



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**

**CAROLINA HARUMI KANEKO**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO CAROÁ *IN NATURA***

**BOTUCATU  
MAIO DE 2016**

**CAROLINA HARUMI KANEKO**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO CAROÁ *IN NATURA***

Monografia apresentada ao Instituto de  
Biociências da Universidade Estadual  
Paulista “Júlio de Mesquita Filho”-  
UNESP, Campus de Botucatu, como  
requisito parcial à obtenção do título de  
Bacharel em Física Médica.

Orientador: Prof. Dr. Mario de Oliveira Neto

**BOTUCATU**  
**MAIO DE 2016**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA SEÇÃO TÉC. AQUIS. TRATAMENTO DA INFORM.  
DIVISÃO TÉCNICA DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - CÂMPUS DE BOTUCATU - UNESP  
BIBLIOTECÁRIA RESPONSÁVEL: ROSEMEIRE APARECIDA VICENTE-CRB 8/5651

Kaneko, Carolina Harumi.

Caracterização química do caroá in natura / Carolina Harumi Kaneko. - Botucatu, 2016

Trabalho de conclusão de curso (bacharelado - Física Médica) - Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Instituto de Biociências de Botucatu

Orientador: Mario de Oliveira Neto

Capes: 10501002

1. Caroá. 2. Plantas - Análise. 3. Celulose - Química.  
4. Hemicelulose. 5. Bioetanol. 6. Lignina.

Palavras-chave: Bioetanol; Caracterização química;  
Celulose ; Hemicelulose; Lignina.

## Agradecimentos

Primeiramente agradeço aos meus pais Vicente e Hilda pelo amor, apoio e insistência para que esta importante etapa da minha vida fosse concretizada.

À minha irmã Marina, que sempre me aconselhou e fez o que pôde para me auxiliar da melhor maneira.

Ao meu orientador Prof. Mario, pela oportunidade, orientação, paciência, conselhos, amizade e incentivo desde o início do estágio, que permitiram a realização deste trabalho e um grande aprendizado para a vida.

À Dra. Danielle, pela orientação e conhecimentos transmitidos durante o período de estágio e desenvolvimento deste trabalho.

Ao Alex, pelo imprescindível auxílio e amizade desde o início do estágio.

A todos os servidores do Departamento de Física e Biofísica pela paciência, boa convivência e ensinamentos que fizeram deste período muito significativo para mim.

Aos docentes do curso de Física Médica que com paciência e dedicação transmitiram o conhecimento necessário para a concretização deste trabalho.

Aos meus colegas de faculdade, que se tornaram minha família durante esses anos, tornando a graduação uma época inesquecível e prazerosa da minha vida.

A Deus por me guiar e prover a oportunidade de realizar este grande sonho.

Por fim, agradeço a todos que de alguma maneira me auxiliaram para a conclusão deste trabalho.

## RESUMO

Um dos principais objetivos da utilização dos biocombustíveis é a substituição de combustíveis fósseis, possibilitando a diminuição da dependência de recursos não renováveis e a redução das emissões de gases de efeito estufa. O etanol produzido a partir da biomassa lignocelulósica é denominado de biocombustível de segunda geração por ser obtido de matéria-prima não convencional (açúcares e amido). As fibras de caroá são constituídas por  $\approx$  65% de celulose (polímero de glicose), 80% de holocelulose (celulose + hemicelulose), 15% de lignina e 8% de extrativos (resinas, óleos, ceras, gorduras e substâncias fenólicas). A lignina atua como um ligante entre a celulose e a hemicelulose, principais elementos estruturais da parede celular, sendo necessária sua retirada para conversão da celulose e da hemicelulose em açúcares e em seguida a fermentação destes e produção do bioetanol. As tecnologias para a produção de bioetanol correspondem aos processos que compreendem as operações de deslignificação com a separação das frações de celulose e hemicelulose (pré-tratamento) e as etapas de hidrólise ácida (processo químico) ou hidrólise enzimática (processo biotecnológico), para se chegar aos açúcares a partir da celulose e da hemicelulose e, então, por fermentação, produzir o bioetanol. O propósito deste trabalho foi avaliar a constituição da fibra de caroá através dos processos de caracterização química, com a remoção de extrativos (solubilidade em álcool N-heptano), determinação do teor de cinzas, celulose, hemicelulose e lignina da fibra de caroá.

**Palavras-chave:** bioetanol, caroá, lignina, hemicelulose, celulose, caracterização.

## ABSTRACT

One of the main objectives of the use of biofuels is to replace fossil fuels, allowing the reduction of dependence on non-renewable resources and the reduction of emissions of greenhouse gases. Ethanol produced from lignocellulosic biomass is called second-generation biofuels to be obtained from unconventional raw material (sugars and starches). The caroá fibers are constituted by  $\approx$  65% cellulose (glucose polymer), 80% of holocellulose (cellulose and hemicellulose), 15% of lignin and 8% of extractives (resins, oils, waxes, fats and phenolic compounds). The lignin acts as a binder among cellulose and hemicellulose, main structural elements of the cell wall, which requires their removal for conversion of cellulose and hemicellulose to sugars and then these fermentation and production of bioethanol. Technologies for the production of bioethanol correspond to the processes that comprise the delignification operations by separating the pulp fractions and hemicellulose (pre-treatment) and the steps of acid hydrolysis (chemical processing) or enzymatic hydrolysis (biotechnological process) to get the sugars from cellulose and hemicellulose and then fermented to produce bioethanol. The purpose of this study was to evaluate the constitution of caroá fiber through chemical characterization processes, with the removal of extractives (solubility in alcohol N-heptane), determining the ash content, cellulose, hemicellulose and lignin caroá fiber.

**Keywords:** bioethanol, caroá, lignin, hemicellulose, cellulose, characterization.

## Sumário

Resumo .....	6
Abstract .....	7
1. Introdução .....	9
2. Revisão bibliográfica .....	10
2.1. Fibra de caroá .....	10
2.2. Lignina .....	11
2.3. Celulose .....	12
2.4. Hemicelulose .....	13
2.5. Desconstrução da parede celular vegetal .....	14
2.6. Caracterização química .....	16
3. Objetivos .....	17
4. Materiais e métodos .....	18
4.1. Preparo da amostra .....	18
4.2. Teor de cinzas .....	18
4.3. Remoção de extrativos .....	18
4.4. Teor de lignina .....	19
4.4.1. Teor de lignina insolúvel .....	20
4.4.2. Curva de calibração de lignina solúvel .....	20
4.4.3. Teor de lignina solúvel .....	20
4.5. Teor de celulose .....	20
4.6. Teor de hemicelulose .....	21
5. Resultados e discussão .....	21
5.1. Teor de cinzas .....	21
5.2. Teor de extrativos .....	22
5.3. Teor de lignina .....	22
5.2.1. Teor de lignina insolúvel .....	22
5.2.2. Curva de calibração de lignina solúvel .....	23
5.2.3. Teor de lignina solúvel .....	23
5.4. Teor de celulose .....	23
5.5. Teor de hemicelulose .....	23
5.6. Tabela comparativa .....	23
6. Conclusão .....	24

**7. Referências bibliográficas ..... 24**

## **1. Introdução**

O recurso biológico mais abundante renovável da terra é a biomassa lignocelulósica. Segundo Zhang (2008), um bilhão de toneladas de biomassa seca produz entre 80-130 bilhões de galões de etanol celulósico. Entretanto, para obter sistemas que sejam economicamente viáveis e sustentáveis é necessário utilizar eficientemente todas as frações das matérias-primas, especialmente, a celulose, hemicelulose e lignina.

O aproveitamento das fibras de resíduos agrícolas é um grande atrativo tanto do ponto de vista econômico como do ambiental, além do fato das fibras vegetais serem biodegradáveis, renováveis e de mais baixo custo, elas ainda produzem menor desgaste nos equipamentos de fabricação quando comparadas às fibras sintéticas.

Os biocombustíveis têm recebido grande destaque nos últimos anos, em virtude do aumento das preocupações com as consequências do avanço do aquecimento global e do aumento dos preços do petróleo. A produção de biocombustíveis convencionais, no entanto, encontra sérias dificuldades para atingir os níveis desejados, o que constitui forte estímulo à adoção de novas tecnologias, pois os biocombustíveis poderiam, futuramente, constituir uma das alternativas ao uso do petróleo, cuja oferta mundial tende a diminuir.

O etanol de celulose, também conhecido como etanol de segunda geração, é produzido pela hidrólise da biomassa celulósica a partir da liberação de açúcares fermentescíveis. Durante o processo de produção de nanocelulose e etanol celulósico é importante conhecer bem as matérias-primas e os métodos de pré-tratamento utilizados para o processamento da biomassa lignocelulósica. Nesse sentido, a hidrólise enzimática catalisada por enzimas denominadas celulasas torna-se uma opção, principalmente por reduzir os danos ambientais devido ao uso de reagentes tóxicos.

## 2. Revisão bibliográfica

### 2.1. Fibra de caroá

O caroá [*Neoglaziovia variegata* (Arruda) Mez] é uma Bromeliaceae nativa da Caatinga brasileira cujas fibras retiradas das folhas geram renda para diversas famílias nordestinas com a fabricação de vários produtos artesanais. As sementes requerem altas temperaturas, entre 30 e 37 °C, para germinação. A restrição hídrica pode ocasionar um atraso no tempo de germinação (SILVEIRA et al., 2011). Sendo assim, a fase de brotamento concentra-se na estação chuvosa. A floração do caroá ocorre em um único período do ano, sempre após a estação seca. A fenofase de frutificação ocorre logo após a floração, no período chuvoso (PEREIRA; QUIRINO, 2008).

Tal espécie é muito importante para o ecossistema nordestino brasileiro, nativa do estrato baixo da caatinga, é uma excelente fonte para a indústria têxtil, mas que foi negligenciada, a partir da década de 50, com a utilização das fibras artificiais (RIBEIRO, 2007).

Atualmente, as fibras do caroá voltaram a ser uma das principais fontes de emprego e renda para diversas famílias nordestinas, com a fabricação artesanal de chapéus, bolsas, entre outros produtos.

O uso dessa planta em larga escala, de forma extrativista, desde o século passado, e a devastação da Caatinga para desenvolvimento de atividades agropecuárias reduziram de forma drástica a população de plantas de caroá. Há, portanto, necessidade urgente de estudos para elaborar estratégias de conservação genética desta espécie.

As fibras de caroá contêm aproximadamente 80% de holocelulose, 15% de lignina e 8% de extrativos (VASCONCELOS et al., 2009). O alto teor de holocelulose torna o caroá uma fonte interessante para geração de produtos a base de polpa de celulose, como por exemplo, a nanocelulose e o etanol de segunda geração.



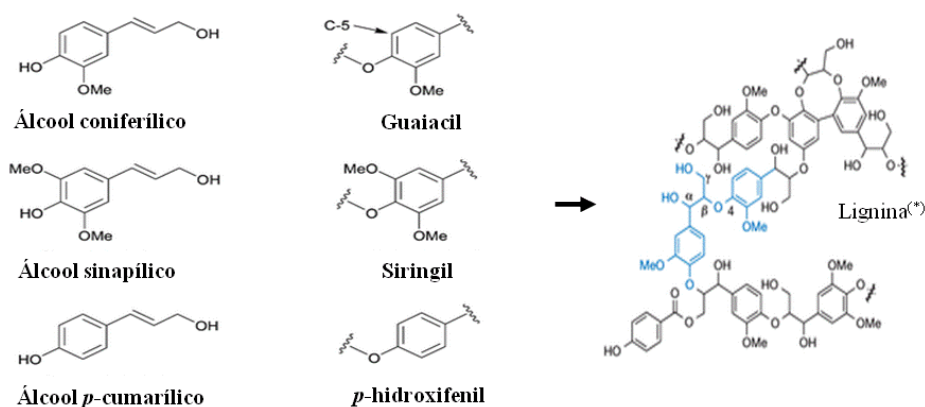
**Figura 1.** Aspectos visuais das plantas e floração de caroá. Fonte: onordeste.com.

## 2.2. Lignina

A lignina trata-se de um dos principais componentes dos tecidos, ocorrendo em vegetais e tecidos vasculares. Possui um importante papel no transporte de água, nutrientes e metabólitos, sendo responsável pela resistência mecânica de vegetais, além de proteger os tecidos contra o ataque de microorganismos. Vegetais primitivos como fungos, algas e líquens não são lignificados (FENGEL & WEGENER, 1989). É um polímero derivado de unidades fenilpropanóides denominadas C<sub>9</sub>. Numa classificação inicial de lignina, tem-se que: ligninas de madeiras duras, ou angiospermas, que são formadas principalmente de unidades G e S; ligninas de madeiras moles, ou gimnospermas, são formadas fundamentalmente de unidades G; ligninas de gramíneas compreendem G-S-H. Porém, existem ligninas de certas espécies de gimnospermas e de gramíneas que apresentam abundância de G e S (CHEN, 1991).

Ligninas de plantas herbáceas são do tipo S-G, sendo mais parecidas com as ligninas de angiospermas que de gimnospermas (SARKANEN & LUDWIG, 1971). Portanto, em uma conceituação mais precisa, as ligninas são classificadas nos seguintes grupos: Tipo G; Tipo G-S; e Tipo H-G-S (CHEN, 1991; PILÓ-VELOSO *et al.*, 1993). No processo de hidrólise enzimática dos materiais lignocelulósicos, a lignina atua como uma barreira física para as enzimas que podem ser irreversivelmente capturadas pela

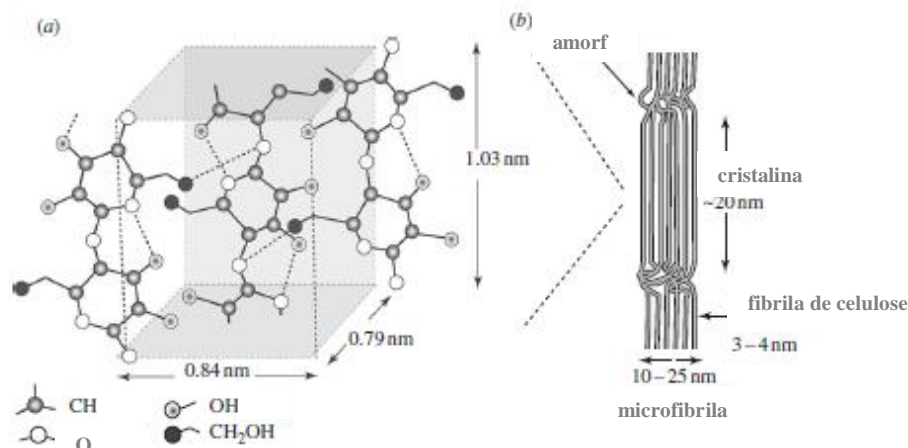
lignina e, conseqüentemente, influenciar na quantidade de enzima requerida para a hidrólise, assim como dificultar a recuperação da enzima após a hidrólise (LU *et al.*, 2002). A presença de hemicelulose e lignina envolvendo as cadeias de celulose também dificulta o acesso de reagentes e catalisadores, sendo necessário um tratamento prévio para a remoção destes componentes, facilitando o acesso das enzimas à celulose.



**Figura 2.** Monolignóis e as subunidades de lignina. Fonte: Adaptado de Brandt et al. (2013) e Rahimi et al. (2014).

### 2.3. Celulose

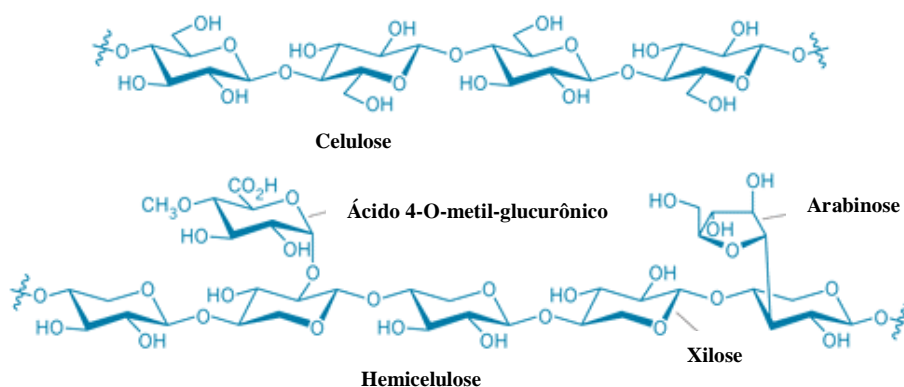
A celulose é o biopolímero renovável mais abundante encontrado em plantas, bactérias e alguns animais (TINGAUT et al., 2012; CHEN, 2014). A estrutura da celulose é um homopolissacarídeo semicristalino linear de cadeia longa constituída de 7.000 a 15.000 resíduos de D-glicose unidas por ligações  $\beta$ -1,4 glicosídicas (GIBSON, 2012). Em vegetais, as moléculas de celulose estão organizadas em fibrilas elementares, que são integradas em unidades maiores denominadas microfibrilas, que por sua vez compõem as fibras (PAAKKO et al., 2007; HABIBI et al., 2010). As microfibrilas de celulose estão envolvidas em uma matriz envolta por hemicelulose e lignina ou pectina, conferindo suporte estrutural às plantas (MORTIMER et al., 2010; GIBSON, 2012; SILVEIRA et al., 2013).



**Figura 3.** Estrutura da celulose. a) Moléculas de glicose: ligações covalentes (linha contínua) e ligações de hidrogênio (linha tracejada); (b) Fibrilas de celulose, com as regiões cristalina e amorfa, formando agregados em microfibrila. Fonte: Adaptado de Gibson et al. (2012).

## 2.4. Hemicelulose

Refere-se a um grupo de polissacarídeos de cadeia ramificada e baixa massa molecular, que atua como agente de ligação entre a celulose e a lignina nas paredes das plantas (BAI; HU; XU, 2012). São compostas por um ou mais tipos de açúcar, contendo 5 ou 6 átomos de carbono, e classificadas de acordo com sua composição. Também contêm grupos substituintes acetil e metil. Possui configuração irregular e ausência de cristalinidade, motivo pelo qual absorve água facilmente, contribuindo para o aumento de flexibilidade das fibras assim como para o aumento da área específica ou de ligação das fibras. As polioses são polímeros cuja composição pode apresentar proporções variadas de unidades de açúcar como  $\beta$ -D-xilose,  $\beta$ -D-D-manose,  $\beta$ -D-glucose,  $\alpha$ -L-19 arabinose,  $\alpha$ -D-galactose, ácido  $\beta$ -D-glucourônico, ácido  $\beta$ -D-galactourônico, ácido  $\alpha$ -D-4-O-metilglucurônico (MARQUES et al., 2010). A combinação de celulose e hemicelulose, maior porção de carboidratos da planta, são chamadas de holocelulose. Esta corresponde a 65-70% do peso seco da planta. A holocelulose, contém grupos hidroxilas os quais são responsáveis pela absorção da umidade e pelas ligações de hidrogênio.

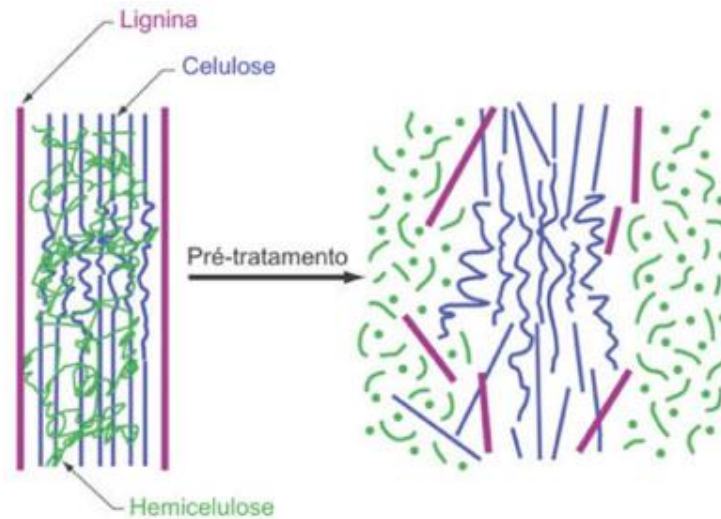


**Figura 4.** Esquema das moléculas de celulose e hemicelulose da parede vegetal. Fonte: U.S. Department of Energy (2008).

## 2.5. Desconstrução da parede celular vegetal

Os componentes obtidos a partir da biomassa vegetal podem ser convertidos em combustíveis, produtos químicos e biomateriais (KAMM et al., 2006; LEE et al., 2014). O principal obstáculo para a desconstrução da biomassa lignocelulósica é a recalcitrância, dificultando a separação da celulose, hemicelulose e lignina presentes na parede celular (SILVEIRA et al., 2013; LEE et al., 2014). A proteção da celulose pela lignina, revestimento pela hemicelulose, a cristalinidade e o grau de polimerização da celulose, são fatores que contribuem para a recalcitrância (LEE et al., 2014).

O pré-tratamento tem como objetivo romper a estrutura da lignina e da hemicelulose (Figura 5), expondo a molécula de celulose para facilitar o acesso das enzimas celulolíticas. Assim, o pré-tratamento visa aumentar a área de superfície específica da celulose e a porosidade do substrato disponível, além de reduzir sua cristalinidade para o ataque enzimático (ALVIRA et al., 2010; LEE et al., 2014).



**Figura 5.** Efeito do pré-tratamento em materiais lignocelulósicos. Fonte: Adaptado de Mosier et al. (2005).

Cada material lignocelulósico tem diferentes características físico-químicas e, portanto, é importante adequar a metodologia de pré-tratamento com base nas propriedades da biomassa escolhida (ALVIRA et al., 2010). Além disso, o pré-tratamento influencia a hidrólise enzimática da celulose e a demanda de energia (GALBE, ZACCHI, 2007).

Diversos métodos de pré-tratamento (tabela 1) podem ser aplicados, como por exemplo: moagem, tratamento hidrotérmico, hidrólise ácida, tratamento alcalino, organossolve, biodegradação fúngica e as combinações de tratamentos físicos, químicos e biológicos (TALEBNIA et al., 2010; LEE et al., 2014).

Método de pré-tratamento		Vantagens	Desvantagens
Moagem	Físico	Redução da cristalinidade da celulose	Alto consumo de energia
Explosão a vapor	Físico-químico	Custo efetivo; solubilização da hemicelulose e transformação da lignina	Formação de compostos tóxicos; degradação parcial da hemicelulose
Hidrotérmico com água quente	Químico	Ausência do uso de reagentes químicos	Degradação parcial da hemicelulose
Ozonólise	Químico	Reduz o teor de lignina; ausência de compostos tóxicos	Alto custo
Organossolve	Químico	Hidrólise da lignina e hemicelulose	Alto custo; necessidade de reciclagem do solvente

Tratamento ácido concentrado	Químico	Alto rendimento de glicose; processo em temperatura ambiente	Elevado custo do ácido; corrosão dos reatores; formação de inibidores
Tratamento ácido diluído	Químico	Diminuição dos problemas de corrosão e menor quantidade de inibidores do que o tratamento com ácido concentrado	Menor concentração de açúcares
Tratamento alcalino	Químico	Solubilização da lignina; menor degradação de açúcar do que o tratamento ácido <sup>(1)</sup>	Produção de compostos inibidores
Fúngico (ação de enzimas que degradam lignina - peroxidases e lacases) <sup>(1)</sup>	Biológico	Degradação da lignina e hemicelulose; baixo consumo de energia	Baixa taxa de hidrólise

Fonte: Adaptado de Alvira et al. (2010). <sup>(1)</sup> Kumar et al. (2009).

**Tabela 1.** Aspectos dos principais métodos de pré-tratamento de biomassa lignocelulósica.

## 2.6. Caracterização química

Com a caracterização química, é possível quantificar os teores dos elementos de um determinado material e, com os resultados obtidos, realizar sua classificação quanto à composição química ou verificar se este atende a uma determinada especificação técnica. Portanto, a caracterização química é uma importante ferramenta quando se necessita conhecer a composição de um material é necessária para o direcionamento de suas aplicações industriais (PAZUR, 1994; MACEDO et al, 2002).

A caracterização química pode ser considerada como uma estratégia para intensificar o uso de recursos vegetais (VIEIRA & AGOSTINI-COSTA, 2007). Além disso, pode ser utilizada para separar os acessos conservados quanto à presença e/ou concentração de substâncias e princípios ativos. Destina-se também a conhecer a variabilidade intrínseca ou entre acessos de uma mesma espécie (VALLS, 2007). Portanto, a conservação da diversidade química dos recursos genéticos vegetais poderá ser mais eficiente a partir do levantamento do seu perfil químico.

### **3. Objetivos**

O projeto teve como objetivo a caracterização química de caroá *in natura* através da análise quantitativa dos teores de cinzas, extrativos, lignina, celulose e hemicelulose e a comparação desta com a cana-de-açúcar, já existente na literatura.

## 4. Materiais e métodos

### 4.1. Preparo da amostra

Antes das amostras serem submetidas aos processos de caracterização química, aproximadamente 10 g da fibra do caroá foram moídas até obter-se granulometria inferior a 20 mesh e secas na estufa a 105 °C até se obter o teor de umidade inferior a 6%.



**Figura 6.** Fibra de caroá *in natura* após o procedimento de preparo da amostra.

### 4.2. Teor de cinzas

A amostra de caroá moída, em um béquer, foi colocada na estufa (SOC.FABBE/170) a 50 °C por 24 horas. Por volta de 3g do material foram pesados em balança semi-analítica (GEHAKA/BG4000), divididos igualmente em 3 cadinhos de porcelana previamente secos na estufa e estes foram levados a mufla por 4 horas e meia a 600 °C.

Depois de o material ter sido queimado, os cadinhos permaneceram no equipamento desligado por 24 horas e a massa do material que restou foi pesada podendo se determinar o teor de cinzas.

### 4.3. Remoção de extrativos (solubilidade em álcool N-heptano)

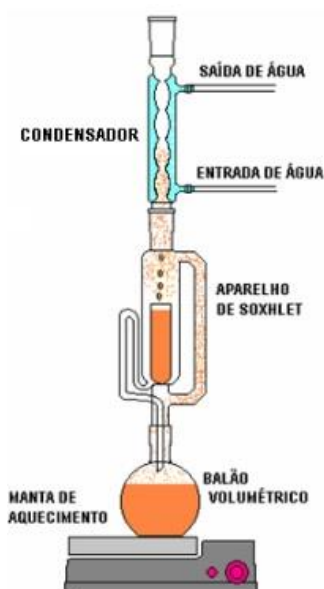
A fibra de caroá foi pesada (4g), dividida igualmente em dois, transferida para os saquinhos de papel de filtro e estes foram grampeados. A amostra dentro dos saquinhos foi transferida para o corpo do extrator e adicionou-se 400 mL de N-heptano e 200 mL

de álcool etílico (99,5%) no balão. Montou-se o conjunto (balão + extrator + condensador) sobre a manta aquecedora (NALGON/3310) e este foi posto para ferver por aproximadamente 24 horas.

Após o tempo decorrido, a solução de N-heptano + álcool foi substituída por água deionizada e o processo foi novamente realizado.

Feita a lavagem com água, as amostras foram retiradas do conjunto, colocadas na estufa (SOC.FABBE/170) e secas a 60 °C.

Por fim, as amostras foram retiradas da estufa, esfriadas no dessecador e pesadas na balança semi-analítica (GEHAKA/BG4000), sendo possível determinar o teor de extrativos.



**Figura 7.** Esquema do funcionamento do conjunto (balão + extrator + condensador).

#### 4.4. Teor de lignina

Após o processo de remoção de extrativos, a serragem de caroá, em um béquer, foi submetida a um banho com água em temperatura ambiente. Após este procedimento, 15 mL de  $H_2SO_4$  foi transferido para o béquer com a serragem.

Manteve-se a serragem em banho e agitou-se durante 2 horas, homogeneizando periodicamente. Depois das 2 horas, a amostra foi transferida para o erlenmeyer utilizando 300 mL de água deionizada e este, transferido para a autoclave durante 30 minutos.

Deixou-se a amostra decantar por 48 horas e foi feita a filtração através do cadinho de vidro sinterizado passando inicialmente o sobrenadante. Depois, o erlenmeyer e o cadinho foram lavados com água quente.

Por fim, o teor de lignina foi dado pela soma da lignina solúvel e insolúvel.

#### **4.4.1. Lignina insolúvel**

O cadinho foi removido, seco na estufa e pesado, podendo-se determinar a massa de lignina insolúvel, após a subtração do teor de cinzas na amostra, previamente calculada de acordo com o item 4.2.

#### **4.4.2. Curva de calibração de lignina solúvel**

A lignina utilizada como padrão é proveniente da biomassa de caroá, submetida a um processo de pré-tratamento hidrotérmico, seguido de deslignificação alcalina (NaOH 1%, pH 12,5). O licor negro obtido no processo de deslignificação foi seco em estufa e posteriormente foram feitas 5 diluições distintas de lignina partindo de 0,5 mg/L até 1,3 mg/L, aumentando-se a concentração 0,2 mg/L a cada diluição.

Foram realizadas medidas de absorvância no espectrofotômetro (PHARMACIA BIOTECH/ULTROSPEC2000) em 280 nm para elaborar a curva de calibração.

#### **4.4.3. Teor de lignina solúvel**

O teor de lignina solúvel na amostra de caroá em estudo foi determinado fazendo-se a leitura no espectrofotômetro em 280 nm do material eluído no cadinho sinterizado durante o processo de filtração.

#### **4.5. Teor de celulose**

Aproximadamente dois gramas do material foram submetidos à extração de forma idêntica à metodologia utilizada para a determinação dos extrativos. Uma solução foi preparada com 5,6 g de perborato de sódio trihidratado dissolvido em 25 mL de ácido acético glacial e 25 mL de peróxido de hidrogênio 30%.

Após o processo de extração, as amostras foram acomodadas em balão de fundo chato e toda a solução foi adicionada a este, levando-se a banho-maria (120 °C) por quatro horas.

Depois, a amostra foi retirada do balão, transferida para um cadinho sinterizado e com o auxílio de água morna (500 mL), foi feita a filtragem em bomba à vácuo.

Por fim, o cadinho foi para a estufa (SOC.FABBE/170) a 100 °C por 24 horas e pesado em balança semi-analítica (GEHAKA/BG4000). Sendo assim, por subtração foi possível determinar o teor de celulose.

Este procedimento foi feito em duplicata.

#### **4.6. Teor de hemicelulose**

No caso da fração de hemicelulose, esta foi calculada por diferença de 100% da soma dos teores de extrativos, cinzas, lignina e celulose.

### **5. Resultados e discussão**

#### **5.1. Teor de cinzas**

Para a caracterização de cinzas partiu-se de 1g do material. O experimento foi realizado em triplicata e os resultados podem ser vistos abaixo:

<b>Massa da amostra</b>	<b>Massa de cinzas</b>	<b>Porcentagem de cinzas</b>
1,00 g	0,0305 g	3,05 %
1,01 g	0,0307 g	3,07 %
1,01 g	0,0336 g	3,30 %

**Tabela 2.** Massas das amostras de caroá antes do procedimento de determinação do teor de cinzas e suas respectivas massas e porcentagens de cinzas após o processo.

A partir dos resultados acima, percebe-se que o valor do teor de cinzas está aproximadamente 3,14% do peso inicial da matéria (0,0316 g).

## 5.2. Teor de extrativos

Os valores obtidos a partir do processo de remoção de extrativos foram de 0,148 g e 0,142 g, obtendo-se assim, media de 0,145 g (7,26%).

## 5.3. Teor de Lignina

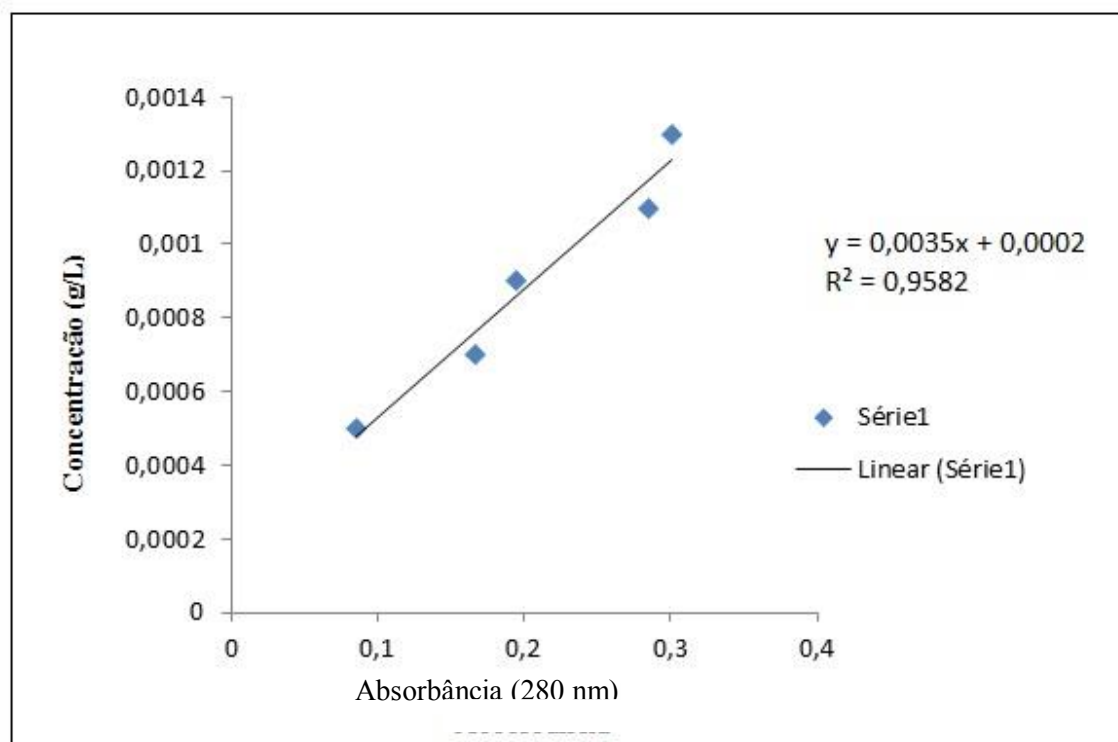
O teor de lignina foi determinado pela soma da lignina solúvel com a insolúvel.

### 5.3.1. Teor de lignina insolúvel

A massa obtida para o material retido no filtro do cadinho sinterizado foi de 0,325 g, sendo este material composto de lignina insolúvel + cinzas, e o valor das cinzas obtido igual a 0,063 g, a massa da lignina insolúvel é igual a 0,262 g (13,1%).

### 5.3.2. Curva de calibração de lignina solúvel

A partir das leituras foi possível obter a seguinte curva:



**Gráfico 1.** Curva de calibração de calibração de lignina solúvel.

### 5.3.2. Teor de lignina solúvel

Com base na curva de calibração foi obtido um valor de 0,001 g/L de lignina solúvel. Experimentalmente os valores de absorvância obtidos em duplicata foram 0,254 e 0,246. Sendo o volume eluído igual a 315 mL, a massa de lignina solúvel presente na amostra de caroá é igual a 0,003 g (0,15%).

### 5.4. Teor de celulose

Obtiveram-se os valores de 1,25 g e 1,29 g do material pesado de celulose, obtendo-se a media de 1,27 g de celulose (63,5%).

### 5.5. Teor de hemicelulose

Subtraindo os valores de celulose, hemicelulose, lignina e extrativos do valor de 100%, obteve-se 12,85% da composição do caroá em hemicelulose.

### 5.6. Tabela comparativa

A fibra de caroá foi caracterizada quimicamente para obtenção dos valores percentuais de celulose, hemicelulose, lignina, cinzas e extrativos totais.

O teor de lignina foi obtido a partir da soma da lignina solúvel com a insolúvel.

<b>Fibra in natura</b>	<b>Celulose</b>	<b>Hemicelulose</b>	<b>Lignina</b>	<b>Extrativos</b>
Caroá	63,5 %	12,85 %	13,25 %	7,26 %
Bagaço de cana-de-açúcar (*)	43,1 %	25,2 %	22,9 %	4,3 %

**Tabela 3.** Comparação dos teores de celulose, hemicelulose, lignina e extrativos entre a fibra de caroá e bagaço de cana-de-açúcar. Fonte: (\*) Rocha et al. (2012).

Os teores percentuais de celulose e extrativos mostraram-se superiores em relação ao da cana-de-açúcar reportados por Rocha e colaboradores (2012). Entretanto, a lignina e hemicelulose mostraram-se inferiores.

## 6. Conclusão

Foi possível obter valores de celulose, hemicelulose, lignina (solúvel + insolúvel) e extrativos coerentes aos encontrados por Vasconcelos (2009). A composição química do caroá comparada ao bagaço de cana-de-açúcar, que possui forte potencial para produção de etanol celulósico, mostrou um aumento de 20,4% de celulose e significativa redução do teor de lignina.

Considerando-se o alto teor de celulose e o baixo teor de lignina, essa comparação mostra que o caroá é uma fibra que pode ser estudada para obtenção de etanol celulósico.

## 7. Referências bibliográficas

ALVIRA, P. et al. Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: A review. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 13, p. 4851–4861, 2010.

BAI, L.; HU, H.; XU, J. Influences of configuration and molecular weight of hemicelluloses on their paper-strengthening effects. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 88, n. 4, p. 1258-1263, 2012.

BUCKERIDGE, M. S.; DOS SANTOS, W.; SOUZA, A. P. Routes for cellulosic ethanol in Brazil. L.A.B. Cortez (Org.) **Sugarcane bioethanol: R&D for productivity and sustainability**, pp. 365-380, 2010.

BRANDT, A. et al. Deconstruction of lignocellulosic biomass with ionic liquids. **Green Chemistry**, v. 15, n. 3, p. 550–583, 2013.

CHEN, C.L. Lignins: Occurrence in wood tissues isolation reactions, and structure. In: LEWIS, M., GOLDSTEIN, I.S. (ed.). **Wood structure and composition**. N.i. : Marcel Dekker, 1991.

CHEN, H. **Biotechnology of lignocellulose**: theory and practice. 1. ed. Netherlands: Springer, 510 p, 2014.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood**: chemistry, ultrastructure, reactions. Berlin: Walter de Gruyter, 613 p, 1989.

GALBE, M.; ZACCHI, G. Pretreatment of lignocellulosic materials for efficient bioethanol production. **Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology**, v. 108, p. 41–65, 2007.

GIBSON, L. J. The hierarchical structure and mechanics of plant materials. **Journal of the Royal Society Interface**, v. 9, p. 2749–2766, 2012.

HABIBI, Y.; LUCIA, A. L.; ROJAS, O. J. Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications, **Chemical Reviews**, v. **110**, t. 6, p. 3479–3500, 2010.

KAMM, B.; GRUBER, P.R.; KAMM, M. **Biorefineries, Industrial Processes and Products**. Ed. Wiley-VCH, Germany, 2006.

LEE, H. V.; HAMID, S. B. A.; ZAIN, S. K. Review. Conversion of lignocellulosic biomass to nanocellulose: structure and chemical process. **Scientific World Journal**, v. 2014, 20 p., 2014.

LU, Y.; YANG, B.; GREGG, D.; SADDLER, J. N.; MANSFIELD, S. D.; Appl. **Biochem. Biotechnol**, 98, 641, 2002.

MACEDO, M.G., LACROIX, C., GARDNER, N.J., CHAMPAGNE C.P. Effect of medium supplementation on exopolysaccharide production by *Lactobacillus rhamnosus* RW-9595M in whey permeate. **Int Dairy J** 12: 419-426, 2002b.

MARQUES, G. et al. Acetylated heteroxylan from *Agave sisalana* and its behavior in alkaline pulping and TCF/ECF bleaching. **Carbohydrate polymers**, Barquing, v. 81, n. 3, p. 517-523, 2010.

MORTIMER, J. C. et al. Absence of branches from xylan in *Arabidopsis gux* mutants reveals potential for simplification of lignocellulosic biomass. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 107, p. 17409–17414, 2010.

PÄÄKKÖ, M. et al. Enzymatic hydrolysis combined with mechanical shearing and high pressure homogenization for nanoscale cellulose fibrils and strong gels. **Biomacromolecules**, v. 8, n. 6, p. 1934–1941, 2007.

PAZUR, J. H. Em Carbohydrate Analysis: A Practical Approach; Chaplin, M. F.; Kennedy, J. F., eds.; **Oxford University Press**; Oxford, p. 73, 1994.

PEREIRA, F. R. L., QUIRINO, G. Z. M. Fenologia e biologia floral de *Neoglaziovia variegata* (Bromeliaceae) na caatinga paraibana. **Rodriguésia**, v. 59, n. 4, p. 835–844, 2008.

PILÓ-VELOSO, D., NASCIMENTO, E.A., MORAIS, S.A.L. Isolamento e análise estrutural de ligninas. **Química Nova**, v.16, p.435-448, 1993.

RAHIMI, A. et al. Formic-acid-induced depolymerization of oxidized lignin to aromatics. **Nature**, v. 515, p. 249–252, 2014.

RIBEIRO, M. B. Fibrocultura: o Semi-Árido é o paraíso das fibras vegetais. In: RIBEIRO, M.B. (ed.). A potencialidade do semi-árido brasileiro. Brasília: Revan. **Acta Crystallography**, v. 136, p.121, 2007.

SARKANEN, K. V. and LUDWING, C. H., Eds., John Wiley & Sons, Inc., Lignins: Occurrence, formation, structure and reactions. New York, **Wiley-Interscience**, 916 pp, 1971.

SILVEIRA, D. G. et al. Germinative response of *Neoglaziovia variegata* (Arruda) Mez seeds. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 35, n. 5, p. 948–955, 2011.

SILVEIRA, R. L. et al. Plant biomass recalcitrance: effect of hemicellulose composition on nanoscale forces that control cell wall strength. **Journal of the American Chemical Society**, v. 135, p. 19048–19051, 2013.

TALEBNIA, F.; KARAKASHEV, D.; ANGELIDAKI, I. Production of bioethanol from wheat straw: an overview on pretreatment, hydrolysis and fermentation. **Bioresource Technology**, v. 101, p. 4744–4475, 2010.

VALLS, J. M. F. Caracterização de recursos genéticos vegetais. In NASS, L. L. (Ed.). **Recursos genéticos vegetais**. Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, p. 281-305, 2007.

VASCONCELOS, R. F.; ARAÚJO, G. T.; ROCHA, A. P. T.; ROCHA, M. T. Cinética de deslignificação do caroá (*Neoglaziovia variegata* (Arr. Cam.) Mez.) por processo organossolve. **Revista Educação Agrícola Superior**, v. 24, n. 2, p.54–61, 2009.

VIEIRA, R. F.; AGOSTINI-COSTA, T. S. Caracterização química de metabólitos secundários em germoplasma vegetal. In: NASS, L. L. (Ed.). **Recursos genéticos vegetais**. Brasília: Eambrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, p. 343-376, 2007.

ZHANG, Y. H. P. Reviving the carbohydrate economy via multi-product biorefineries. **Ind. Microbiol Biotechnol.** 35, 367-375, 2009.