República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

* B R 1 0 2 0 2 4 0 2 0 1 8 1 A 2 *

(21) BR 102024020181-7 A2

(22) Data do Depósito: 29/09/2024

(43) Data da Publicação Nacional: 07/04/2026

(54) Título: PROCESSO VERDE PARA A OBTENÇÃO DE FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK) E APLICAÇÕES EM NANOTECNOLOGIA

(51) Int. Cl.: C08H 8/00; B27K 3/34.

(52) CPC: C08H 8/00; B27K 3/34.

(71) Depositante(es): UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA JULIO DE MESQUITA FILHO; FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS.

(72) Inventor(es): JÉSSICA DE SOUZA RODRIGUES; LEONARDO FERNANDES FRACETO; VAGNER ROBERTO BOTARO; MARYSTELA FERREIRA; AMANDA DE SOUSA MARTINEZ DE FREITAS.

(57) Resumo: PROCESSO VERDE PARA A OBTENÇÃO DE FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK) E APLICAÇÕES EM NANOTECNOLOGIA. O presente pedido de patente de invenção, pertencendo à área da Agricultura e Saúde Animal, compreende um processo de obtenção de nanopartículas de lignina (NPL) por meio de fracionamento sequencial da lignina kraft (LK) utilizando ácido acético (HOAc) como solvente. A utilização do ácido acético como solvente, possibilita não apenas o fracionamento eficiente da lignina, mas também a capacidade de controlar o tamanho das nanopartículas, oferecendo NPL com propriedades superiores, incluindo diâmetros hidrodinâmicos específicos, adaptáveis para aplicações personalizadas em nanotecnologia e materiais avançados.

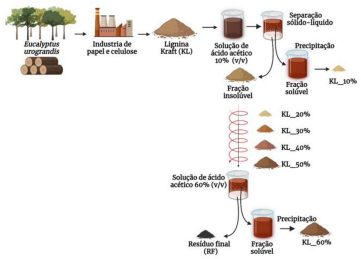


FIGURA 1

PROCESSO VERDE PARA A OBTENÇÃO DE FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK) E APLICAÇÕES EM NANOTECNOLOGIA

BREVE DESCRIÇÃO

[001] O presente pedido de patente compreende um processo de obtenção de frações selecionadas de lignina por meio de fracionamento sequencial da lignina kraft (LK) utilizando ácido acético (HOAc) como solvente. A partir dessas frações selecionadas, são obtidas nanopartículas de lignina (NPL). A utilização do ácido acético como solvente, possibilita não apenas o fracionamento eficiente da lignina, mas também a capacidade de controlar o tamanho das nanopartículas, oferecendo NPL com propriedades superiores. Essas propriedades incluem diâmetros hidrodinâmicos específicos e uniformes, maior estabilidade coloidal e melhor dispersão em diferentes matrizes, adaptáveis para aplicações personalizadas em nanotecnologia e materiais avançados.

CAMPO DE APLICAÇÃO

[002] O campo de aplicação está relacionado com a Agricultura e a Saúde Animal, mais especificamente na produção de NPL que são utilizadas em aplicações agrícolas, como melhoradores de solo e agentes de liberação controlada de nutrientes e pesticidas, promovendo assim a eficiência agrícola e a sustentabilidade. As NPL podem ser incorporadas em materiais compósitos para melhorar propriedades mecânicas e características de barreira, também em aplicações biomédicas, como veículos de liberação de medicamentos, devido à sua biocompatibilidade e potencial para melhorar a solubilidade de compostos bioativos, ou aplicações na indústria de cosméticos, como estabilizadores, agentes espessantes ou sistemas de liberação de ingredientes ativos.

ESTADO DA TÉCNICA

[003] O documento “*Fine-tune of lignin properties by its fractionation with a sequential organic solvent extraction*” Izaguirre *et al*. (2021), se refere ao aperfeiçoamento fino de propriedades de lignina por meio de seu fracionamento

com extração sequencial utilizando solvente orgânico. Após a obtenção de ligninas por métodos de extração kraft e organosolv, elas foram fracionadas para determinar propriedades físico-químicas encontradas na sequência de fracionamento e nas frações obtidas. Para o referido fracionamento, este documento descreve uma sequência de solventes projetada com base nas propriedades ambientais, avaliações de saúde e segurança dos solventes orgânicos selecionados: (metanol (MeOH), etanol (EtOH), propan-2-ona (DMK), acetato de etila (EtOAc), propano- 1-ol (nPrOH), propan-2-ol (iPrOH), butan-2-ona (MEK) e butan-1-ol (tBuOH)).

[004] O documento "*Optimization of lignin precipitation from black liquor using organic acids and its valorization by preparing lignin nanoparticles*", Sharma *et al* (2024), se refere à otimização da precipitação de lignina a partir de licor negro usando ácidos orgânicos e sua valorização através da preparação de nanopartículas de lignina. De acordo com este artigo, a lignina foi precipitada do licor negro através da acidificação por ácido acético ou ácido láctico para reduzir o pH do licor até uma faixa de 3,5-4,5. Após a obtenção da lignina por precipitação, as nanopartículas foram produzidas por meio das técnicas de automontagem (*self-assembly*) e acidificação.

[005] O documento "*Purification, fractionation, and characterization of lignin from kraft black liquor for use as a renewable biomaterial",* Klett (2017), é uma dissertação relacionada a purificação, fracionamento e caracterização de lignina do licor negro kraft para uso como biomaterial renovável. Para o fracionamento, este documento ensina a utilização de uma solução aquosa de ácido acético em uma concentração de 90% v/v de ácido em relação à água, em combinação com dióxido de carbono em situação próxima ao crítico.

[006] O documento "*Aqueous organic solvent fractionation as means to improve ligninhomogeneity and purity*", ääskeläinen *et al*. (2017), se refere ao fracionamento com solvente orgânico aquoso para melhorar a homogeneidade e a pureza de lignina. Esse artigo ensina o fracionamento de precipitação de lignina kraft, a partir

de uma solução aquosa de etanol, acetona ou éter monometílico de propilenoglicol, sendo a água um não-solvente.

OBJETIVOS DA INVENÇÃO

[007] O principal objetivo da presente invenção é fornecer um processo para obtenção de frações selecionadas de LK de maneira sustentável e lucrativa, destacando a capacidade de transformar resíduos em recursos valiosos.

VANTAGENS DA INVENÇÃO

[008] A presente invenção traz como vantagem a utilização do HOAc como solvente no fracionamento sequencial da LK para a produção NPL. O solvente não apenas viabiliza o processo de fracionamento, mas confere à tecnologia a capacidade única de controlar o tamanho das NPL. Comercialmente, o uso do HOAc pode reduzir custos operacionais devido à sua ampla disponibilidade e menor toxicidade, facilitando o manuseio e descarte. Além disso, a capacidade de produzir NPL com tamanhos precisos pode abrir novas oportunidades de mercado, especialmente em aplicações que exigem controle rigoroso de tamanho de partícula, como em formulações de proteção UV, sistemas de liberação controlada de ingredientes ativos e materiais compósitos. Assim, a singularidade do uso do HOAc como solvente representa uma solução inovadora que supera desafios técnicos significativos, proporcionando benefícios comerciais e avanços tecnológicos notáveis.

DESCRIÇÃO DETALHADA DAS FIGURAS

[009] A Figura 1 traz um esquema ilustrativo da abordagem de fracionamento sequencial em meio ácido. A LK proveniente do *Eucalyptus Urograndi*s, derivado da indústria de papel e celulose, foi fracionada em diferentes proporções de ácido acético, seguida pela separação das frações solúveis e insolúveis. A fração solúvel foi precipitada, enquanto a fração insolúvel continuou a ser fracionada.

[010] A Figura 2 apresenta um gráfico que mostra a correlação entre a massa molar média ponderada (M_w) e o índice de polidispersividade (PDI) das frações; KL_10%, KL_20%, KL_30%, KL_40%, KL_50%, KL_60%, FR e KL.

[011] A Figura 3 são fotografias que ilustram as amostras: KL (A), KL_30% (B), KL_40% (C), KL_50% (D) e FR (E). Essas amostras foram obtidas por meio de fracionamento sequencial em ácido acético, com destaque para o escurecimento das amostras à medida que a porcentagem de ácido aumentava.

[012] A Figura 4 são fotografias que ilustram as micrografias obtidas por MEV das amostras: KL (A), KL_30% (B), KL_40% (C), KL_50% (D) e FR (E).

[013] A Figura 5 é um gráfico que ilustra os espectros de FTIR das amostras de KL (preto), KL_30% (verde), KL_40% (vermelho), KL_50% (azul) e FR (rosa).

[014] A Figura 6 mostra o gráfico da solubilidade em solução tampão (Na_2HPO_4 - ácido cítrico, pH 2, 4, 6 e 8) das amostras: KL, KL_30%, KL_40%, KL_50% e FR.

[015] A Figura 7A mostra o gráfico das curvas termogravimétricas (TG), A Figura 7B apresenta o gráfico da primeira derivada das curvas termogravimétricas (DTG) e a Figura 7C o termograma da calorimetria diferencial de varredura (DSC) para as frações de lignina: KL, KL_30%, KL_40%, KL_50% e FR.

[016] A Figura 8 ilustra as micrografias de TEM obtidas para as amostras NPKL, NP30, NP40, NP50 e NPFR com escala de 2 µm (A, C, E, G e I) e com escala de 500 nm (B, D, F e H).

[017] A Figura 9 mostra o gráfico contendo os resultados obtidos para o monitoramento da estabilidade do diâmetro hidrodinâmico (nm) das amostras NPKL, NP30, NP40, NP50 e NPFR, medido mensalmente ao longo de um período de quatro meses.

[018] A Figura 10 mostra o gráfico do diâmetro hidrodinâmico das NPL em função da massa molar (M_w) e dos teores de grupos fenólicos (Ph-OH) e alifáticos (Aliph-OH).

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[019] O fracionamento da lignina kraft (KL) foi realizado conforme apresentado na Figura 1. Onde, 10 g de KL foram adicionadas à 100 mL de solução aquosa de ácido acético (10% em volume) e agitada vigorosamente por 20 min em temperatura ambiente (~25ºC). A lignina insolúvel (precipitado) foi então separada

por filtração à vácuo e seca em estufa a 40ºC por 24 h, e continuamente fracionada. As concentrações de ácido acético empregadas foram: 10, 20, 30, 40, 50 e 60%. Ao filtrado foi adicionado cerca de 300 mL de água destilada para a precipitação da fração solúvel. Cada fração de lignina solúvel foi nomeada de acordo com a concentração HOAc empregada: KL_10%, KL_20%, KL_30%, KL_40%, KL_50%, KL_60% e resíduo final (FR). Os dados experimentais foram coletados em quintuplicada e os rendimentos experimentais foram estimados com base na massa seca das frações solúveis em HOAc.

[020] Nanopartículas de lignina (NPL) foram sintetizadas utilizando o método de precipitação por antissolvente, conforme detalhado por Morsali *et al.* 2022. Inicialmente, 0,5 g de KL previamente seca foi solubilizada em uma solução contendo 30 g de álcool etílico e 10 g de água deionizada, sob agitação constante, durante um período de 3 h à temperatura ambiente. Posteriormente, a solução foi submetida a uma filtração através de uma membrana com poros de 0,45 µm (Millipore) com o intuito de eliminar qualquer material sólido não dissolvido. Finalmente, para formar uma dispersão coloidal de KL, adicionou-se 120 g de água deionizada à solução em agitação. O álcool etílico foi então removido através de um evaporador rotativo, operando sob pressão reduzida, a uma temperatura de 40°C. O mesmo procedimento foi realizado para as frações KL_30%, KL_40%, KL_50% e FR. As NPL receberam as seguintes nomenclaturas: NPKL, NP30, NP40, NP50 e NPFR, de acordo com a fração empregada.

[021] A massa molar média ponderada (M_w), massa molar média numérica (M_n) e o índice de polidispersividade (PDI) foram determinados por Cromatografia de Permeação em Gel (GPC). Equipado com um detector de índice de refração (RID), detector de UV (256 nm) e uma coluna modelo GPC/SEC pLgel MIXED B. Para construir a curva de calibração, padrões de poliestireno (PS) com uma faixa de massa molar de 161 – 65,7x10^5 g.mol^{-1} foram empregados. Para a análise foi utilizado 20 µL de solução de 1 mg/0,2 mL de PS em THF, com vazão de 1 mL.min^{-}

^{1}, pressão de 22 bar, temperatura de 40ºC para a bomba isocrática e 40ºC para o detector de índice de refração.

[022] Os dados experimentais foram coletados em triplicata para relatar dados estatisticamente no formato padrão e comparar as eficiências experimentais entre as M_w nas diferentes porcentagens de HOAc empregado. A significância dos valores de M_w foram analisadas por meio de uma análise de variância (ANOVA) unidirecional com intervalo de confiança de 95% (p=0,05). As diferenças entre as médias foram comparadas e segregadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

[023] Para a análise morfológica e estrutural das frações de KL, a caracterização estrutural foi conduzida por Espectroscopia na Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). Foram realizadas 128 varreduras, com resolução nominal de 4,0 cm^{-1}, na faixa de 4000–400 cm^{-1}. As micromorfologias foram observadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) a uma tensão de aceleração de 15 kV. As amostras foram revestidas com ouro e paládio, para garantir condutividade adequada.

[024] Para a análise morfológica e estrutural das nanopartículas de KL, a distribuição de tamanho e a análise do potencial zeta das NPL foram caracterizadas por espalhamento dinâmico de luz (DLS). A caracterização morfológica das nanopartículas foi realizada por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM). A técnica de análise de rastreamento de nanopartículas (NTA) foi empregada para determinar a concentração e a distribuição de tamanho das nanopartículas. Uma célula NanoSight LM 10 (laser verde, 532 nm) com uma câmera sCMOS e o software NanoSight foi utilizada para analisar suspensões diluídas de nanopartículas em água deionizada.

[025] Os grupos hidroxila presentes em diferentes posições na estrutura das frações de KL foram determinados por espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN ^{31}P), seguindo o protocolo otimizado por Balakshin & Capanema. O tempo de aquisição e o atraso de relaxamento foram ajustados para 2,6 s e 25 s, respectivamente, com a coleta de 128 varreduras. Devido à dissolução inadequada

da amostra FR, foram necessárias 1024 varreduras. Especificamente, aproximadamente 20 mg de LK foram dissolvidos em 0,4 mL de uma mistura de piridina deuterada e clorofórmio (1,6:1, v/v), juntamente com 18 mg de acetilacetonato de cromo (III) e 20 mg da solução padrão interno (endo-N-hidroxi-5-norborneno-2,3-dicarboximida). Por fim, 70 µL do agente de fosforilação (2-cloro-4,4,5,5-tetrametil-1,3,2-dioxafosfolano) foram adicionados à mistura, o conteúdo do frasco foi agitado, transferido para um tubo de RMN e enviado para a aquisição de espectro de RMN ^{31}P.

[026] O teor total de fenólicos (TPC) foi determinado utilizando o método colorimétrico de *Folin-Ciocalteu*, conforme descrito por Swain & Hills, com ácido gálico como padrão fenólico. Em resumo, 150 µL da solução metanólica de cada fração de lignina (50 mg/mL) foi diluída em 2400 µL de água ultrapura, seguida pela adição de 150 µL da solução de reagente *Folin-Ciocalteu* a 2M. A mistura foi incubada por 3 min, e então 300 µL de Na_2CO_3 (1 N) foram adicionados, seguidos por incubação adicional de 25 min à temperatura ambiente e protegido da luz. A absorbância a 725 nm (25ºC) foi medida em cubetas de quartzo. Uma curva de calibração linear foi preparada, usando ácido gálico na faixa de 25 a 200 µg/mL (R^2 = 0,986). O teor total de fenóis foi expresso em equivalentes de ácido gálico (EAG) em miligramas por grama de material seco.

[027] Para verificar a atividade antioxidante, o ensaio DPPH foi realizado de acordo com o método relatado por *Brand-Williams et al*., com modificações. 100 uL das amostras de LK (12,5, 6,75, e 2,5 $mg.mL^{-1}$ de dioxano/água: 90/10 v/v) foram adicionados a 3,9 mL de solução de DPPH (60 µM), e a mistura foi deixada reagir à temperatura ambiente por 30 min no escuro antes da absorbância ser medida em 515 nm. A amostra controle foi preparada utilizando 100 uL de dioxano 90% e 3,9 mL de solução de DPPH (60 µM). Foi utilizado uma solução contendo 3,9 mL de álcool metílico e 0,1 mL de dioxano 90%, como branco, para servir de linha de base para o espectrofotômetro. A concentração de radicais DPPH nas amostras controle e analisadas (concentração restante) foi calculada com uma curva de calibração

(10– 60 μM) (R^2 = 0,959). A atividade de eliminação do radical DPPH da fração de lignina foi calculada pela Equação 1. O valor IC_{50} calculado representou a concentração que inibe 50% do radical DPPH inicial.

$$DPPH_{\text{radicais livres}}(\%) = \frac{\text{Absorbância}_{t=0\ \text{min}} - \text{Absorbância}_{t=30\ \text{min}}}{\text{Absorbância}_{t=0\ \text{min}}} \text{x}100\% \quad \text{(Equação1)}$$

[028] A caracterização térmica das frações foi realizada com taxa de aquecimento constante de 20 °C.min^{-1} até 900°C, mantido em atmosfera inerte com vazão de 20 mL.min^{-1} de nitrogênio. As amostras foram previamente aquecidas a 100°C com isoterma de 5 min para eliminar o histórico térmico. Posteriormente, foram resfriadas a -10°C, seguidas por um segundo aquecimento a 200°C com uma taxa de aquecimento de 20 °C.min^{-1}. Todas as medições foram realizadas sob um fluxo de nitrogênio de 50 mL/min, e a massa da amostra foi mantida em torno de 4-7 mg. Os eventos térmicos foram identificados e calculados durante a segunda varredura de aquecimento.

[029] Para avaliar a solubilidade das frações de lignina, 0,2 g de LK foram adicionadas em 10 mL de solução tampão Na_2HPO_4 - ácido cítrico (0,1–0,2 M, pH = 4, 6, 8) ou HCl (pH = 2). A mistura foi agitada vigorosamente por 20 min à temperatura ambiente e posteriormente centrifugada a 12.000 rpm por 10 min para isolar as frações insolúveis. A fração insolúvel foi subsequente filtrada a vácuo e seca, em estufa a 40ºC por 24 h. A solubilidade foi determinada gravimetricamente, expressa em % em massa, calculada como a razão entre a quantidade dissolvida e a massa inicial.

[030] A KL da madeira de *Eucalyptus urograndis* foi refinada por um processo de fracionamento sequencial em HOAc. Na Tabela 1, foi possível observar que o rendimento da extração foi diretamente proporcional ao aumento da porcentagem de HOAc adicionado. Tal fato era esperado já que o HOAc é amplamente utilizado na deslignificação em condições amenas de materiais lignocelulósicos, método conhecido como polpação acetossolve. Logo a solubilidade da lignina nesse meio ácido é dada como ótima, assim ao aumentar a porcentagem de HOAc mais solúvel

as frações da KL foram no meio (Tabela 1). Não foi dado sequência ao fracionamento após a adição de 60% de HOAc devido à baixa porcentagem de resíduo final (FR).

[031] **Tabela 1** - Rendimento das extrações e dados resultantes da análise GPC para as frações de lignina.

Fração	Rendimento (%)	M_w (g.mol^{-1})[a]	M_n (g.mol^{-1})[b]	PDI[c]
KL	-	2653 ± 65	925 ± 37	2,87
KL_10%	1,91 ± 0,14	710 ± 49	669 ± 48	1,06
KL_20%	7,46 ± 0,57	730 ± 54	590 ± 10	1,23
KL_30%	15,17 ± 2,84	1151 ± 33	892 ± 03	1,29
KL_40%	23,67 ± 2,88	1446 ± 70	1093 ± 31	1,33
KL_50%	51,06 ± 0,83	1897 ± 117	1257 ± 90	1,51
KL_60%	50,84 ± 8,64	2196 ± 99	1416 ± 142	1,55
FR	10,89 ± 2,63	3068 ± 102	1525 ± 58	2,01

[a]M_w – massa molar média ponderal; [b]M_n – massa molar média numérica; [c]PDI-índice de polidispersividade (M_w/M_n).

[032] A M_w, M_n e o PDI de cada fração foram apresentados na Tabela 1 e correlacionados na Figura 2. As massas molares das frações aumentaram gradualmente da KL_10% (710 g.mol^{-1}) para KL_60% (2196 g.mol^{-1}). Este resultado indicou que as frações de baixa massa molar foram solúveis em baixas porcentagens de HOAc (KL_10%, KL_20% e KL_30%), enquanto as frações de alta massa molar tiveram uma maior solubilidade em altas porcentagens de ácido (KL_50% e KL_60%). Os PDI das frações aumentaram à medida que o fracionamento prosseguiu, e a KL e o FR mostraram valores de PDI muito mais altos do que as frações posteriores (Figura 2).

[033] Com os resultados mostrados na Figura 2, a análise estatística foi realizada usando o teste ANOVA de uma via . O valor-P calculado foi inferior a 0,05, mostrando que houve diferença estatisticamente significativa entre as composições analisadas. Assim, foi necessário realizar o teste de *Tukey*, entre duas amostras assumindo diferentes variâncias. A análise das composições por pares mostrou que apenas os conjuntos de amostras KL_10% e KL_20% (a), KL_50% e KL_60% (b) e

KL_60% e KL (c), não apresentaram diferenças significativas entre os valores de M_w. As demais combinações analisadas apresentaram diferenças entre seus conjuntos. Assim, claramente a KL foi separada em frações específicas de baixo, médio e alto intervalo de massa molar média.

[034] A seleção das frações a serem utilizadas nas etapas seguintes foi cuidadosamente conduzida, levando em consideração a porcentagem de rendimento e as discrepâncias estatísticas entre os conjuntos de amostras. As frações KL_10% e KL_20% foram omitidas nas etapas subsequentes devido à baixa eficiência de extração (Tabela 1), enquanto a amostra KL_60% foi excluída devido à similaridade com as amostras KL_50% e KL (Figura 2).

[035] A Figura 3 exibiu as imagens das quatro frações obtidas, onde foi notável uma variação de cores entre as amostras. Foi visualmente perceptível uma tendência de escurecimento nas amostras de KL_30% (B) para FR (E), indicando possíveis discrepâncias na estrutura química das frações. Ainda, o gradual de escurecimento das amostras foi proporcional ao aumento de M_w (Tabela 1). Portanto, foram conduzidas análises detalhadas para investigar as tendências de massa molar, funcionalidade química e propriedades térmicas das frações de lignina.

[036] O MEV foi utilizado para observar a micromorfologia das diferentes frações de KL (Figura 4). As micrografias de MEV das frações KL_30%, KL_40% e KL_50% (Figura 4B-D) se assemelharam à KL, isso sugeriu que essas frações tenham sido processadas e isoladas de tal forma que a estrutura morfológica da lignina não tenha sido significativamente alterada. As micrografias das KL, KL_30%, KL_40% e KL_50%, foram obtidas nas mesmas magnificações (x800), enquanto para a fração FR a magnificação foi de x80, devido ao tamanho das partículas dessa fração serem 10 vezes maior.

[037] Os espectros de FTIR das quatros frações, bem como da KL, apresentaram (Figura 5) bandas típicas de lignina em 3400 cm^{-1} (-estiramento OH), 2836–2939 cm^{-1} (-estiramento CH), 1602 cm^{-1}, 1511 cm^{-1}, 1456 cm^{-1}, 1419 cm^{-1} (vibrações esqueléticas aromáticas), 1212 cm^{-1} (-estiramento CO) e 1032 cm^{-1} (aromático no

plano CH deformação). Os grupos funcionais eram derivados principalmente de unidades guaiacil e siringila (GS), correspondentes à lignina extraída de *Eucalyptus urograndis*. O sinal atribuído aos grupos carboxila (1709 cm^{-1}) apresentou baixa intensidade, porém alta intensidade foi observada em 1212 cm^{-1}, indicando que as unidades fenólicas eram mais abundantes que os grupos carboxila. Nenhuma alteração na posição dos picos e/ou banda adicional nos espectros de FTIR foi observada, o que indica que o método de fracionamento adotado neste estudo não alterou a estrutura química das frações de lignina.

[038] A análise por ^{31}p RMN da lignina possibilitou a quantificação de diversos tipos de grupos hidroxila, incluindo os alifáticos e os fenólicos, bem como grupos carboxila, conforme Tabela 2. A fração KL_30% apresentou um teor mais elevado de grupos hidroxilas fenólicas (3,41 $mmol.g^{-1}$), enquanto as frações KL e FR exibiram maiores quantidades de grupos hidroxilas alifáticas, registrando 1,55 e 1,54 $mmol.g^{-1}$, respectivamente. Ainda, como consequência do processo de fracionamento utilizado, as unidades fenólicas S e G aumentaram gradativamente na fração KL_30% quando comparada as outras frações, com isso o número de sítios reativos teóricos também aumentou.

[039] **Tabela 2** - Análise de KL, KL_30%, KL_40%, KL_50% e FR por RMN ^{31} e TPC.

Amostras	Alif-OH	5-sub	G_{nc}	H	Total Ph-OH	Total OH	COOH	TPC
	mmol/g							(µg.GAE/mg)
KL	1,55	2,57	0,44	0,24	3,25	4,80	0,48	46,65±3,20[a]
KL_30%	1,35	2,73	0,50	0,24	3,47	4,82	0,63	65,52±2,65
KL_40%	1,46	2,25	0,36	0,21	2,81	4,27	0,77	53,60±2,68
KL_50%	1,49	1,95	0,33	0,23	2,50	3,99	0,76	46,99±3,69[a]
FR	1,54	1,05	0,33	0,41	1,79	3,33	1,50	35,36±3,76

Alif-OH = Hidroxilas alifáticas; 5-sub = Fenóis 5-substituídos (Siringila e Guaiacila condensado); G_{nc} = Guaiacila não condensado; Total Fen-OH = Fenóis totais; Total OH = Grupos hidroxilas totais; COOH – Grupos carboxilas; TPC- conteúdo fenólico total; GAE – Equivalente de ácido gálico.

[040] Assim, o conteúdo de Ph-OH aumentou gradativamente à medida que a M_w das frações diminuía, enquanto as Alif-OH e COOH mostraram uma tendência inversa. Os valores de TPC das frações de lignina variaram de 35,36 ± 3,76 a 65,52 ± 2,65 µg.GAE/mg, como mostrado na Tabela 2. A KL_30% teve o maior conteúdo fenólico total (65,52 µg.GAE/mg) enquanto a FR teve o menor conteúdo fenólico (35,63 µg.GAE/mg), corroborando com os resultados de ^{31}RMN. Ainda, as amostras KL e KL_50% não apresentaram diferenças significativas entre o TPC. Esses resultados indicaram que os grupos Ph-OH foram facilmente solubilizados em baixas porcentagens de HOAc.

[041] Esses resultados indicaram que os grupos Ph-OH foram facilmente solubilizados em baixas porcentagens de HOAc. Além disso, um aumento significativo nos grupos Ph-OH indicou que as frações de menor M_w passaram por uma maior clivagem das ligações β-O-4, resultando em quantidades superiores de grupos terminais. O aumento significativo de grupos COOH na FR foi atribuído a reações mais intensas e à quebra de ligações químicas, resultantes das condições mais rigorosas do processo, devido à alta concentração de HOAc.

[042] Subsequentemente, a investigação da solubilidade das frações de lignina em um tampão de Na_2HPO_4 - ácido cítrico, com valores de pH variando de 2 a 8, complementou ainda mais a compreensão de suas características químicas. Conforme ilustrado na Figura 6, observou-se um aumento consistente na solubilidade em todas as frações com o aumento do pH. Destaca-se especialmente a maior solubilidade em frações ricas em grupos Ph-OH (Solubilidade > KL_30% > KL > KL_40% > KL_50 > FR). Essa observação sugere uma associação direta entre a presença de grupos Ph-OH e a maior solubilidade, especialmente em condições alcalinas, atribuída à capacidade desses grupos de formar ligações de hidrogênio e promover interações mais favoráveis.

[043] Os resultados da análise termogravimétrica determinada pelas curvas de TGA e derivada (DTG) (Figura 7) foram apresentados na Tabela 3. Os parâmetros analisados incluíram $T_{5\%}$ (temperatura de início de degradação com perda de

massa de 5%), T_{max} (temperatura na taxa máxima de perda de massa), Δm (taxa de perda de massa até T_{max}) e $R_{900°C}$ (resíduo carbonáceo até 900°C).

[044] Numa visão geral, os pequenos picos largos, precedendo o evento principal, observados nas curvas DTG (Figura 7B) na região de 100°C e 150°C, foi relacionada à remoção da umidade residual adsorvida na superfície das amostras. Foi observado um $T_{5\%}$ precoce para a amostra KL_40%, demonstrando que essa amostra apresentava maior porcentagem de umidade. Perdas entre 150-300ºC foram atribuídos na literatura à presença de carboidratos remanescentes de menor massa molar da lignina. Na faixa de 350–450 °C, o evento de degradação térmica apresentou faixa de Δ_m próxima entre as frações (KL, KL_30%, KL_40% e KL_50%), sendo esta faixa de temperatura característica da degradação térmica de unidades de baixa massa molar e natureza polifenólica.

[045] **Tabela 3** - Dados resultantes de análises termogravimétricas das frações de KL.

Amostras	$T_{5\%}$(°C)[a]	T_{max}(°C)[b]	Δ_m(%)[c]	$R_{900°C}$(%)[d]
KL	232	405	37	35
KL_30%	268	403	36	33
KL_40%	116	412	38	34
KL_50%	218	403	34	37
FR	226	405	25	46

[a]Temperatura inicial de degradação;

[b]Temperatura na taxa máxima de perda de massa;

[c]Taxa de perda de massa até $T_{max;}$

[d]Resíduo carbonáceo ao final do processo de degradação.

[046] Observou-se que o $R_{900ºC}$ das frações de lignina aumentou proporcionalmente à M_w (Tabela 1), indicando correlação com a maior ramificação e condensação da FR, KL_50% e KL, para KL_40%, e KL_30%. De acordo com estudo anterior a lignina com maior massa molar apresenta menor rendimento de $R_{900ºC}$, porém, à

medida que o conteúdo de grupos funcionais (hidroxila e metoxilas) aumenta, a quantidade de resíduo de carvão diminui.

[047] Este fenômeno foi destacado, onde a KL, com uma M_w mais elevada (2653 $g.mol^{-1}$), exibiu um R_{900^oC} inferior à fração KL_50%. Essa observação foi respaldada pela hipótese da predominância de uma maior porcentagem de lignina de baixa M_w na KL, uma vez que esta fração não passou por nenhum processo de fracionamento. Em outras palavras, o comportamento de degradação térmica das frações foi diretamente correlacionado aos seus grupos funcionais ativos, visto que as frações de alta massa molar demandam de mais energia térmica para quebrar as ligações β-O-4 presentes em sua estrutura, ao passo que na fração de menor massa molar, tais ligações são menos abundantes.

[048] A análise por DSC foi conduzida para determinar a temperatura de transição vítrea (T_g) das frações de lignina (Figura 7C). As curvas DSC revelaram que as frações KL e KL_30% exibiram os menores valores de T_g, abaixo de 130°C, enquanto as frações KL_40% e KL_50% apresentaram valores mais elevados, em torno de 140 e 150°C, respectivamente. Esse comportamento foi observado nas frações KL_30%, KL_40%, e KL_50%, onde o aumento da massa molar foi proporcional ao aumento do valor da T_g. Contudo, a fração KL não seguiu esse padrão devido à complexidade de suas estruturas heterogêneas. Não foi possível determinar o valor da T_g para a fração FR, e tal fato foi associado à sua elevada estabilidade térmica, conforme evidenciado nos dados de TGA.

[049] As propriedades antioxidantes da lignina estão principalmente relacionadas à capacidade de suas estruturas fenólicas de neutralizar os radicais livres reativos contendo oxigênio. Para compreender o impacto do fracionamento nas propriedades antioxidantes das frações de lignina, foram realizadas análises de captura de radicais livres usando o método DPPH, conforme mostrado na Tabela 4. O processo envolve a formação de um complexo DPPH-H não radical estável por meio da reação entre DPPH e substratos doadores de prótons. Os valores de IC_{50} indicaram a concentração que inibiu 50% dos radicais DPPH iniciais. Os resultados

mostraram que a fração KL_30% destacou-se como a mais eficaz captadora de radicais livres contra o DPPH, enquanto a FR apresentou a menor atividade antioxidante. Além disso, concentrações mínimas de KL_30% (6,8%) foram suficientes para atingir o IC_{50}, o que também foi observado para o EC_{50}.

[050] **Tabela 4** - Dados da atividade antioxidante utilizando o método do radical 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH).

Fração	DPPH		
	Redução %	IC_{50} (mg/L)	EC_{50} (mg lig/mg)
KL	67,98 ± 3,65	8,6 ± 0,69	0,72 ± 0,08
KL_30%	76,32 ± 2,43	6,8 ± 0,32	0,57 ± 0,03
KL_40%	62,72 ± 2,69	8,1 ± 0,78	0,68 ± 0,02
KL_50%	63,60 ± 3,58	9,5 ± 0,75	0,79 ± 0,06
FR	48,25 ± 2,41	12,6 ± 0,83	1,05 ± 0,08

IC_{50} - Concentração inibitória média; EC_{50} - Concentração efetiva média.

[051] Conforme investigado em estudos anteriores, uma concentração mais elevada de grupos fenólicos hidroxila e metoxila está diretamente associada a uma atividade antioxidante aumentada, uma vez que esses grupos têm a capacidade de estabilizar radicais fenoxi. Esses grupos fenólicos funcionam doando elétrons aos radicais livres, neutralizando seus efeitos prejudiciais. Especificamente, a estabilização adicional fornecida pelos grupos fenólicos hidroxila na posição orto é digna de nota. Esses grupos atuam por meio do fenômeno de ressonância, redistribuindo elétrons entre as ligações, proporcionando maior estabilidade aos radicais fenoxi. Esses fatores prevalecem sobre a influência do M_w e do PDI. Essas descobertas estão alinhadas com os resultados deste estudo, onde a fração KL_30% demonstrou eficácia notável na eliminação de radicais livres contra o DPPH, indicando uma correlação positiva com a presença de grupos fenólicos hidroxila. A observação de que concentrações mínimas de LK_30% foram suficientes para atingir o IC_{50} reforça a associação entre baixo M_w, alto TPC e eficácia antioxidante.

[052] A análise por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) permitiu a avaliação da morfologia das nanopartículas preparadas neste estudo, conforme mostrado na Figura 8. As imagens microscópicas revelaram que a amostra derivada de KL (NPKL) exibiu nanopartículas com contornos e tamanhos diversos. Quando comparadas com as NPL preparadas a partir das frações (NP30, NP40, NP50), observou-se a presença de partículas maiores. A amostra NP30, derivada de KL_30%, apresentou os resultados mais promissores, exibindo um padrão esférico repetitivo com contornos bem definidos e tamanhos de partículas mais uniformes, como anteriormente relatado na literatura. NP40 e NP50 também apresentaram resultados superiores em comparação com NPKL, exibindo uma morfologia esférica e homogênea. No entanto, a amostra NPFR proporcionou resultados menos satisfatórios, com partículas caracterizadas por contornos irregulares e ausência de padrão morfológico.

[053] Os dados do diâmetro hidrodinâmico das partículas, conforme apresentados na Tabela 5, corroboram as observações das micrografias de TEM. A amostra NPKL exibiu o maior diâmetro hidrodinâmico médio, medindo 251 ± 9 nm. Para as nanopartículas derivadas de amostras fracionadas (NP30, NP40, NP50), os valores médios foram 128 ± 3 nm, 117 ± 2 nm e 106 ± 1 nm, respectivamente, indicando uma faixa estreita de diâmetros. Houve uma diminuição no diâmetro hidrodinâmico à medida que a porcentagem de HOAc aumentava durante o processo de fracionamento. Estudos anteriores na literatura também relataram nanopartículas com diâmetros abaixo de 200 nm após o fracionamento do KL de madeira dura e macia. A amostra NPFR apresentou o menor valor de diâmetro (63 nm). No entanto, esse resultado não foi interpretado positivamente, uma vez que as micrografias de TEM precisavam revelar uma dispersão e homogeneidade adequadas em termos de tamanhos e contornos. Além disso, observou-se baixa solubilidade desta amostra em todos os procedimentos.

[054] **Tabela 5** - Dados do diâmetro hidrodinâmico (nm), potencial zeta (mV) e PDI obtidos por DLS, e distribuição de tamanho (nm) por NTA para as amostras: NPKL, NP30, NP40, NP50 e NPFR.

	DLS			NTA	
	Diâmetro hidrodinâmico (nm)	PDI	Potencial Zeta (mV)	Diâmetro hidrodinâmico (nm)	Concentração (Particulas/mL)
NPKL	251 ± 9	0,251	-30,9 ± 0,7	230 ± 9	$9,7x10^{+12} \pm 6,5x10^{+11}$
NP30	128 ± 3	0,120	-27,4 ± 0,8	146 ± 8	$1,6x10^{+13} \pm 5,5x10^{+11}$
NP40	117 ± 2	0,080	-30,6 ± 0,7	139 ± 3	$2,6x10^{+13} \pm 2.1x10^{+12}$
NP50	106 ± 2	0,130	-25,9 ± 0,9	134 ± 2	$2,2x10^{+13} \pm 1,1x10^{+12}$
NPFR	63 ± 1	0,503	-25,0 ± 3,0	99 ± 6	$1,7x10^{+12} \pm 8,4x10^{+11}$

[055] Os resultados do PDI (Tabela 5) também confirmaram as observações das micrografias de TEM. As amostras NP30, NP40 e NP50, que exibiram morfologias e diâmetros hidrodinâmicos semelhantes, também apresentaram valores de PDI semelhantes, variando de 0,08 a 0,13. Na literatura, um PDI entre 0,0 e 0,1 é considerado ideal para NPL. Valores elevados foram associados a uma baixa concentração efetiva do polímero de lignina, reduzindo a capacidade de interação e formação de nanoestruturas. Por outro lado, a amostra NPFR, com um PDI de 0,503, indicou que a formação e a estabilidade das NPL não foram eficientes para esta amostra.

[056] Na análise do potencial zeta (Tabela 5), todas as amostras exibiram valores próximos e negativos, variando entre -25 e -31 mV. Valores semelhantes já foram relatados na literatura (-14 a -31 mV). É comum que as NPL mantenham valores de potencial zeta negativos devido à carga negativa dos fenóis e, em certa medida, à adsorção de íons hidroxila. Esses dados sobre cargas superficiais nas NPL podem fornecer informações relevantes sobre a estabilidade. Quando partículas suspensas têm potenciais zeta semelhantes, há uma tendência de repulsão entre elas, indicando uma baixa propensão à aglomeração. Portanto, partículas com potenciais

zeta mais positivos que +30 mV ou mais negativos que -30 mV são consideradas estáveis. Os resultados indicaram uma adequada estabilidade de solução para as NPL produzidas neste estudo.

[057] A hipótese teórica de estabilidade para as NPL foi confirmada pela análise do diâmetro hidrodinâmico realizada ao longo de quatro meses, conforme mostrado na Figura 9. Durante esse período de monitoramento, todas as amostras mantiveram estabilidade em seus diâmetros, exceto pela amostra NPKL, que mostrou uma leve redução no diâmetro no último mês de monitoramento.

[058] As nanopartículas sintetizadas também foram analisadas por Análise de Rastreamento de Nanopartículas (NTA). Essa técnica utiliza as propriedades de dispersão da luz e o movimento browniano para obter o diâmetro hidrodinâmico de nanopartículas em suspensão líquida. Os valores aumentam à medida que o M_w das frações diminui, seguindo a ordem NP50 > NP40 > NP30. A dificuldade do NTA em executar a amostra NPFR foi correlacionada com a alta irregularidade das partículas, conforme observado nas micrografias de TEM. O volume hidrodinâmico obtido por NTA e DLS pode diferir devido a variações nas técnicas de medição. Enquanto o DLS fornece uma média ponderada dos tamanhos das partículas, o NTA acompanha os movimentos individuais, considerando cada partícula. Discrepâncias são comuns devido a variações experimentais e sensibilidades específicas dos métodos. Também foi possível medir a concentração de partículas por mL por meio da NTA. As amostras NPKL e NPFR apresentaram a menor concentração, enquanto as outras (NP30, NP40, NP50) mantiveram concentrações semelhantes.

[059] Como observado anteriormente, a formação de NPL é impulsionada por interações π-π e ligação de hidrogênio entre os anéis fenólicos da lignina. Além disso, o número de unidades fenólicas e alifáticas tem um impacto direto no diâmetro hidrodinâmico da NPL. A Figura 10 estabeleceu uma correlação entre o M_w e a funcionalidade química das frações de lignina, ilustrando como esses fatores influenciam o volume hidrodinâmico da NPL produzida. Observou-se uma

diminuição no diâmetro hidrodinâmico das NPL à medida que o M_w aumentava. Frações com menor M_w, como KL_30% e KL_40%, resultaram em tamanhos maiores (128 nm e 117 nm, respectivamente), enquanto a fração KL_50%, com maior M_w, exibiu um diâmetro menor de 106 nm.

[060] A relação entre o tamanho da NPL e o número de grupos Ph-OH e Aliph-OH nas frações de lignina também foi identificada. O diâmetro hidrodinâmico da NPL diminuiu com a redução do número de grupos Ph-OH e o aumento de unidades Aliph-OH nas frações de lignina. Um maior número de grupos Ph-OH favoreceu a interação entre as moléculas de lignina, resultando em ligações de hidrogênio mais fortes e empilhamento π-π, levando à formação de NPL maiores. Por outro lado, um aumento em Aliph-OH reduziu a capacidade das moléculas de lignina de estabelecer ligações não covalentes com outras moléculas de lignina, restringindo o tamanho da NPL e resultando em partículas menores.

[061] O processo de obtenção de NPL por meio do fracionamento sequencial da KL em HOAc revelou resultados promissores, com as frações KL_30%, KL_40%, KL_50%, e o FR destacando-se como as mais relevantes para a síntese de NPL (Tabela 6). Surpreendentemente, a fração KL_50%, caracterizada por uma maior M_w, demonstrou a capacidade de produzir NPL com o menor diâmetro hidrodinâmico (Tabela 6). Este resultado destaca a importância de considerar não apenas o M_w, mas também a composição química na otimização do processo para aplicações específicas. A análise da funcionalidade química, especialmente o equilíbrio entre grupos fenólicos e alifáticos, desempenhou um papel crucial na determinação do diâmetro hidrodinâmico das NPL. A redução no número de hidroxilas fenólicas e TPC, e o aumento nas hidroxilas alifáticas nas frações de lignina contribuíram para a diminuição do diâmetro hidrodinâmico das NPL (Tabela 6). Ainda, foi comprovado que o aumento de Ph-OH nas frações aumenta diretamente sua capacidade de redução dos radicais do antioxidante DPPH. Essas descobertas não apenas aprimoram nossa compreensão da relação entre as

características da lignina e as propriedades das NPL, mas também abrem novas oportunidades para a aplicação prática dessas nanopartículas.

[062] **Tabela 6** - Resumo das caracterizações das frações obtidas (KL; KL_30%; KL_40%; KL_50% e FR)

Fração	Rendimento (%)	M_w (g.mol^1)	Alif-OH (mmol/g)	Total Ph-OH (mmol/g)	TPC (µg.GAE/mg)	DPPH Redução %	Diâmetro hidrodinâmico (nm) - NPL
KL	-	2653	1,55	3,25	46,65	67,98	251
KL_30%	15,17	1151	1,35	3,47	65,52	76,32	128
KL_40%	23,67	1446	1,46	2,81	53,60	62,72	117
KL_50%	51,06	1897	1,49	2,50	46,99	63,60	106
FR	10,89	3068	1,54	1,79	35,36	48,25	63

[063] O fracionamento da lignina kraft por meio do ácido acético, conforme descrito neste pedido de patente, apresenta uma abordagem única. Ao obter frações com características específicas, essa técnica possibilita a geração de NPL com propriedades físico-químicas distintas (Tabela 6). Essa singularidade oferece uma vantagem significativa, pois permite a adaptação e customização das NPL para atender a diversas demandas e aplicações. A capacidade de gerar nanopartículas com propriedades variáveis amplia consideravelmente o escopo de utilização da tecnologia, destacando-se sua versatilidade. Essa flexibilidade nas propriedades das nanopartículas abre portas para aplicações em diferentes campos, desde a nanotecnologia até materiais avançados. A diversidade de características físicas e químicas das NPL resultantes desse processo de fracionamento e obtenção de frações é um diferencial significativo, proporcionando uma solução versátil para diversas necessidades industriais e comerciais. Portanto, a estratégia adotada neste método não apenas supera desafios técnicos associados ao fracionamento de lignina, mas também se destaca como uma proposta com amplo potencial de aplicação em diferentes setores, reforçando sua importância no cenário de pesquisas e desenvolvimentos tecnológicos.

REIVINDICAÇÕES

1. **“PROCESSO VERDE PARA A OBTENÇÃO DE FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK)”**, compreendendo o fracionamento da lignina kraft (KL) da madeira de *Eucalyptus urograndis*, **caracterizado por** 10 g de KL adicionadas à 100 mL de solução aquosa de ácido acético (HOAc) (10% v/v), seguido de agitação vigorosamente por 20 min em temperatura ambiente (25ºC), então realizada a separação da fração solúvel da fração insolúvel obtidas por filtração à vácuo e secagem em estufa a 40ºC por 24 h, em que a fração insolúvel segue um processo de fracionamento sequencial e é novamente submetida a etapa de mistura com solução de HOAc, com os mesmos parâmetros de agitação, filtração e secagem, e com a concentração de ácido acético sendo aumentada de 10 em 10% (v/v) a cada fracionamento, iniciando em 10 até 60% (v/v).

2. **“USO DAS FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK)”**, **caracterizado por** serem utilizadas em protetores solares, controle biológico com o fungo *Tricoderma harzianum*, agentes emulsionantes em formulações ativas e no desenvolvimento de nanopartículas para encapsulação de ingredientes ativos na agricultura.

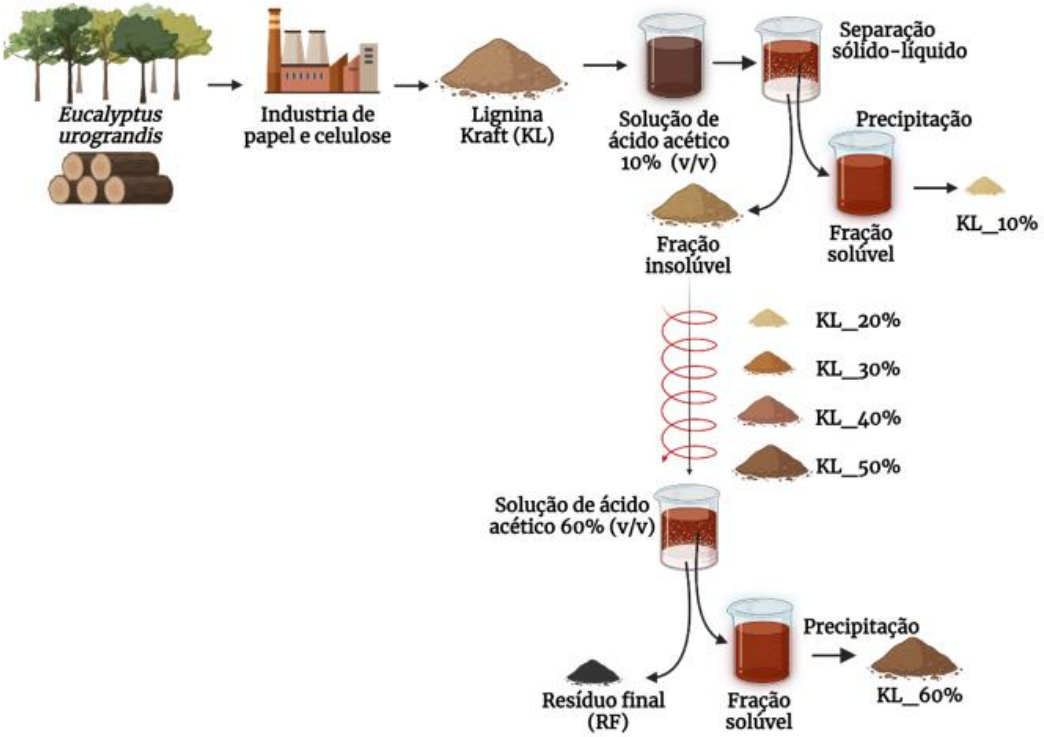

Eucalyptus urograndis
Industria de papel e celulose
Lignina Kraft (KL)
Solução de ácido acético 10% (v/v)
Separação sólido-líquido
Precipitação
KL_10%
Fração solúvel
Fração insolúvel
KL_20%
KL_30%
KL_40%
KL_50%
Solução de ácido acético 60% (v/v)
Precipitação
KL_60%
Resíduo final (RF)
Fração solúvel

FIGURA 1

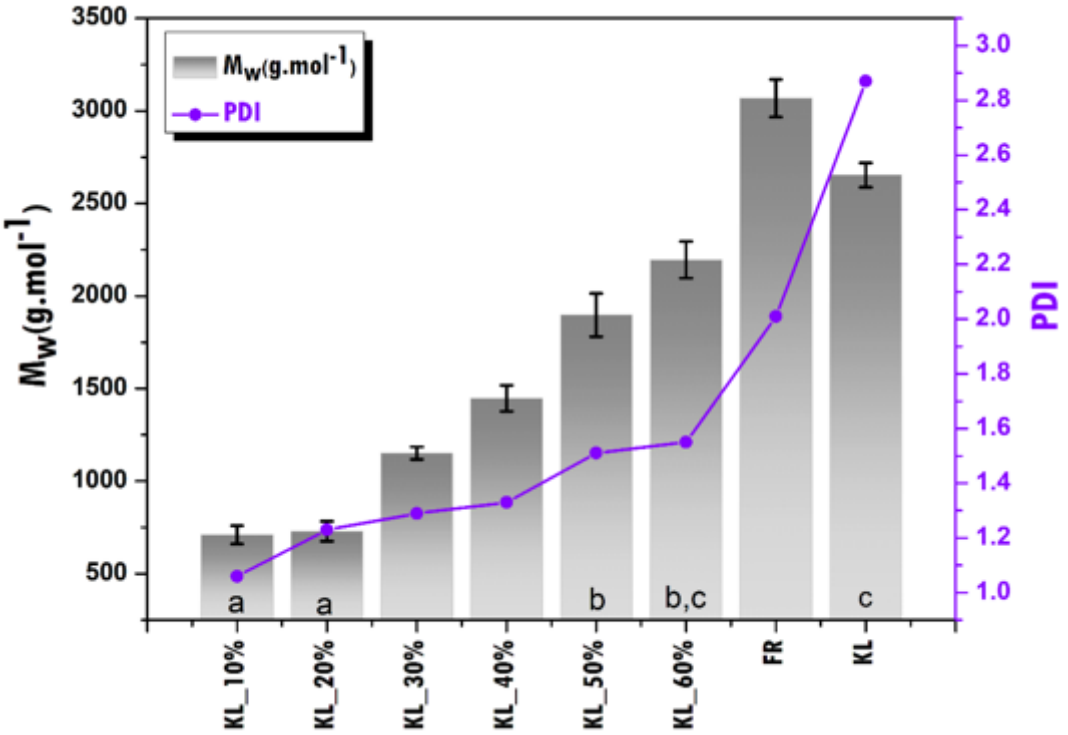

M_w(g.mol^{-1})
PDI
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
3.0
2.8
2.6
2.4
2.2
2.0
1.8
1.6
1.4
1.2
1.0
a
a
b
b,c
c
KL_10%
KL_20%
KL_30%
KL_40%
KL_50%
KL_60%
FR
KL

FIGURA 2



FIGURA 3

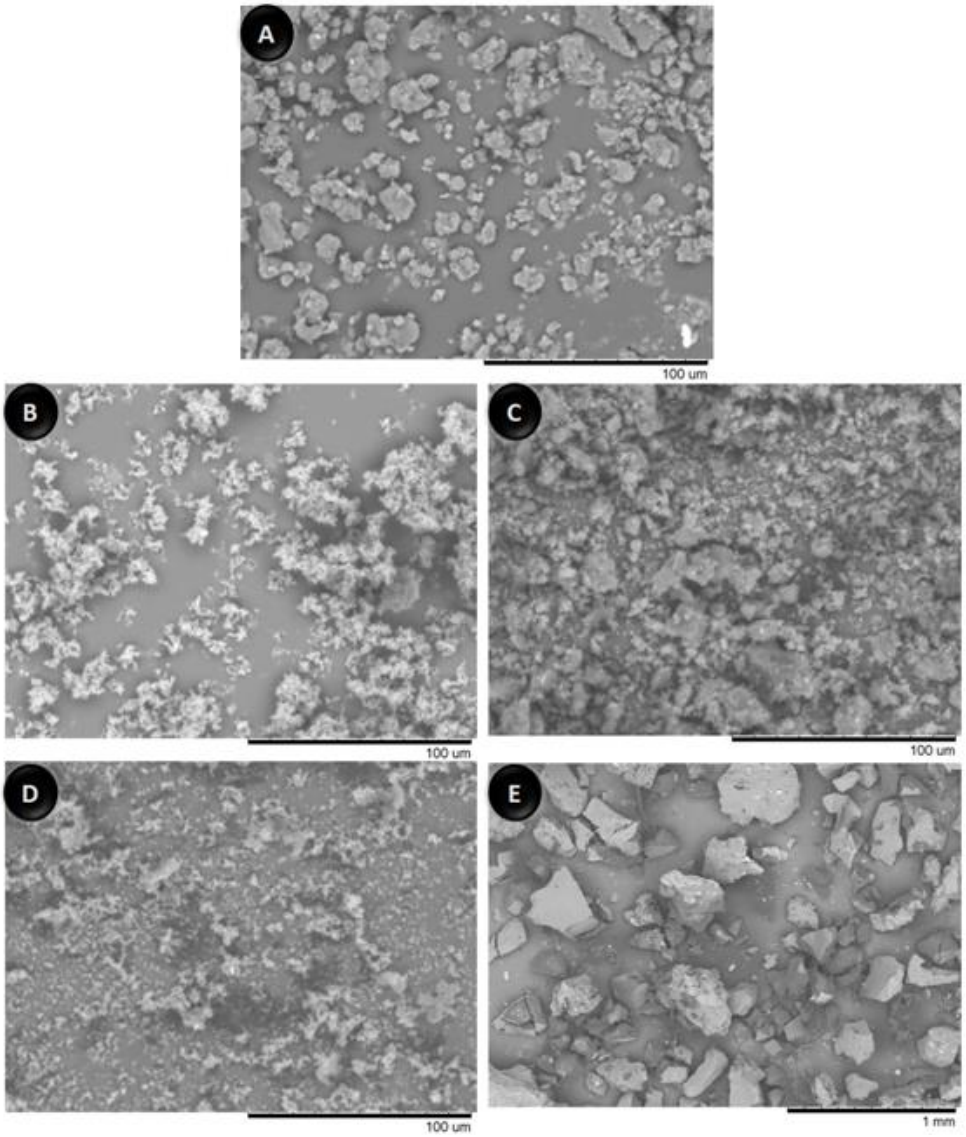


FIGURA 4

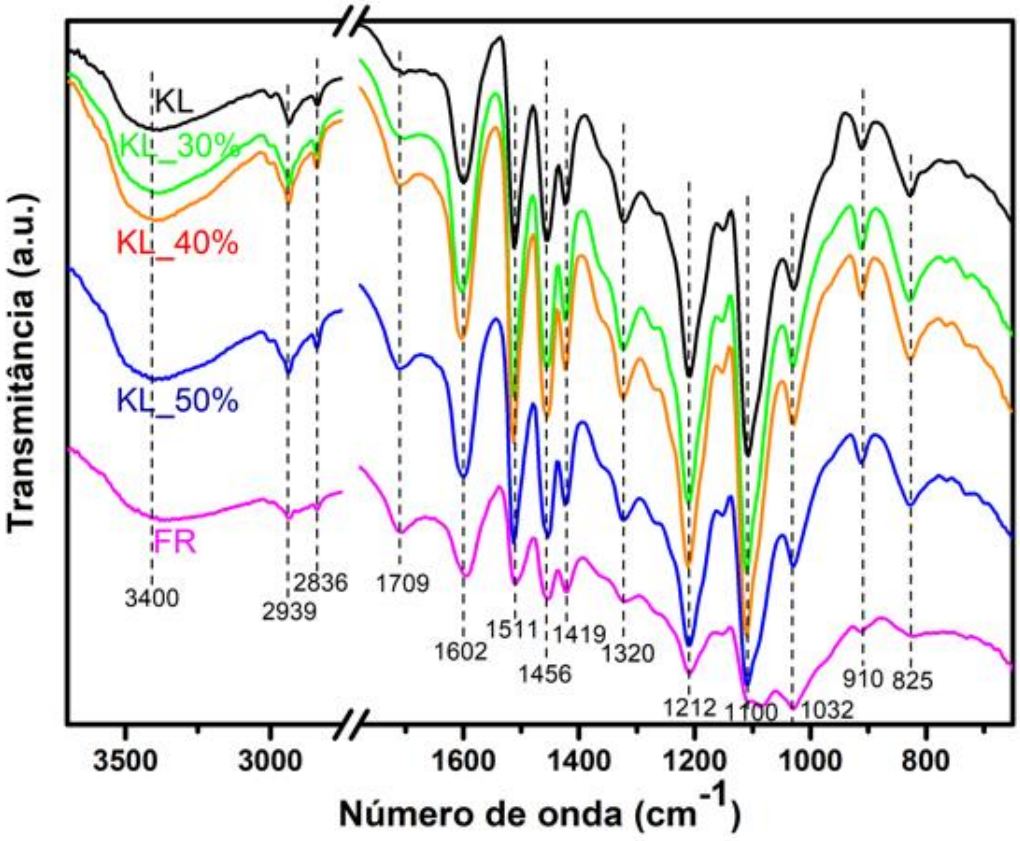

KL
KL_30%
KL_40%
KL_50%
FR
Transmitância (a.u.)
3400
2939
2836
1709
1602
1511
1456
1419
1320
1212
1100
1032
910
825
3500
3000
1600
1400
1200
1000
800
Número de onda (cm-1)

FIGURA 5

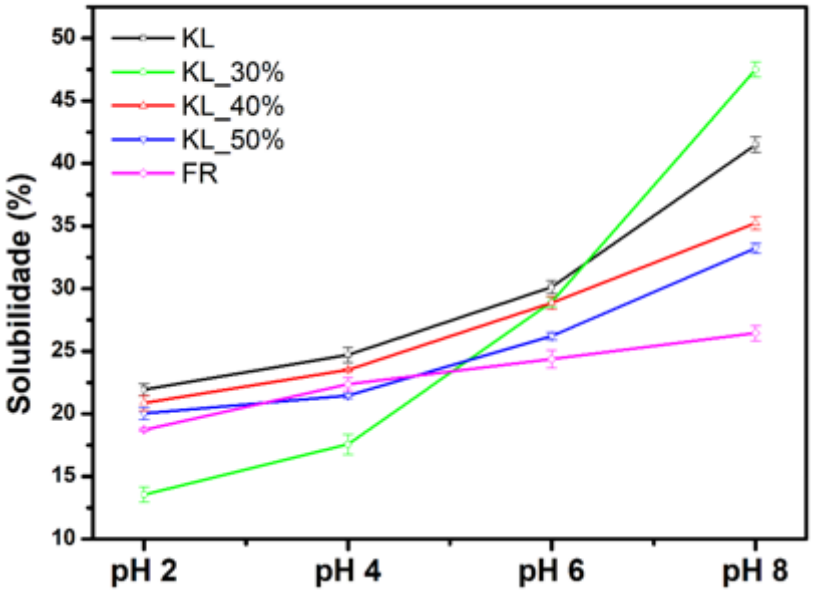

KL
KL_30%
KL_40%
KL_50%
FR
Solubilidade (%)
50
45
40
35
30
25
20
15
10
pH 2
pH 4
pH 6
pH 8

FIGURA 6

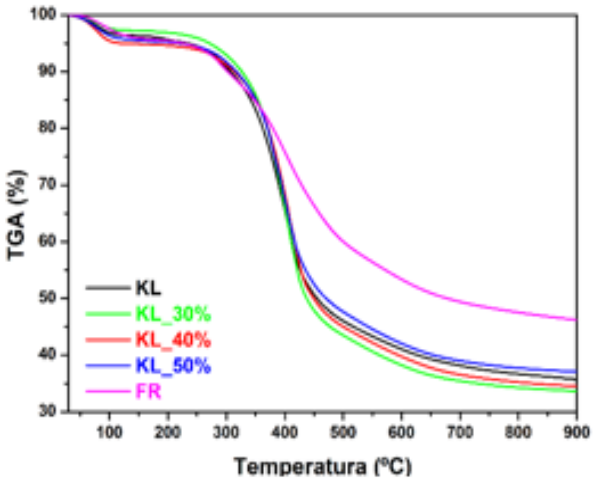


FIGURA 7A

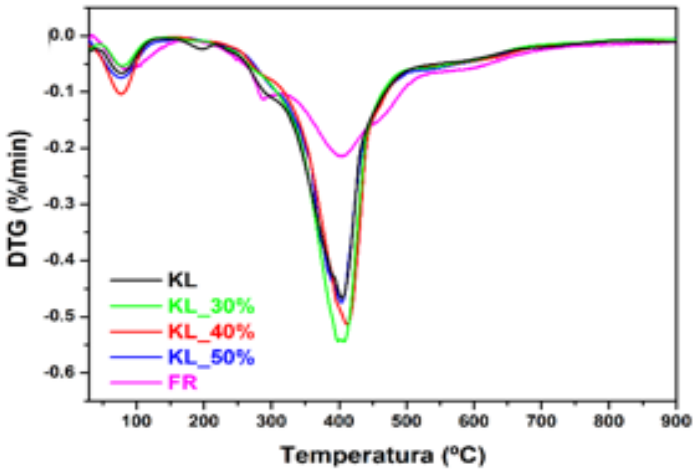

DTG (%/min)
0.0
-0.1
-0.2
-0.3
-0.4
-0.5
-0.6
100
200
300
400
500
600
700
800
900
Temperatura (°C)
KL
KL_30%
KL_40%
KL_50%
FR

FIGURA 7B

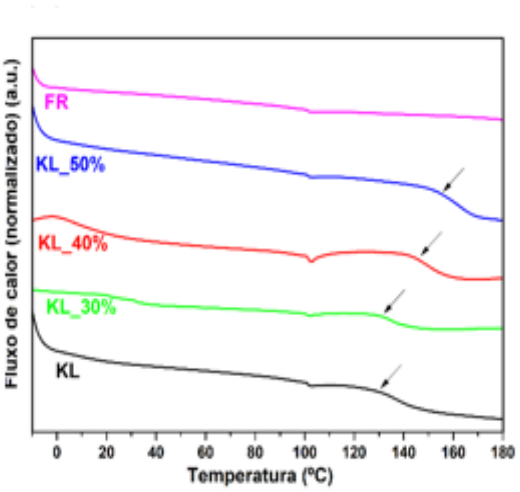

Fluxo de calor (normalizado) (a.u.)
FR
KL_50%
KL_40%
KL_30%
KL
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
Temperatura (ºC)

FIGURA 7C

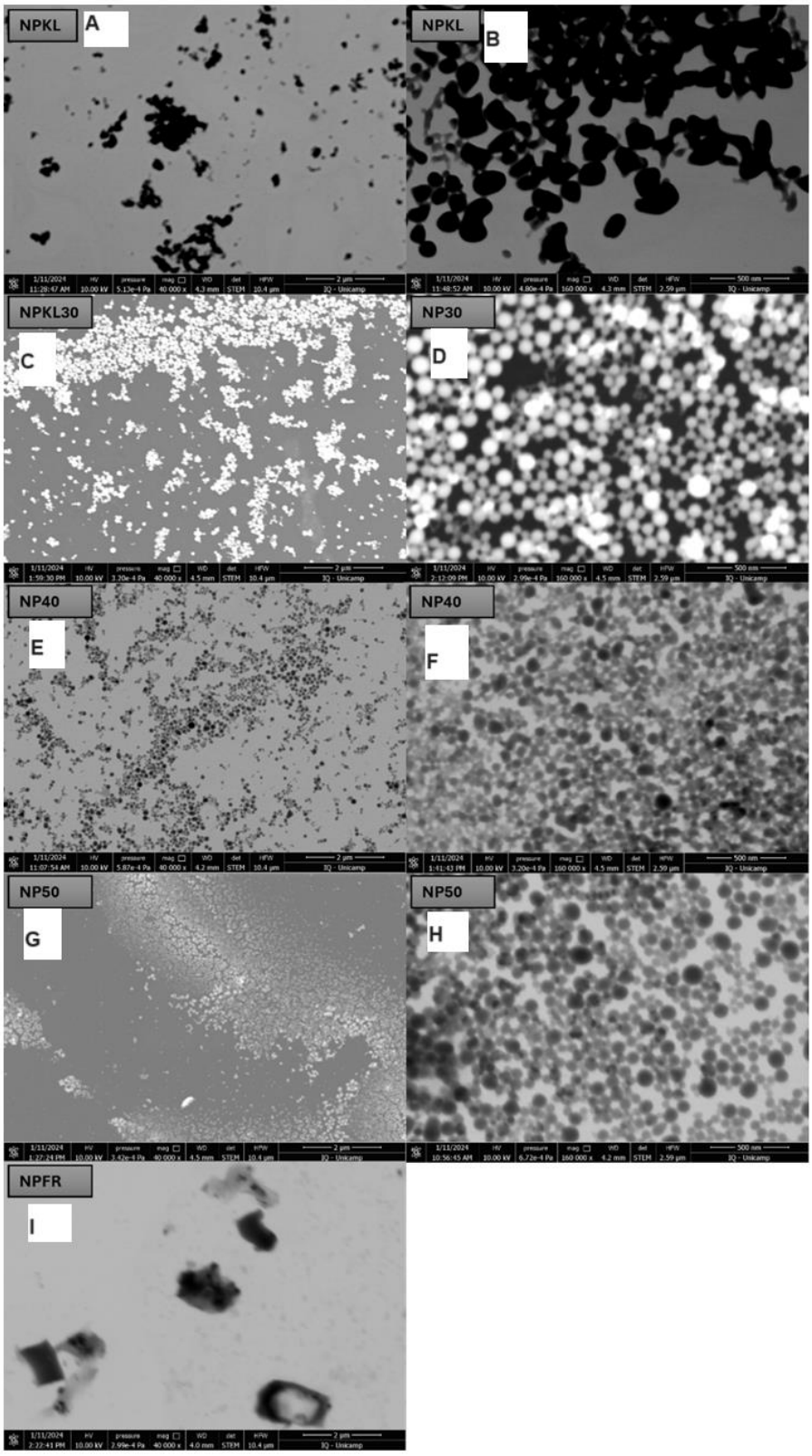


FIGURA 8

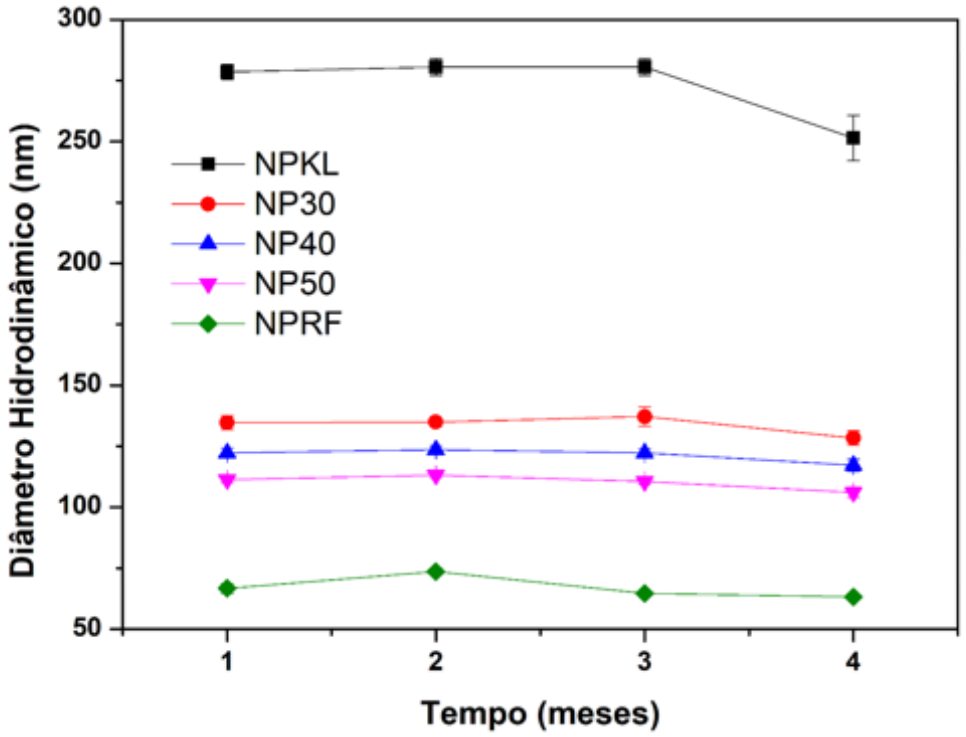

300
250
200
150
100
50
Diâmetro Hidrodinâmico (nm)
NPKL
NP30
NP40
NP50
NPRF
1
2
3
4
Tempo (meses)

FIGURA 9

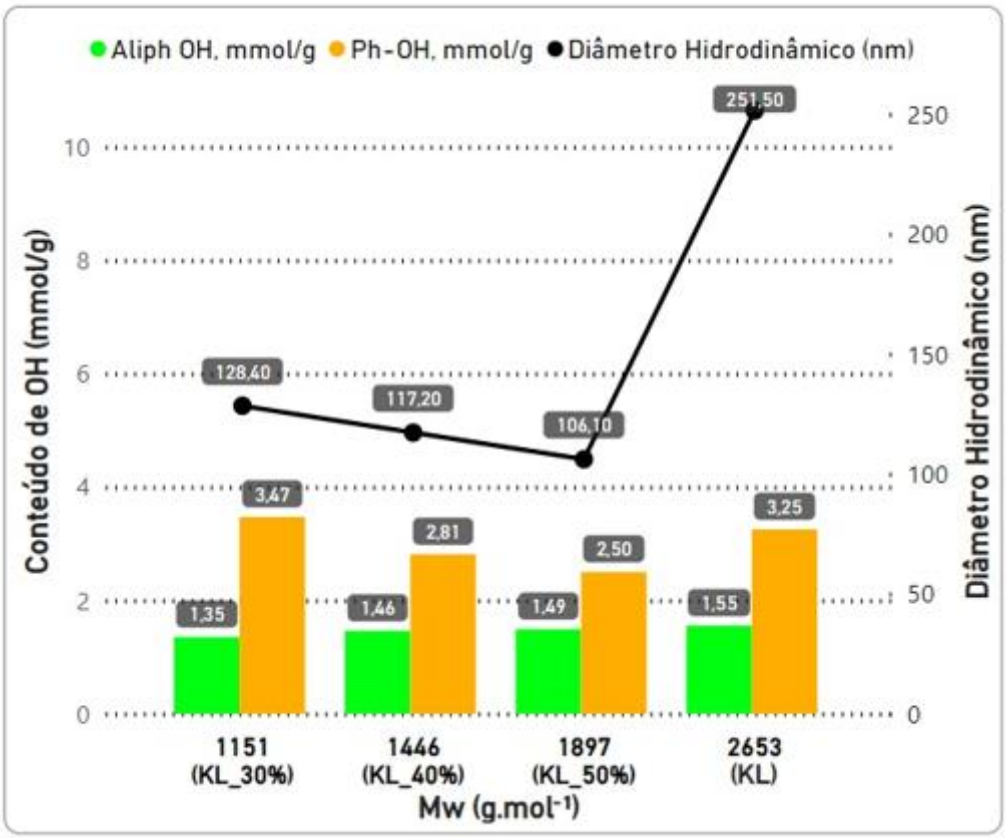

Aliph OH, mmol/g
Ph-OH, mmol/g
Diâmetro Hidrodinâmico (nm)
Conteúdo de OH (mmol/g)
Diâmetro Hidrodinâmico (nm)
0
2
4
6
8
10
0
50
100
150
200
250
128,40
117,20
106,10
251,50
1,35
3,47
1,46
2,81
1,49
2,50
1,55
3,25
1151
(KL_30%)
1446
(KL_40%)
1897
(KL_50%)
2653
(KL)
Mw (g.mol-1)

FIGURA 10

RESUMO

PROCESSO VERDE PARA A OBTENÇÃO DE FRAÇÕES ESPECÍFICAS DE LIGNINA KRAFT (LK) E APLICAÇÕES EM NANOTECNOLOGIA

O presente pedido de patente de invenção, pertencendo à área da Agricultura e Saúde Animal, compreende um processo de obtenção de nanopartículas de lignina (NPL) por meio de fracionamento sequencial da lignina kraft (LK) utilizando ácido acético (HOAc) como solvente. A utilização do ácido acético como solvente, possibilita não apenas o fracionamento eficiente da lignina, mas também a capacidade de controlar o tamanho das nanopartículas, oferecendo NPL com propriedades superiores, incluindo diâmetros hidrodinâmicos específicos, adaptáveis para aplicações personalizadas em nanotecnologia e materiais avançados.