



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

**PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA – PIBIC  
PROGRAMA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA VOLUNTÁRIA – PICVOL**

**AVALIAÇÃO E ACOMPANHAMENTO DE PROCESSOS DE AUTO-HIDRÓLISE  
EM RESÍDUO LIGNOCELULÓSICO: UM ESTUDO COMPARATIVO ENTRE  
REATORES DE AÇO-INOX EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE  
PROCESSAMENTO**

Área do conhecimento: Engenharia Química  
Subárea do conhecimento: Biotecnologia  
Especialidade do conhecimento: Obtenção de bioprodutos

Relatório Final  
Período da bolsa: de 08/2017 a 07/2018

Este projeto é desenvolvido com bolsa de iniciação científica

PIBIC/PICVOL

Orientador: Denise Santos Ruzene  
Autor: Werlisson Santos Souza



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA

SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>3</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>4</b>
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>4</b>
3.1 RESÍDUOS AGRÍCOLAS/AGROINDÚSTRIAS: DISPONIBILIDADE E PERSPECTIVA DO USO NO BRASIL .....	4
3.2 BIORREFINARIAS: CONCEITOS, POTENCIAL E IMPORTÂNCIA .....	5
3.3 BIOMASSA LIGNOCELULÓSICA .....	7
3.3.1 <i>Celulose, hemicelulose e lignina</i> .....	8
3.4 TÉCNICAS DE PRÉ-TRATAMENTO EM BIOMASSAS LIGNOCELULÓSICAS: AUTO- HIDRÓLISE. ....	9
<b>4. METODOLOGIA.....</b>	<b>13</b>
4.1 OBTENÇÃO E PREPARO DO MATERIAL LIGNOCELULÓSICO .....	13
4.2 PRÉ-TRATAMENTO DOS RESÍDUOS .....	13
4.3 CARACTERIZAÇÃO DO RESÍDUO AGRÍCOLA .....	14
4.3.1 <i>Determinação do pH das amostras</i> .....	14
4.3.2 <i>Determinação do rendimento total</i> .....	14
4.3.3 <i>Determinação da umidade</i> .....	14
4.4 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE LIGNINA SOLÚVEL .....	15
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>15</b>
5.1 OBTENÇÃO E PREPARO DO MATERIAL LIGNOCELULÓSICO .....	15
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>18</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>19</b>
<b>8. OUTRAS ATIVIDADES .....</b>	<b>21</b>



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

## **1. INTRODUÇÃO**

O Brasil é um país que dispõe de uma grande variedade de resíduos agrícolas/agroindustriais, devido a sua extensão e vasta área agrícola, no entanto, sabe-se que a maioria desses resíduos são utilizados como resíduos fósseis, o que pode ser considerado um problema ambiental. Nesse contexto, é necessário adotar e desenvolver novos modelos de tecnologias que minimizem esse problema.

Nessa perspectiva de inibir o impacto ambiental, atualmente várias pesquisas estão sendo desenvolvidas com resíduos agrícolas pois já é de conhecimento que muitos resíduos lignocelulósicos possuem alta potencialidade como matéria-prima renovável para processos que realizem suas conversões em uma variedade de produtos com alto valor agregado.

Nesse contexto, a implementação de processos de biorrefinaria é importante para desenvolver tecnologias limpas, com base em recursos naturais e dentre os métodos de pré-tratamento dos resíduos lignocelulósicos utilizados nesse processo, surge a auto-hidrólise que pode ser considerado um processo de fracionamento atraente, pois utiliza apenas água quente comprimida para o pré-tratamento da biomassa.

Assim, esse projeto objetiva realizar a avaliação por acompanhamento e análise em resíduos com potencial biomassa lignocelulósica, aplicando como processo a auto-hidrólise, buscando alternativas que possam superar as dificuldades encontradas em obter insumos químicos a partir dos materiais lignocelulósicos. Para isso, serão utilizados, para o pré-tratamento do material lignocelulósico, reatores de aço-inox de diferentes volumes.

Dessa maneira, o presente trabalho certamente contribuirá para melhor entendimento e aplicação da técnica apresentada, bem como um maior conhecimento em processos de extração de frações lignocelulósicas, dado o



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

grande interesse por tecnologias modernas que minimizem o impacto ambiental e contribuam para o desenvolvimento econômico e social da população.

## **2. OBJETIVOS**

O presente Plano de trabalho objetiva realizar a avaliação por acompanhamento e análise de processos de auto-hidrólise em amostras de sabugo de milho, utilizando reatores de aço-inox de diferentes volumes (80mL e 250mL). Para isso variados estudos comparativos serão realizados considerando a grande necessidade do uso integral desses resíduos para o desenvolvimento de novos produtos ou novos processos de viabilidade comercial.

## **3. REVISÃO DA LITERATURA**

### ***3.1 Resíduos agrícolas/agroindustrias: Disponibilidade e perspectiva do uso no Brasil***

O Brasil dispõe de uma grande variedade de resíduos oriundos do setor agrícola, com abundantes recursos naturais, tanto é que de acordo com a Organização Mundial de Comércio (OMC), o país é o terceiro maior exportador agrícola, sendo hoje a única agricultura tropical do planeta.

Sabe-se que muitos desses resíduos gerados atualmente são considerados um problema ambiental, tendo em vista que a maioria é utilizado como resíduos fósseis, entretanto, já é sabido da capacidade da sua utilização como matéria-prima renovável. Assim, buscando minimizar o impacto ambiental e adotando tecnologias limpas, a exploração desses resíduos é bastante promissora, pois são matérias-primas atraentes para a produção de uma variedade de produtos, incluindo bioetanol, celulose, produtos químicos, energia e bioplásticos (BRODIN et al., 2017; SARKAR et al., 2012).



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

### ***3.2 Biorrefinarias: Conceitos, potencial e importância***

Biorrefinarias são instalações que integram processos de conversão de biomassa em energia, biocombustíveis, materiais, alimentos e produtos químicos de valor agregado, substituindo as necessidades de carvão, petróleo, gás natural e outras fontes não renováveis (LIU et al., 2012; DIEP et al. 2014). Essas instalações integram diversas rotas de conversão – bioquímicas, microbianas, químicas e termoquímicas – em busca do melhor aproveitamento da biomassa e da energia nela contida.

A busca por tecnologias limpas, com menor impacto ao meio ambiente é a principal razão para o desenvolvimento das biorrefinarias. A grande atenção dada globalmente às questões de sustentabilidade ambiental nas mais variadas áreas industriais impulsionam ainda mais esses processos de biorrefinagem. Além disso, a crescente demanda por produtos químicos e farmacêuticos e as questões relacionadas as mudanças climáticas contribuem nesse interesse pelas biorrefinarias (KHOO et al., 2016; PARADA et al., 2017). Assim, a obtenção de tecnologias sustentáveis baseadas em recursos naturais é possível e de extrema importância a partir do desenvolvimento de processos de biorrefinagem (OZDENKÇI et al. 2017; MENON & RAO, 2012).

Nesse contexto, o objetivo de uma biorrefinaria é diminuir os efluentes e melhorar o uso dos recursos naturais, de forma socioeconômica e ambiental sustentável, maximizando os benefícios e o lucro.

No que se refere a classificação, as biorrefinarias podem ser classificadas em primeira e segunda geração, dependendo do tipo de biomassa e da tecnologia. As de primeira geração apresentam algumas desvantagens, pois produzem produtos somente a partir de plantas que possuem amido e sacarose. Portanto a dependência por esse tipo de matéria prima é uma desvantagem, tendo em vista a



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

pouca disponibilidade dessa biomassa vegetal. Em contrapartida, as biorrefinarias de segunda geração, são mais vantajosas, uma vez que utilizam biomassas vegetais de materiais lignocelulósicos e que são mais abundantes para produzir seus produtos químicos (GNANSOUNOU & PANDEY, 2017; DIEP et al. 2014; KAMM & KAMM, 2004). Alguns tipos de biorrefinarias, bem como algumas características, como a matéria prima utilizada e a tecnologia empregada estão apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 1.** Tipos de biorrefinarias e suas características.

CONCEITOS	CARACTERÍSTICAS
Biorrefinaria verde	Utiliza como matéria prima a biomassa úmida: gramíneas e culturas verdes e emprega como tecnologia: Pré-tratamento, prensagem, fracionamento e digestão
Biorrefinarias de cultura inteira	A matéria-prima é toda cultura, incluindo palha e cereais como: centeio; trigo e milho. A tecnologia predominante é moagem seca ou úmida, conversão bioquímica
Biorrefinarias de matérias primas lignocelulósicas	A matéria-prima é biomassa rica em lignocelulose: palha, bagaço de cana-de-açúcar, talo de milho e madeira. Quanto a tecnologia, predomina o pré-tratamento químico e/ou térmico, hidrólise enzimática, fermentação e separação.
Biorrefinarias termoquímicas	Utiliza todos os tipos de biomassa, e utiliza como tecnologia a conversão



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

	termoquímica: torrefação, pirólise, gaseificação, separação de produtos e sínteses catalíticas.
Biorrefinaria marinha	Utiliza biomassa aquática: macroalgas e microalgas e emprega como tecnologia o rompimento celular, extração de produtos e separação de produtos.

Fonte: Adaptado (ANNEVELINK & REE, 2007; DIEP et al, 2014).

Dentro desse contexto, a presente pesquisa, foca na biorrefinaria de matérias-primas lignocelulósica, voltados para o uso e conversão de lignocelulósicos. Devido a essa necessidade mundial pela utilização de matérias-primas renováveis, o sistema de biorrefinaria lignocelulósica pode ser o mais avançado no que se refere a desenvolvimentos tecnológicos e geração de novos empregos (KAMM et al. 2006; KURIAN et al. 2013).

### **3.3 Biomassa lignocelulósica**

Devido a grande disponibilidade dos resíduos agrícolas, o seu bioprocessamento é de grande interesse econômico, atrelado a isso, a biomassa lignocelulósica surge como uma alternativa interessante para esse bioprocessamento, devido sua abundância e grande potencial como matéria-prima em biorrefinarias (RAMOS, 2000; RUBIN, 2008). Além disso, essa biomassa é rica em fonte de carboidratos e com isso são consideradas atrativas economicamente.

Grande parte dessa biomassa é constituída basicamente de material lignocelulósico. Esses materiais são compostos majoritariamente de celulose, hemicelulose e lignina, junto com outros materiais em pequena proporção, como



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

proteínas e minerais. A estrutura e a composição química desses materiais podem ser alteradas devido fatores ambientais e genéticos (BALAT, 2011).

### **3.3.1 Celulose, hemicelulose e lignina**

A celulose pode ser compreendida como um polímero de glicose que é caracterizado por possuir uma grande resistência a várias reações químicas e por ser um carboidrato insolúvel. Ela pode ser encontrada como microfibrila nas paredes celulares agrupadas em cadeias lineares. Nas paredes celulares, a celulose garante a rigidez, tendo em vista que é formado um enorme sistema de fibras entrelaçadas. É a partir da organização de cada microfibrila da celulose que é possível determinar algumas propriedades da célula além de fornecer a resistência à parede da célula (EMONS, 2008; SANTOS, 2017).

A celulose é de grande interesse econômico, principalmente em setores industriais pois devido ao grande interesse por produtos renováveis é considerada uma matéria-prima polimérica quase que inesgotável com estrutura e propriedades fascinantes. A molécula de celulose apresenta uma certa dificuldade para ser hidrolisada, devido a sua estrutura, mas quando sofre um processo de hidrólise, produz majoritariamente monômeros de glicose que podem ser facilmente utilizados em processos de biorrefinagem, produzindo uma série de compostos químicos a saber: propeno, poliéster, ácidos acrílicos, entre outros (KLEMM et al., 2005)

A Hemicelulose é um tipo de polissacarídeo que apresenta estruturas complexas e é constituída principalmente por xilose, manose, arabinose e galactose. No reino vegetal é um dos compostos mais abundante, ficando atrás apenas da celulose, que difere desta no componente de sua parede celular principal pois apresenta ramificações ao longo de uma cadeia principal (REN e SUN, 2010)





**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

De acordo com alguns autores como Ren e Sun (2010) o grande interesse por novas tecnologias que permitam desenvolver novos materiais baseados em biopolímeros faz com que haja um aumento significativo na aplicação de hemicelulose a partir de biomassa lignocelulósica. Devido a sua diversidade estrutural a hemicelulose possui um vasto potencial de utilização, podendo ser utilizada em áreas alimentares ou não alimentares além de ser possível a sua conversão em produtos químicos, açúcar, dentre outros.

A lignina que também faz parte da constituição dos materiais lignocelulósicos serve como uma “cola” que contribui na força e rigidez para a parede celular das plantas é de suma importância na estrutura dos vegetais lignocelulósicos, uma vez que garante o suporte mecânico para as plantas. (SMITH et al. 2016)

De acordo com autores como Smith et al. (2016), durante a deslignificação, produz-se grandes quantidades de lignina, entretanto, a maioria da lignina é utilizada para gerar energia, onde ela é queimada, além disso, sabe-se que os materiais e produtos de valor agregado apresentam certa limitação e assim, a adoção de novos métodos e estratégias de conversão de lignina permitirá desenvolver tecnologias limpas e uma economia verde.

***3.4 Técnicas de pré-tratamento em biomassas lignocelulósicas: auto-hidrólise.***

Como visto anteriormente, a estrutura e composição da biomassa lignocelulósica apresenta algumas dificuldades para o seu uso em bioprocessos. Na estrutura da lignina, há alguns fatores que impossibilitam grande parte dos componentes da parede celular da planta de serem convertidos em produtos. Fatores como o teor de lignina e o tamanho da partícula fazem com que a digestibilidade da celulose e hemicelulose seja limitada, assim, surgem os pré-



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

tratamentos para melhorar essa digestibilidade (GOULART E SEIDL, 2016; (HENDRICKS e ZEEMAN, 2009).

Nesse contexto, os pré-tratamentos devem ser capazes de desconstruir a estrutura lignocelulósica, modificando a resistência do material e aumentando a sua área superficial, a partir da ruptura da estrutura da lignina, permitindo ainda a redução da cristalinidade da celulose e a extração de partes das hemiceluloses. Além disso, a ruptura dessa estrutura deve aumentar significativamente o acesso a celulose, hemicelulose e lignina, bem como minimizar a formação de subprodutos inibidores nos processos de hidrólise (CHEMMÉS et al., 2013; BEHERA et al., 2014; GOULART E SEIDL, 2016).

Assim, os tipos de pré-tratamento dependerá das características das frações lignocelulósicas, bem como de seus objetivos de aplicação, onde cada tecnologia de pré-tratamento tem suas próprias características. Portanto, a utilização de diferentes tipos de pré-tratamento deve permitir a obtenção de produtos e substâncias químicas com alto valor agregado. Algumas informações a respeito de alguns dos pré-tratamentos que são utilizados em biomassa lignocelulósica estão apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Tipos de pré-tratamento e algumas informações.

Pré-tratamento (químico/físico-químico)	Informações/observações
Auto-hidrólise	O pré-tratamento por auto-hidrólise é considerado muito eficaz, pois ele é capaz de aumentar a área superficial acessível da celulose, além disso, quando esse pré-tratamento é otimizado pode aumentar valores de extração de açucares C5, a partir da hemicelulose



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

	(DIAZ et al., 2010; JEONG & LEE, 2015)
Ácido	O pré-tratamento ácido químico utilizado em materiais lignocelulósicos é um procedimento muito usado para obter uma estrutura para hidrólise enzimática. Esse pré-tratamento depende de parâmetros como o tipo de ácido, a temperatura e a concentração desse ácido, além disso, a utilização de ácido diluído é mais eficaz em comparação ao ácido concentrado, gerando baixos produtos de degradação (BEHERA et al. 2014; RABEMANOLONTSOA & SAKA, 2016).
Alcalino	Esse pré-tratamento químico quando aplicado em processos de biorrefinaria, em altas concentrações de álcali, é usado para deslignificação a fim de aumentar a acessibilidade de polissacarídeos antes do consumo por micro-organismos. Esse pré-tratamento remove o grupo acetilo de ácido urônico em hemicelulose aumentando a acessibilidade das hemicelulose e celulose às enzimas hidrolíticas. Dentre os pré-tratamentos químicos é o mais eficaz no que diz respeito a quebra das ligações éster entre a lignina, hemicelulose e celulose evitando a fragmentação das hemicelulose (BEHERA et al. 2014; RABEMANOLONTSOA & SAKA, 2016).

A partir dessas informações verifica-se a relevância da tecnologia do pré-tratamento por auto hidrólise para serem utilizados em processos de



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

biorrefinagem. Como o objetivo desse trabalho é realizar uma avaliação e acompanhar processos de auto hidrólise em resíduo lignocelulósico, um maior destaque será dado ao pré-tratamento por auto hidrólise, para melhorar seu entendimento.

Como apresentado, o pré-tratamento por auto hidrólise é muito eficaz quando se deseja desenvolver tecnologias limpas que possibilitem o desenvolvimento de processos em biorrefinarias. É uma das tecnologias de fracionamento mais promissoras, pois nela é utilizada apenas água quente comprimida para o pré-tratamento da biomassa.

A auto hidrólise como técnica de pré-tratamento em biomassas lignocelulósicas consiste no uso da água como solvente nos processos de hidrólise da hemicelulose em elevadas temperaturas (160 a 240°C) e pressões (10 a 40 bar). Esse processo permite a formação de uma fase sólida e outra líquida, onde a primeira é constituída por lignina, celulose e hemicelulose e a fase líquida por conseguinte é abundante em açúcares oriundos da hemicelulose. Essa técnica oferece uma gama de vantagens, ou seja, não utiliza catalisadores ou reagentes químicos, reduz os produtos de degradação, tem baixo custo do solvente para ser utilizado em larga escala (TAHERZADEH & KARIMI, 2008; CARVALHEIRO et al., 2016; BEHERA et al. 2014).

Nesse pré-tratamento, a água quente é capaz de clivar as ligações hemiacetais, permitindo a liberação de alguns ácidos no processo em que a biomassa está sendo tratada. Esses ácidos podem ser utilizados como catalisadores permitindo a formação e remoção de oligossacarídeos, hidrolisando a hemicelulose em açúcares monoméricos, podendo ser ainda degradados em aldeídos. Nessa técnica de pré-tratamento, é possível a penetração na biomassa pelas moléculas de água, permitindo que as hemiceluloses sejam solubilizadas e a celulose seja hidratada. Sendo assim, o tratamento por auto hidrólise é efetivo



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

para o inchamento da área superficial acessível e perceptível da celulose (BEHERA et al. 2014; JEONG & LEE, 2015; XIAO et al. 2011). Por tudo isso, é inegável a importância de estudos sobre essa técnica de pré-tratamento, permitindo o seu uso em diferentes aplicações.

#### **4. METODOLOGIA**

##### ***4.1 Obtenção e preparo do material lignocelulósico***

Amostras de sabugo de milho usadas como matéria-prima neste trabalho foram obtidas do milho híbrido Dow 433, plantado no município de Poço Verde estado de Sergipe. Os sabugos foram moídos em um desintegrador/picador de forragem, modelo DPC-1, marca Cremasco, em seguida analisadas em peneirador do fabricante Quimis (modelo Q333D-2) para obtenção e controle de granulometria. Todas as análises realizadas para o respectivo plano de trabalho foram feitas em quadruplicada.

##### ***4.2 Pré-Tratamento dos resíduos***

Após a etapa de preparo dos resíduos in natura, foram feitos pré-tratamentos nas amostras de resíduos com o objetivo de extrair frações lignocelulósicas de sua composição para junto com os resultados de rendimentos poder verificar e averiguar as variáveis respostas proporcionadas pelos reatores de diferentes volumes. Para isso, foram avaliados por pré-tratamento de auto-hidrólise misturando resíduo seco e moído (32 – 60 mesh) com água, em relação 1:10 de sólido/líquido (m/m) em reatores de diferentes volumes de aço-inox (80 mL e 250 mL), fechado e sobre pressão e colocados em banho de óleo de silicone na temperatura 185°C por 30 min. Após o intervalo de estudo, o reator foi imediatamente esfriado em banho de gelo, e a fase líquida separada da parte sólida por filtração. O pré-tratamento aqui descrito apresenta como meio resultante



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

um material sólido composto em sua maioria por um complexo de celulose-lignina que foi acondicionada em placas de petri, levadas posteriormente a estufa e caracterizadas. Outro meio resultante foi a fração líquida (licor por auto-hidrólise) que foi guardada em frascos e congelada para posteriormente ser caracterizada e utilizada para uso futuro.

Para a amostra do material “in natura” e amostra obtida dos respectivos pré-tratamentos foram realizadas etapas de caracterização. Para isto foram realizadas etapas de caracterização por determinação dos principais constituintes da biomassa, determinação do rendimento, umidade, pH final e lignina solúvel.

### **4.3 Caracterização do resíduo agrícola**

#### **4.3.1 Determinação do pH das amostras**

Após lavagem com água, as análises do pH das amostras foram analisadas de forma aproximada pelo contato de uma tira de papel indicador universal com a amostra úmida.

#### **4.3.2 Determinação do rendimento total**

O rendimento das amostras pré-tratadas foi determinado pela razão entre a massa final de cada amostra obtida após o término do processo de pré-tratamento e a massa da amostra antes do início do processo. O rendimento foi calculado equacionando o rendimento total (%) com a massa de resíduo (g) (base seca) obtida após o término do processo (g) (base seca).

#### **4.3.3 Determinação da umidade**

Cerca de 0,5 g da amostra pré-tratada foi colocada em pesa filtro e levadas para a estufa até obtenção do peso constante.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

***4.4 Determinação do teor de lignina solúvel***

A quantidade de lignina solúvel foi determinada pela medida de absorvância a 280 nm em um espectrofotômetro, sendo utilizado 5 mL do hidrolisado (obtido após o processo), água destilada e NaOH 6,5 N. A linha base foi medida com uma solução de água destilada e NaOH 6,5 N. O cálculo da lignina solúvel foi determinado usando-se valores de absorvância determinados na literatura (ROCHA et al., 1993) e as relações de diluição.

**5. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

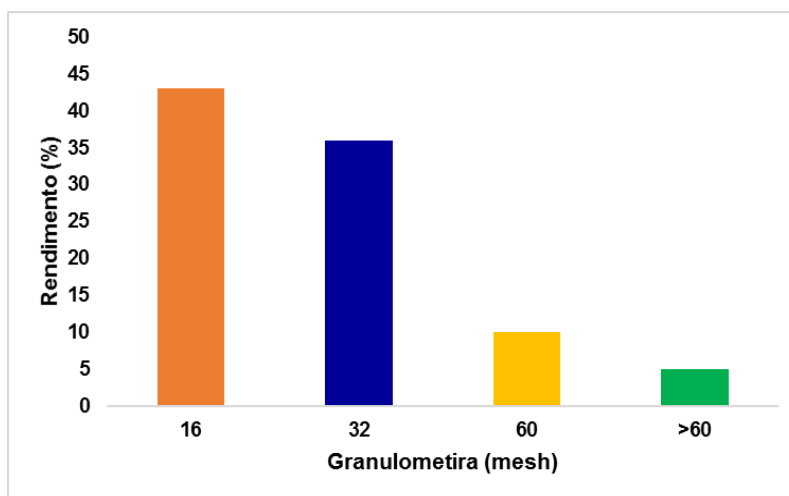
***5.1 Obtenção e preparo do material lignocelulósico***

As amostras de sabugo de milho usadas como matéria-prima neste trabalho foram inicialmente moídas visando avaliação da granulometria e melhor padronização dos experimentos. Assim, conforme apresentado na Figura 1, foram obtidos 4 faixas de tamanho de partícula para o material moído, sendo calculado para cada faixa seu respectivo rendimento em porcentagem da massa total utilizada.

Pode ser observado que o sabugo de milho moído apresentou cerca de 36% do resíduo na granulometria de 32 mesh e 10% na granulometria de 60 mesh. A faixa estudada para os experimentos de auto-hidrólise foram as de 32 e 60 mesh.



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



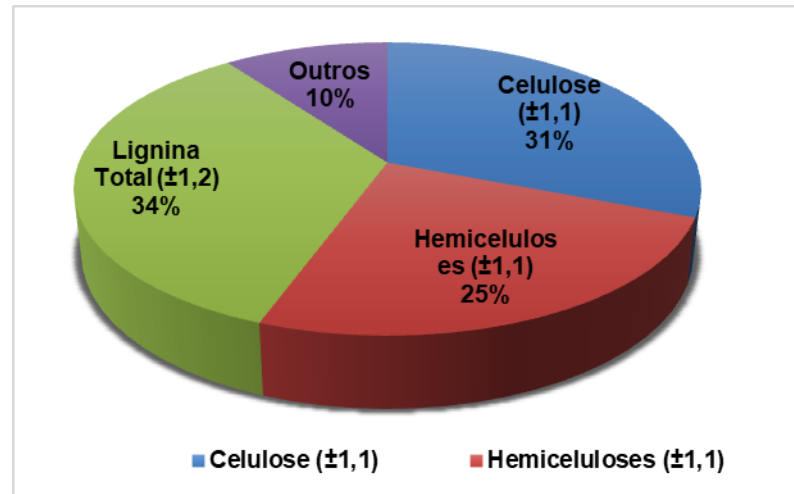
**Figura 1** - Rendimento do sabugo de milho (%) em relação aos diferentes tamanhos de partículas, granulometria (mesh), obtidos após o procedimento de moagem.

Amostras de sabugo de milho foram analisadas quanto aos teores de celulose, hemicelulose e lignina conforme apresentadas na Figura 2. Os valores de aproximadamente 30,9% para o teor de celulose, 24,7% para hemicelulose e 34,3% para a lignina (solúvel e insolúvel) estão dentro da faixa encontrada na literatura para o sabugo de milho (CRUZ *et al.*, 2000; RIVAS *et al.*, 2004). Cabe destacar que a soma da composição do sabugo de milho, representadas somente por seus componentes celulose, hemiceluloses e lignina, não representa a composição total do resíduo avaliado, faltando valores correspondentes, por exemplo, as cinzas (provenientes da parte da lignina). Além disso, ainda existem outros compostos de baixa massa molar e extrativos presentes na amostra.





SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA



**Figura 2.** Composição química do sabugo de milho.

Em trabalhos do grupo foi obtida, após o pré-tratamento de auto hidrólise a 185°C em 30 min, uma amostra com 0,37% de celulose, 18% de hemicelulose e 10% de lignina solúvel. Nestas condições de pré-tratamento o presente estudo analisou amostras de sabugo de milho em duas granulometrias de 32 mesh (0,50 mm) e 60 mesh (0,25 mm) e em dois reatores de diferentes tamanhos, 80 e 250 mL. Os resultados obtidos de rendimento, umidade, pH final e lignina solúvel, para o pré-tratamento em reator de 80 mL e 250 mL, estão apresentados nas Tabelas 3 e 4.

O rendimento do pré-tratamento para as amostras de sabugo de milho na granulometria de 32 mesh foi em torno de 78,5% enquanto para a amostra de 60 mesh 72,8%. Estes dados nos informam que para a granulometria de 60 mesh ocorreu a maior extração de lignina solúvel (aproximadamente 14%). A umidade das amostras apresentou valores de 9,2% e 12,5% para as amostras de 32 e 60 mesh, respectivamente. Isso pode ter ocorrido devido maior superfície de contato da amostra de 60 mesh (60 mm). O pH das amostras apresentou resultados de 4,2 a 4,7 de acordo com a literatura (JUNIOR e COLODETTE, 2011).



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

**Tabela 3.** Caracterização do sabugo de milho após pré-tratamento de auto-hidrólise por 30 min a 185C° em reator de 80 mL.

	Rendimento (%)	Umidade (%)	pH final	Lignina solúvel (%)
32 mesh	78,5 ± 1,7	9,2 ± 1,1	4,5 ± 0,5	10,3 ± 0,7
60 mesh	72,8 ± 1,1	12,5 ± 1,3	4,1 ± 0,3	14,2 ± 0 9

**Tabela 4.** Caracterização do sabugo de milho após pré-tratamento de auto-hidrólise por 30 min a 185C° em de 250 mL.

	Rendimento (%)	Umidade (%)	pH final	Lignina solúvel (%)
32 mesh	76,9 ± 1,4	10 ± 1,5	4,7 ± 0,9	11,4 ± 1,1
60 mesh	73,2 ± 1,1	11 ± 1,2	4,2 ± 0,4	14,8 ± 1,3

## 6. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos foi possível concluir que após o pré-tratamento por auto-hidrólise a 185°C foi possível extrair frações lignocelulósicas da composição do resíduo utilizado e a partir dos resultados de rendimentos pode-se verificar e averiguar as variáveis respostas proporcionadas pelos reatores de diferentes volumes. Partindo-se de amostras de sabugo de milho moído, obteve-se um rendimento do resíduo de cerca de 36% e 10% na granulometria de 32 e 60 mesh, respectivamente.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

Ainda foi possível realizar uma análise da umidade, rendimento, pH final e lignina solúvel para o pré-tratamento em reatores de 80mL e 250mL, concluindo que na granulometria de 60 mesh ocorreu a maior extração de lignina solúvel, em um rendimento de 78,5% na granulometria de 32 mesh e 72,8% para amostra de 60 mesh. Verificou-se ainda a influência da maior superfície de contato da amostra de 60 mesh, obtendo uma maior umidade comparada a amostra de 32 mesh.

Assim, o pré-tratamento por auto-hidrólise foi validado conforme planejado experimentalmente, possibilitando resultados desejáveis tanto operacionalmente como cientificamente.

## **7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

BEHERA, S.; ARORA, R.; NANDHAGOPAL, N.; KUMAR, S. Importance of chemical pretreatment for bioconversion of lignocellulosic biomass. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. v.36, p.91–106, 2014

BRODIN, M.; VALLEJOS, M.; OPEDALL, M. T.; AREA, M. C.; CARRASCO, G. C. Lignocellulosics as sustainable resources for production of bioplastics. **Journal of Cleaner Production**, v. 162 p. 646-664, 2017.

CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L.C.; GÍRIO, F.; MONIZ, P. Hydrothermal/Liquid Hot Water Pretreatment (Autohydrolysis): A Multipurpose Process for Biomass Upgrading. In: MUSSATTO, S. I. (eds) Biomass Fractionation Technologies for a Lignocellulosic Feedstock Based Biorefinery, 1ed, chap 14, United States of America: **Elsevier Incorporation**, 2016.

CHAMMÉS, C. S.; SILVA, F. C.; SOUZA, L. S.; JUNIOR, R. A. A.; CAMPOS, L. M. A. Estudos de métodos físicos-químicos no pré-tratamento de resíduos lignocelulósicos para produção de etanol de segunda geração. In: **Seminário Estudantil de produção Acadêmica**, Salvador, Brasil, 2013.

DIAZ, M. J. et al. Hydrothermal pre-treatment of rapeseed straw. *Bioresource Technology*, v. 101, n. 7, p. 2428-35, 2010.

DIEP, N. Q. et al. Biorefinery: Concepts, current status and development trends. **International Journal of Biomass & Renewables**, p. 1-8, 2014.



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

EMONS, A. M. C., SCHEL, J. H.N AND MULDER, B.M. The geometrical model for microfibril deposition and the influence of the cell wall matrix. **Plant Biology**, v. 4, n. 1, p. 22-26, 2008.

GNANSOUNOU, E.; PANDEY, A. Classification of Biorefineries Taking into Account Sustainability Potentials and Flexibility. **Life-cycle Assessment of biorefineries**. p.1-39, 2017.

JEONG, S-Y.; LEE, J-W. Hydrothermal Treatment. In: PANDEY, A.; NEGI, S.; BINOD, P.; LARROCHE, C. (eds) Pretreatment of Biomass - Processes and Technologies. 1ed, chap 5. Amsterdam, Netherland. Elsevier B. V., 2015.

JUNIOR, D.L. COLODETTE, J.L. wood cellulose removal by means of self-hydrolysis treatment *Ciência Florestal*, v. 21, n. 3, p. 541-550.

KAMM, B.; KAMM, M. Principles of biorefineries. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 64, n. 2, p. 137-45, 2004.

KLEMM, D. et al. Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. *Angew Chem Int Ed Engl*, v. 44, n. 22, p. 3358-3393, 2005. Disponível em: < <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15861454> >.

KURIAN, J. K.; NAIR, J.R.; HUSSAIN, A., RAGHAVAN, G.S.V. Feedstocks, logistics and pre-treatment processes for sustainable lignocellulosic biorefineries: A comprehensive review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. v. 25, p 205–219, 2013.

LIU, S.; ABRAHAMSON, L.P.; SCOTT, G. M.; Biorefinery: ensuring biomass as a sustainable renewable source of chemicals, materials, and energy. **Biomass and Bioenergy**. v. 39, p. 1-4, 2012

OZDENKÇI et al. A novel biorefinery integration concept for lignocellulosic biomass. **Energy conversion and management**. v 149, p. 974-987, 2017.

PARADA, M. P.; OSSEWEIJER, P.; DUQUE, J. A. P. Sustainable biorefineries, an analysis of practices for incorporating sustainability in biorefinery design. **Industrial Crops and Products**, V.106 , p.105-123, 2017.

RAMOS, L. P. Aproveitamento Integral de Resíduos Agrícolas e Agroindustriais. Curitiba, p.1-11, 2000



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE  
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA**

Ree R.V. , Annevelink B., Status of Report Bio-reinery 2007. **Biorefinery.nl**. 3 Workshop Nederlands Kennisnetwerk Bioraffinage, Wageningen, 2007. Disponível em:

<[http://www.biorefinery.nl/fileadmin/biorefinery/docs/bioref/Presentatie\\_2\\_Status\\_document\\_Bioraffinage\\_WS\\_061207.pdf](http://www.biorefinery.nl/fileadmin/biorefinery/docs/bioref/Presentatie_2_Status_document_Bioraffinage_WS_061207.pdf)>

REN, J. L.; SUN, R. C. Hemicelluloses. In: ELSEVIER (Ed.). **Cereal straws as a resource for sustainable biomaterials and biofuels**. Amsterdam, 2010. p. 73-130.

RUBIN, E. M. Genomics of cellulosic biofuels. **Nature**, v. 454, n. 7206, p. 841-845, 2008.

SANTOS, Vanessa Sardinha Dos. "O que é celulose?"; *Brasil Escola*. Disponível em <<http://brasilecola.uol.com.br/o-que-e/biologia/o-que-e-celulose.htm>>. Acesso em 26 de outubro de 2017.

SARKAR, N.; GHOSH, K. S.; BANNERJEE, S.; AIKAT, K. Bioethanol production from agricultural wastes: An overview. **Renewable Energy**, v. 37, p. 19-27, 2012.  
SMITH, G. D. et al. Sources of lignin. In: ELSEVIER (Ed). **Lignin in Polymer Composites**, Amsterdam, 2016, p 1-11.

TAHERZADEH, M. J.; KARIMI, K. Pretreatment of lignocellulosic wastes to improve ethanol and biogas production: a review. **International Journal Molecular Science**, v. 9, n. 9, p. 1621-51, 2008 Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19325822> >.

Xiao LP, Sun ZJ, Shi ZJ, Xu F, Sun RC. Impact of hot compressed water pretreatment on the structural changes of woody biomass for bioethanol production. *Bioresources* ;v. 6, p.1576–1598. 2011.

## **8. OUTRAS ATIVIDADES**

- IV SEMAC – Minicursos PIBIC 2017.
- Compreensão escrita: estratégias - , nível A2 – Programa Idiomas sem Fronteiras(ISF).
- Projeto Orquestra e Coral da UFS.