. 148, p. 107826, 2020b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.107826>

SAYYED, Anwar J *et al.* Structural characterization of cellulose pulp in aqueous NMMO solution under the process conditions of lyocell slurry. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 206, p. 220–228, 2019. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.11.004>

SAYYED, Anwar J.; DESHMUKH, Niteen A.; PINJARI, Dipak V. A critical review of manufacturing processes used in regenerated cellulosic fibres: viscose, cellulose acetate, cuprammonium, LiCl/DMAc, ionic liquids, and NMMO based lyocell. **Cellulose**, [s. l.], v. 26, n. 5, p. 2913–2940, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-019-02318-Y>

SEGAL, L.; WAKELYN, P. J. **Cotton fibres**, [s. l.], p. 11–23, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1533/9780857095503.1.9>. Acesso em: 9 abr. 2023.

SHARMA, Aakash *et al.* Structure–property relations in regenerated cellulose fibers: comparison of fibers manufactured using viscose and lyocell processes. **Cellulose**, [s. l.], v. 26, n. 6, p. 3655–3669, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02352-w>

SHARMA, Esha *et al.* Process of Incorporation of Cerium Oxide in Viscose to Spin Infrared Reflecting Viscose Fibers. **AATCC Journal of Research**, [s. l.], v. 9, n. 4, p. 163–175, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1177/24723444221084405>

SHUVO, Ikra Iftekhar. Fibre attributes and mapping the cultivar influence of different industrial cellulosic crops (cotton, hemp, flax, and canola) on textile properties. **Bioresources and bioprocessing**, [s. l.], v. 7, n. 1, p. 1–28, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/s40643-020-00339-1>

SIGMA-ALDRICH. **Ficha de informação de segurança de produto químico: Acetato de 1-etil-3-metilimidazólio**. São Paulo: Sigma-Aldrich Brasil Ltda., 2022a. Disponível em: <https://www.sigmaldrich.com/BR/pt/sds/aldrich/51053>. Acesso em: 7 nov. 2022.

SIGMA-ALDRICH. **Ficha de informação de segurança de produto químico: Cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio**. São Paulo: Sigma-Aldrich Brasil Ltda., 2021. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/sds/aldrich/30764>. Acesso em: 7 nov. 2022.

SIGMA-ALDRICH. **Ficha de informação de segurança de produto químico: Cloreto de 1-etil-3-metilimidazólio**. São Paulo: [s. n.], 2022b. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/sds/aldrich/30764>

SILVA, Alexandre Alberto Gonçalves Pereira da. **Sustentabilidade na Indústria Têxtil: Aplicação para a Construção Civil Trabalho efetuado sob a orientação da**. 60 f. 2019. - Universidade do Minho, Portugal, 2019. Disponível em: [http://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/77514/1/Alexandre Alberto Gonçalves Pereira da Silva.pdf](http://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/77514/1/Alexandre%20Alberto%20Gon%C3%A7alves%20Pereira%20da%20Silva.pdf). Acesso em: 28 set. 2022.

SINGH, Poonam *et al.* From Cellulose Dissolution and Regeneration to Added Value Applications — Synergism Between Molecular Understanding and Material Development. *In: INTECHOPEN (org.). Cellulose - Fundamental Aspects and Current Trends*. Londres, Reino Unido: InTech, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/61402>

SMIGLAK, Marcin; METLEN, Andreas; ROGERS, Robin D. The second evolution of ionic liquids: From solvents and separations to advanced materials - Energetic examples from the ionic liquid cookbook. **Accounts of Chemical Research**, [s. l.], v. 40, n. 11, p. 1182–1192, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/AR7001304>

STOLARSKA, Olga *et al.* Mixtures of ionic liquids as more efficient media for cellulose dissolution. **Carbohydrate polymers**, England, v. 178, p. 277–285, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.025>

SUN, Jie; SUN, Yuqiang; ZHU, Qian Hao. Breeding Next-Generation Naturally Colored Cotton. **Trends in Plant Science**, [s. l.], v. 26, n. 6, p. 539–542, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.TPLANTS.2021.03.007>

SURAN, Melissa. A planet too rich in fibre. **EMBO reports**, [s. l.], v. 19, n. 9, p. e46701, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.15252/embr.201846701>

SWATLOSKI, Richard P. *et al.* Dissolution of cellose with ionic liquids. **Journal of the American Chemical Society**, [s. l.], v. 124, n. 18, p. 4974–4975, 2002. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/JA025790M>

SZCZEŚNIAK, Ludwik; RACHOCKI, Adam; TRITT-GOC, Jadwiga. Glass transition temperature and thermal decomposition of cellulose powder. **Cellulose**, [s. l.], v. 15, n. 3, p. 445–451, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-007-9192-2>

TAN, Xiaoyan *et al.* Effect of anti-solvents on the characteristics of regenerated cellulose from 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate ionic liquid. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 124, p. 314–320, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2018.11.138>

TAOKAEW, Siriporn; KRIANGKRAI, Worawut. Recent Progress in Processing Cellulose Using Ionic Liquids as Solvents. **Polysaccharides**, [s. l.], v. 3, n. 4, p. 671–691, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/POLYSACCHARIDES3040039>

TARAZI, Roberto; JIMENEZ, Jose Leonardo Santos; VASLIN, Maite F.S. Biotechnological solutions for major cotton (*Gossypium hirsutum*) pathogens and pests. **Biotechnology Research and Innovation**, [s. l.], v. 3, p. 19–26, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.BIORI.2020.01.001>

TENG, Yun *et al.* The preparation and study of regenerated cellulose fibers by cellulose carbamate pathway. **International journal of biological macromolecules**, Netherlands, v. 107, n. Pt A, p. 383–392, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.006>

TEXTILE EXCHANGE. Preferred Fiber & Materials Market Report 2020. [s. l.], p. 103, 2020. Disponível em: [https://textileexchange.org/wp-content/uploads/2020/06/Textile-Exchange\\_PREFERRED-Fiber-Material-Market-Report\\_2020.pdf%0Ahttps://textileexchange.org/2020-preferred-fiber-and-materials-market-report-pfmr-released/](https://textileexchange.org/wp-content/uploads/2020/06/Textile-Exchange_PREFERRED-Fiber-Material-Market-Report_2020.pdf%0Ahttps://textileexchange.org/2020-preferred-fiber-and-materials-market-report-pfmr-released/). Acesso em: 29 ago. 2022.

THOMAS, S.; PAUL, S. A.; POTHAN, L. A.; DEEPA, B. **Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-642-17370-7>

TOPRAK, Tuba; ŞARDAĞ, Sibel; ANIS, Pervin. A New Environmentally-Friendly Method of Dyeing Lyocell/Cotton Blended Fabrics. **AATCC Journal of Research**, [s. l.], v. 5, n. 5, p. 23–30, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.14504/AJR.5.5.4>

TU, Hu *et al.* Recent progress in regenerated cellulose-based fibers from alkali/urea system via spinning process. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 296, p. 119942, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2022.119942>

UL-ALLAH, Sami *et al.* Fiber yield and quality in cotton under drought: Effects and management. **Agricultural Water Management**, [s. l.], v. 255, p. 106994, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.AGWAT.2021.106994>

UMESH, Mridul *et al.* Progress in bio-based biodegradable polymer as the effective replacement for the engineering applicators. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 362, p. 132267, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2022.132267>

UNITED NATIONS. **World Population Prospects 2022: Summary of Results**. 3. ed. New York: United Nations, 2022. v. *3E-book*. Acesso em: 22 ago. 2022.

VAKILI, Mohammad Reza *et al.* Modification of regenerated cellulose membrane by impregnation of silver nanocrystal clusters. **Journal of Applied Polymer Science**, [s. l.], v. 137, n. 3, p. 48292, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/APP.48292>

VAN DER SLUIJS, Marinus H.J. Effect of nitrogen application level on cotton fibre quality. **Journal of Cotton Research 2022**, [s. l.], v. 5, n. 1, p. 1–35, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/S42397-022-00116-9>

VASCONCELOS, Stanley N S; PIZZUTI, Lucas. Síntese do líquido iônico hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazólio [BMIM][PF 6]. **Revista Ceciliana Dez**, [s. l.], v. 4, n. 2, p. 90–93, 2012. Acesso em: 29 set. 2022.

VEKARIYA, Rohit L. A review of ionic liquids: Applications towards catalytic organic transformations. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 227, p. 44–60, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2016.11.123>

VENKATESAN, Harun; PERIYASAMY, Aravin Prince. Eco-fibers in the textile industry. **Handbook of Ecomaterials**, [s. l.], v. 3, p. 1413–1433, 2019. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-3-319-68255-6\\_25](https://doi.org/10.1007/978-3-319-68255-6_25)

VERGARA, Maria Camila Amaya *et al.* Novel Biobased Textile Fiber from Colombian Agro-Industrial Waste Fiber. **Molecules**, [s. l.], v. 23, n. 10, p. 2640, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/MOLECULES23102640>

VERMA, Chandrabhan *et al.* Dissolution of cellulose in ionic liquids and their mixed cosolvents: A review. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, [s. l.], v. 13, p. 100162, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.SCP.2019.100162>

VITZ, Jürgen *et al.* **Extended dissolution studies of cellulose in imidazolium based ionic liquids** †. [s. l.], 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/b818061j>. Acesso em: 18 out. 2022.

VOCHT, Marc P. *et al.* High-performance cellulosic filament fibers prepared via dry-jet wet spinning from ionic liquids. **Cellulose**, [s. l.], v. 28, n. 5, p. 3055–3067, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-021-03697-X>

WAKELYN, Phillip J. Cotton Fiber Chemistry and Technology. **Cotton Fiber Chemistry and Technology**, [s. l.], 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1201/9781420045888>

WANG, Guozhen *et al.* Structure and properties of cellulose/HAP nanocomposite hydrogels. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 186, p. 377–384, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2021.07.060>

WANG, Lejun *et al.* Rheological behaviors of cellulose in 1-ethyl-3-methylimidazolium chloride/dimethylsulfoxide. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 110, p. 292–297, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2014.03.091>

WEI, Jia *et al.* Research on the degradation behaviors of wood pulp cellulose in ionic liquids. **Journal of Molecular Liquids**, [s. l.], v. 356, p. 119071, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2022.119071>

WOODINGS, Calvin (org.). Contributors. *In: Regenerated Cellulose Fibres*. 1. ed. [S. l.]: Elsevier, 2001. p. xi–xii. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-1-85573-459-3.50005-8>. Acesso em: 27 set. 2022.

XU, Airong *et al.* Development of Diallylimidazolium Methoxyacetate/DMSO (DMF/DMA) Solvents for Improving Cellulose Dissolution and Fabricating Porous Material. **Polymers**, Switzerland, v. 11, n. 5, p. 845, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym11050845>

XU, Jikun *et al.* The integration of different pretreatments and ionic liquid processing of eucalyptus: Hemicellulosic products and regenerated cellulose fibers. **Industrial crops and products**, [s. l.], v. 101, p. 11–20, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.02.038>

YAN, Guihua *et al.* Recent advances on sustainable cellulosic materials for pharmaceutical carrier applications. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 244, p. 116492, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2020.116492>

YANG, Gesheng *et al.* Influences of stabilizers on lyocell spinning dope and fiber properties. **Polymer Testing**, [s. l.], v. 99, p. 107228, 2021. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107228>

YANG, Haiping *et al.* Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, [s. l.], v. 86, n. 12–13, p. 1781–1788, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2006.12.013>

YANG, Jisheng; LI, Jinfeng. Self-assembled cellulose materials for biomedicine: A review. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 181, p. 264–274, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2017.10.067>

YANG, Xiaodeng *et al.* Dissolution and resourcfulization of biopolymers in ionic liquids. **Reactive and Functional Polymers**, [s. l.], v. 100, p. 181–190, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.REACTFUNCTPOLYM.2016.01.017>

YUE, Yiying; HAN, Guangping; WU, Qinglin. Transitional properties of cotton fibers from cellulose I to cellulose II structure. **BioResources**, [s. l.], v. 8, n. 4, p. 6460–6471, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.15376/biores.8.4.6460-6471>

ZHANG, Jiaping *et al.* High-strength regenerated cellulose fibers spun from 1-butyl-3-methylimidazolium chloride solutions. **Journal of applied polymer science**, Hoboken, v. 134, n. 47, p. 45551-n/a, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.45551>

ZHANG, Lihua *et al.* Swelling and dissolution of cellulose in binary systems of three ionic liquids and three co-solvents. **Cellulose**, [s. l.], v. 28, n. 8, p. 4643–4653, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03844-4>

ZHANG, Qiuyan *et al.* Phosphorated cellulose as a cellulose-based filler for developing continuous fire resistant lyocell fibers. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 368, p. 133242, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.133242>

ZHANG, Shaokai *et al.* Regenerated cellulose by the Lyocell process, a brief review of the process and properties. **Bioresources**, [s. l.], v. 13, n. 2, p. 4577–4592, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.15376/biores.13.2.Zhang>

ZHANG, Xin *et al.* Solvent-Assisted Fractionation of Oligomeric Cellulose and Reversible Transformation of Cellulose II and IV. **ACS Biomaterials Science and Engineering**, [s. l.], v. 7, n. 10, p. 4792–4797, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ACSBBIOMATERIALS.1C00885>

ZHAO, Qiuling *et al.* Feasibility of solar thermochemical natural gas desulphurization and hydrogen generation with a membrane reactor. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 312, p. 127835, 2021. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127835>

ZHU, Chenchen *et al.* Study of co-solvent effect on the dissolution of cellulose in ionic liquid and the properties of regenerated cellulose fibres. *In: ICCM International Conferences on Composite Materials*. [S. l.: s. n.], 2017. Acesso em: 22 ago. 2022.

ZHU, Shengdong *et al.* Dissolution of cellulose with ionic liquids and its application: a mini-review. **Green Chemistry**, [s. l.], v. 8, n. 4, p. 325–327, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/B601395C>

ZHUANG, Lihuan; WANG, Wencong; WANG, Hongbo. Preparation and structure properties of colored regenerated films based on waste cellulose. **Journal of Silk**, [s. l.], v. 59, n. 4, p. 16–23, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-7003.2022.04.003>