

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
UNIDADE ACADÊMICA CENTRO DE TECNOLOGIA  
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**THIAGO DE MENEZES BERNARDINO**

**HIDRÓLISE DA CASCA DO COCO VERDE COM LÍQUIDO IÔNICO PARA  
EXTRAÇÃO DE NANOCELULOSE**

Maceió  
2025

THIAGO DE MENEZES BERNARDINO

**HIDRÓLISE DA CASCA DO COCO VERDE COM LÍQUIDO IÔNICO PARA  
EXTRAÇÃO DE NANOCELULOSE**

Plano de Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao curso de Engenharia Química  
da Universidade Federal de Alagoas como  
requisito parcial para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia Química.

Orientadora: Profa. Dra. Renata Maria Rosas  
Garcia Almeida.

Coorientadora: Profa. Dra. Rosana Reis de  
Lima Araújo

Maceió  
2025

**Catálogo na fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Biblioteca Central**  
**Divisão de Tratamento Técnico**

Bibliotecária: Helena Cristina Pimentel do Vale – CRB4/661

- B523h      Bernardino, Thiago de Menezes.  
                 Hidrólise da casca do coco verde com líquido iônico para extração de nanocelulose /  
Thiago de Menezes Bernardino. – 2025.  
                 39 f : il.
- Orientadora: Renata Maria Rosas Garcia Almeida.  
Coorientadora: Rosana Reis de Lima Araújo.  
Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química) – Universidade  
Federal de Alagoa, Centro de Tecnologia. Maceió, 2024.
- Bibliografia: f. 33-39.
1. Nanocelulose. 2. Coco. 3. Hidrólise. 4. Rendimentos. I. Título.

CDU: 66.08

## RESUMO

A nanocelulose é um material de origem vegetal que possui na sua composição celulose cristalina e amorfa em ao menos uma de suas dimensões na escala nanométrica. Possui características de baixa toxicidade, alta relação comprimento/diâmetro, baixa densidade, alta resistência à fraturas, entre outras que beneficiam sua utilização na indústria. O presente trabalho teve como objetivo analisar as rotas de obtenção da nanocelulose proveniente do coco verde por rota ácida e pelo líquido iônico a partir de uma biomassa tratada pelo processo acetosolv. A caracterização da biomassa revelou teores percentuais de lignina, celulose e hemicelulose, *in natura*, de  $42,23 \pm 0,24\%$ ,  $37,73 \pm 0,32\%$  e  $13,80 \pm 0,62\%$ , respectivamente, e pré tratada de  $0,78 \pm 0,04\%$ ,  $72,93 \pm 9,56\%$  e  $21,08 \pm 8,81\%$ , respectivamente. Através da análise de FTIR foi observado o comportamento da biomassa *in natura* e após os tratamentos, onde picos na faixa de  $1701\text{ cm}^{-1}$  e  $1514\text{ cm}^{-1}$ , caracterizados pela presença de água absorvida e lignina, foram eliminados. Picos em  $1375\text{ cm}^{-1}$ ,  $1035\text{ cm}^{-1}$  e  $898\text{ cm}^{-1}$  se tornaram mais evidentes, mostrando a presença da celulose na amostra. Pela análise morfológica se constatou a mudança da matriz celulósica, ficando exposta após a etapa branqueadora, trazendo indicativos do aumento da área de contato para a realização da hidrólise. A análise termogravimétrica indicou o comportamento mais estável em maiores temperaturas da biomassa pré-tratada, evidenciando a eficácia da alcalinização seguida de branqueamento para a formação de uma celulose termodinamicamente mais eficaz. Os resultados de hidrólise ácida foram satisfatórios, obtendo-se o rendimento mássico em termos percentuais de 42,29%; 36,81% e 24,92% a temperaturas de 30, 45 e 60°C respectivamente. O tratamento com líquido iônico, seguido de hidrólise ácida, não foi satisfatório, apesar de apresentar rendimentos mássicos percentuais de 89,76% e 89,14% a temperaturas de 80 e 100°C respectivamente, decorrente da baixa hidrolização da biomassa nas condições do estudo.

**Palavras-Chave:** Acetosolv, Caracterização, Nanocristais, Pré-tratamento.



## ABSTRACT

Nanocellulose is a plant-based material composed of crystalline and amorphous cellulose, with at least one of its dimensions on the nanometric scale. It exhibits characteristics such as low toxicity, high length-to-diameter ratio, low density, high fracture resistance, among others, which make it beneficial for industrial applications. This study aimed to analyze the routes for obtaining nanocellulose from green coconut using acid hydrolysis and ionic liquid, starting from a biomass treated by the acetosolv process. The characterization of the biomass revealed percentage contents of lignin, cellulose, and hemicellulose in the raw state as  $42.23 \pm 0.24\%$ ,  $37.73 \pm 0.32\%$ , and  $13.80 \pm 0.62\%$ , respectively, and after pretreatment as  $0.78 \pm 0.04\%$ ,  $72.93 \pm 9.56\%$ , and  $21.08 \pm 8.81\%$ , respectively. FTIR analysis showed the behavior of the raw biomass and after treatments, where peaks in the range of  $1701\text{ cm}^{-1}$  and  $1514\text{ cm}^{-1}$ , characteristic of absorbed water and lignin, were eliminated. Peaks at  $1375\text{ cm}^{-1}$ ,  $1035\text{ cm}^{-1}$ , and  $898\text{ cm}^{-1}$  became more evident, indicating the presence of cellulose in the sample. Morphological analysis revealed changes in the cellulose matrix, which became exposed after the bleaching step, suggesting an increase in contact area for hydrolysis. Thermogravimetric analysis indicated more stable behavior at higher temperatures for the pretreated biomass, highlighting the effectiveness of alkalization followed by bleaching in forming a thermodynamically more efficient cellulose. The results of acid hydrolysis were satisfactory, with mass yields of 42.29%, 36.81%, and 24.92% at temperatures of 30, 45, and 60°C, respectively. The treatment with ionic liquid, followed by acid hydrolysis, was not satisfactory, despite showing mass yields of 89.76% and 89.14% at temperatures of 80 and 100°C, respectively, due to the low hydrolysis of the biomass under the study conditions.

**Keywords:** Acetosolv, Characterization, Nanocrystals, Pretreatment.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Estrutura lignocelulósica.....	7
<b>Figura 2</b> - Imagem do <i>Cocus nucifera</i> L. em paisagem.....	8
<b>Figura 3</b> - Representação esquemática da Celulose e nanocristais de celulose.....	9
<b>Figura 4</b> - Representação da nanocelulose.....	10
<b>Figura 5</b> - Representação da nanocelulose.....	11
<b>Figura 6</b> - Escopo de aplicações para a nanocelulose extraída do coco verde.....	14
<b>Figura 7</b> - Esquematização do processo de obtenção de nanocelulose.....	21
<b>Figura 8</b> - FTIR da biomassa <i>Cocus nucifera</i> L. <i>in natura</i> .....	25
<b>Figura 9</b> - FTIR da biomassa <i>Cocus nucifera</i> L pré-tratada.....	27
<b>Figura 10</b> - FTIR da biomassa <i>Cocus nucifera</i> L pré-tratada com zoom na região de 1800 - 800 cm <sup>-1</sup> .....	27
<b>Figura 11</b> - Micrografias da fibra do coco <i>in natura</i> .....	28
<b>Figura 12</b> - Micrografias obtidas por MEV para a amostra da biomassa <i>Cocus nucifera</i> L. (a) após alcalinização e (b) após alcalinização seguida de branqueamento.....	29
<b>Figura 13</b> - Análise TGA do <i>Cocus nucifera</i> L <i>in natura</i> (1B) e após pré-tratamentos (2B).....	30
<b>Figura 14</b> - NCCs provenientes da (a) hidrólise ácida e do (b) LI acompanhado de hidrólise ácida.....	35
<b>Figura 15</b> - Suspensão ideal de nanocristais a partir da hidrólise com ácido sulfúrico.....	36
<b>Figura 16</b> - Suspensão proveniente do estudo atual (a) e de um estudo comparativo (b).....	37

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Caracterização química da biomassa <i>Cocus nucifera</i> L. em comparação com a literatura.....	24
<b>Tabela 2</b> - Rendimento mássico de nanocelulose proveniente da hidrólise ácida.....	31
<b>Tabela 3</b> - Comparação entre rendimento mássico médio de NCCs utilizando ácido sulfúrico 64% (m/m).....	32
<b>Tabela 4</b> - Comparação de rendimentos mássicos para hidrólise química para líquido iônico.....	34

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	4
2 OBJETIVOS	6
2.1 Geral	6
2.2 Específicos	6
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
3.1 Biomassa Lignocelulósica	7
3.2 Cocus nucifera L.	7
3.3 Celulose	8
3.4 Nanocelulose	9
3.5 Produção da Nanocelulose	10
3.5.1 Tratamento Mecânico	11
3.5.2 Tratamento Biológico	11
3.5.3 Tratamento Enzimático	12
3.5.4 Tratamento Ácido	12
3.6 Aplicações da Nanocelulose de Coco e Mercado Internacional	13
4.1 Caracterização Química da Biomassa	15
4.1.1 Determinação do Teor de Umidade	15
4.1.2 Determinação de Extrativos	16
4.1.3 Determinação de Cinzas	16
4.1.4 Determinação do Teor de Lignina	17
4.1.5 Determinação de Holocelulose	18
4.1.6 Determinação Teor de Alfacelulose	19
4.2 Caracterização da Biomassa Pré-Tratada	19
4.2.1 Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	20
4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	20
4.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA)	20
4.3 Obtenção dos Nanocristais	20
4.3.1 Processo Acetosolv	21
4.3.2 Mercerização	22
4.3.3 Branqueamento	22
4.3.4 Tratamento com Líquido Iônico (LI)	22
4.3.5 Hidrólise Ácida	23
5.1 Caracterização Química da Biomassa	24
5.2 Caracterização da Biomassa Pré-Tratada	25
5.2.1 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	25
5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	28
5.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA)	30

5.3 Obtenção dos Nanocristais	31
5.3.1 Hidrólise Ácida	31
5.3.2 Líquido Iônico Acompanhado da Hidrólise Ácida	33
6.1 Conclusão	38
6.2 Trabalhos Futuros	38
REFERÊNCIAS .....	39

## 1 INTRODUÇÃO

A parede celular das plantas contém celulose em abundância (35–60%) como material estrutural. A celulose, um biopolímero natural, é isolada de uma ampla variedade de biomassa lignocelulósica, incluindo resíduos agrícolas, resíduos florestais e resíduos de processamento de alimentos. (Padhi et al., 2025).

Dentre as matérias primas da celulose, pode-se citar o coco, principalmente pelo grande consumo de produção desta fruta no Brasil, com nosso país no 5º colocado de maior produtor desta iguaria, estimando produção de aproximadamente 1,9 bilhão de frutos em 2023 (IBGE, 2023). Apesar disso, o consumo se dá preferencialmente a água e polpa do coco, gerando um resíduo de sua casca, que constitui cerca de 80 a 85% do peso da fruta, o que gera um problema enquanto a sua forma de descarte, se tornando uma questão ambiental. O uso de materiais vegetais para a extração de celulose promove o desenvolvimento sustentável e reduz a produção de resíduos sólidos, resolvendo problemas de despejos urbanos (Shan et al., 2024)

Uma possível aplicação seria a produção de nanocelulose a partir da casca do coco destinada ao descarte, especialmente devido ao grande interesse na nanotecnologia pelas últimas décadas. Nesse contexto, a nanocelulose destaca-se por possuir boa biocompatibilidade, ser biodegradável e atóxica, ademais, a nanoestrutura obtida possui características físicas e químicas que a tornam extremamente atrativa para a indústria. Dentre as propriedades estão a elevada relação comprimento/diâmetro, baixa densidade, alta resistência à fratura, maior cristalinidade e maior área específica quando comparada a celulose nativa (Moon et al., 2011; Klemm et al., 2018).

Para a obtenção da nanocelulose é necessário fazer um pré-tratamento da biomassa utilizada como matéria prima para que se possa acessar as microfibrilas de celulose que estão no interior da matriz lignocelulósica (Ferreira, 2021). Estes tratamentos normalmente se dão pela remoção de extrativos (impurezas), alcalinização e branqueamento. Em seguida é necessário uma operação para a produção da nanocelulose, podendo se utilizar a rota mais convencional que é a hidrólise ácida.

Na hidrólise ácida ocorre a destruição dos domínios amorfos da celulose, preservando assim a parte cristalina. Após este processo, ocorre a lavagem por centrifugação, diálise da suspensão até a neutralidade e dispersão dos cristais de celulose. Ao fim haverá a forma cilíndrica e alongada resultante de celulose cristalina, conhecidas também como nanocristais de celulose (Wang et al., 2014). Este procedimento se categoriza como uma operação em alta

temperatura e em pH baixo, o que pode trazer consigo preocupações enquanto a utilização de um ácido forte e ao seu eventual descarte. Diante disso, novas técnicas foram se aprimorando ao longo dos anos para a produção de nanocelulose a partir de uma biomassa lignocelulósica, e dessa forma surgiu a utilização, como forma alternativa ao ácido, de líquidos iônicos (LIs) para a realização desse processo.

Líquidos iônicos podem ser definidos, de forma geral, como sais que possuem ponto de fusão abaixo de 100°C, sendo que, em sua maioria, são líquidos à temperatura ambiente. Convém destacar que as propriedades físicas e químicas dos LIs podem ser ajustadas para uma aplicação específica variando-se as combinações de cátions e ânions, de modo que podem ser considerados solventes projetáveis (Ferreira, 2021). Os líquidos iônicos têm surgido como uma plataforma promissora para o processamento de nanocelulose a partir de diversas fontes biológicas, graças às suas propriedades físico-químicas únicas, como baixa toxicidade, baixa pressão de vapor e forte capacidade de formar ligações de hidrogênio. Pesquisas recentes demonstram que os LIs podem hidrolisar a celulose, dissolvendo a porção amorfa e preservando as regiões cristalinas, resultando na produção de nanocristais de celulose ou nanofibras (Abdalla et al., 2022).

A utilização de LIs para produção de nanocelulose se mostra como uma rota ecologicamente mais atraente por trabalhar com um reagente menos perigoso e com uma baixa pressão de vapor, entretanto, este possui alta viscosidade, o que pode dificultar sua operação e trazer certas incompatibilidades. No entanto, muitos LIs são pouco biodegradáveis, o que levou ao desenvolvimento de LIs de terceira geração, compostos por cátions e ânions biocompatíveis, como os baseados em colina e aminoácidos, que são metabolicamente inócuos. Esses avanços ampliam o potencial de aplicação dos líquidos iônicos de forma segura e sustentável (Xing et al., 2024).

Buscando analisar o comportamento dos líquidos iônicos, este trabalho busca avaliar as condições de hidrólise da casca de coco verde para a produção nanocelulose utilizando o líquido iônico como um agente responsável por essa reação, além da caracterização da biomassa utilizada para este procedimento e dos nanocristais de celulose obtidos ao final da operação.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Geral**

Avaliar as condições de hidrólise da casca de coco verde para a produção de nanocelulose via rota de líquido iônico.

### **2.2 Específicos**

- Caracterização da matéria prima;
- Hidrólise com líquido iônico em diferentes condições de temperatura e tempo;
- Hidrólise pela rota convencional com ácido sulfúrico;
- Análise dos produtos de cada rota de hidrólise;
- Comparar resultados da rota convencional com a hidrólise com líquido iônico.

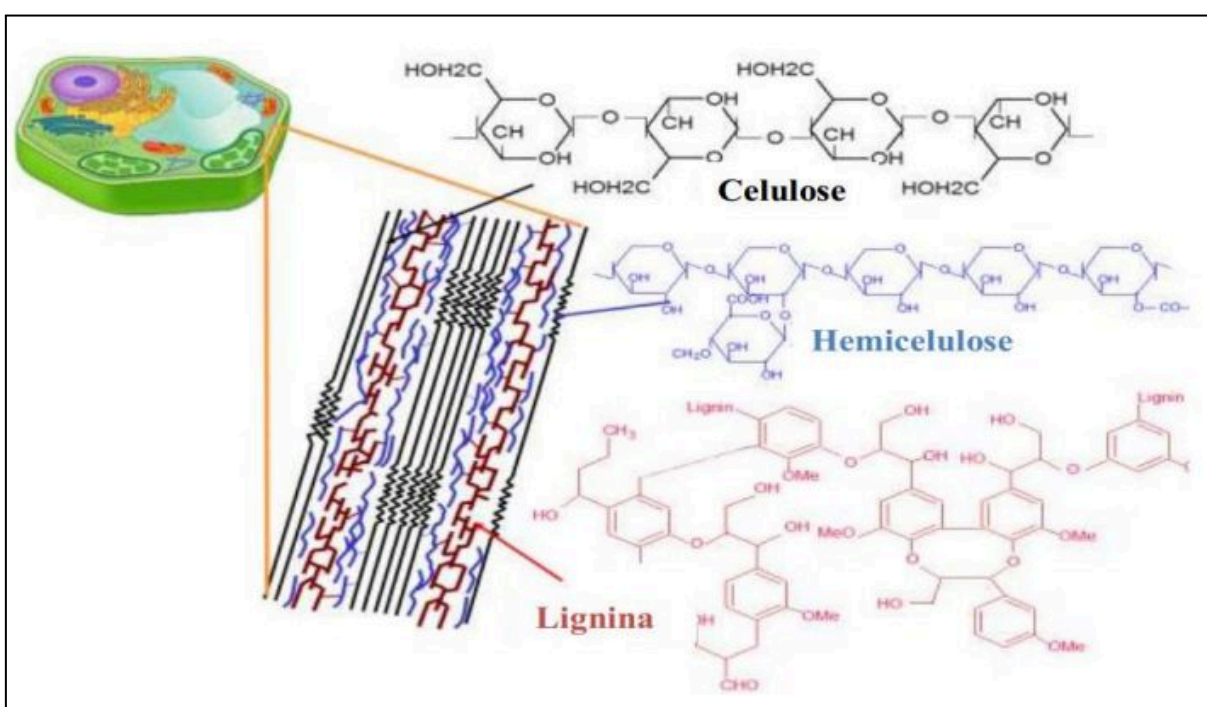


### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Biomassa Lignocelulósica

Biomassa pode ser definida como a massa total de todos os organismos, que geralmente são compostos por matéria orgânica e inorgânica (Usmani et al., 2017). Este termo, na maioria dos casos, está associado a plantas ou resíduos vegetais, sendo assim, intitulado de biomassa lignocelulósica (figura 1). Além disso, ela é vista como de grande potencial devido à sua natureza ecológica, baixo custo e ampla disponibilidade.

**Figura 1** - Estrutura lignocelulósica.



Fonte: Adaptado de Zampieri, 2011.

Como exposto na figura 1, a biomassa lignocelulósica é composta principalmente por carboidratos poliméricos (celulose e hemicelulose) e por polímeros aromáticos (lignina). Também contém em menores quantidades pectinas, compostos inorgânicos, proteínas e extrativos (ceras e lipídios). Entretanto, a composição exata irá depender das espécies, do tecido da planta e das condições de crescimento (Brandt et al., 2013).

#### 3.2 *Cocos nucifera* L.

O *Cocos nucifera* L. (figura 2) é uma espécie cultivada em cerca de 90 países, principalmente para a produção de óleo e copra, que é a polpa seca usada na fabricação de óleo e coco desidratado. Os maiores produtores globais são a Indonésia, Filipinas, Índia, Sri

Lanka e Brasil. Embora o Brasil ocupe a quinta posição no ranking mundial, é o país com a mais alta produtividade. Os estados brasileiros que lideram a produção são Bahia, Sergipe e 10 Ceará, nessa ordem. Além disso, é relevante notar que a produção nacional é predominantemente direcionada para o consumo de coco in natura, coco ralado, leite de coco, óleo de coco e água de coco, diferenciando-se dos principais produtores mundiais nesse aspecto que se voltam para a produção de copra e óleo, principais derivados do coco comercializados no mercado internacional (Brainer, 2018).

**Figura 2** - Imagem do *Cocos nucifera* L. em paisagem.



Fonte: Autor, 2024.

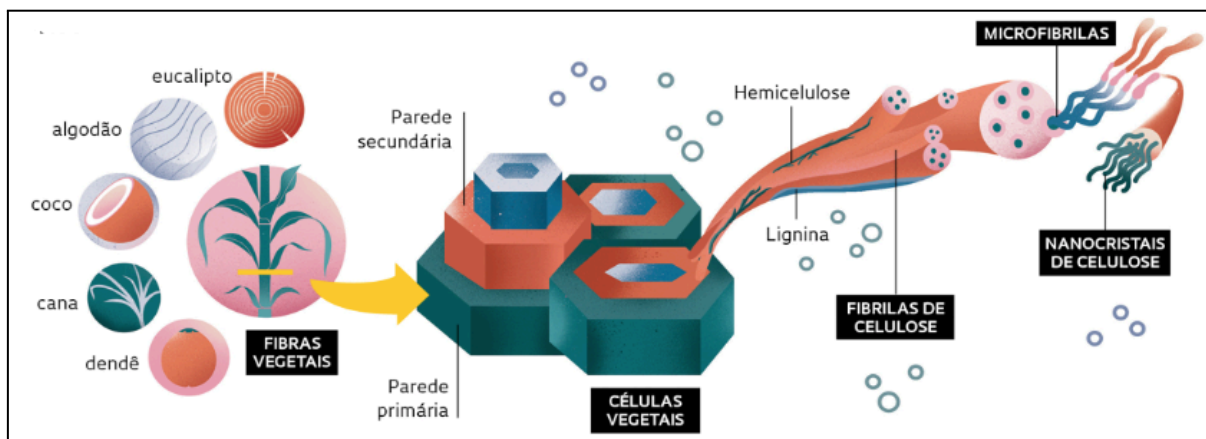
Assim, o desenvolvimento de alternativas para o aproveitamento da casca do coco verde contribui para a redução de resíduos sólidos e oferece uma nova fonte de renda para as áreas de produção (Moraes; Rosa e Marconcini, 2010).

### 3.3 Celulose

A celulose (figura 3) é um dos polímeros naturais mais abundantes na Terra e o principal componente estrutural da parede celular das plantas (Samir, Alloin e Dufresne, 2005; Zhu et al., 2011). Ela é uma substância fibrosa, resistente e insolúvel em água, desempenhando um papel essencial na sustentação das células vegetais. Extraída de fontes sustentáveis, a celulose pode ser obtida a partir de diversas matérias-primas, como algas marinhas (Chen et al., 2016), casca de batata-doce roxa (Zhu et al., 2023) e casca de arroz

(Johar, Ahmad e Dufresne, 2012). Este biopolímero destaca-se por sua gama de aplicações, variando tanto de reforços estruturais em compósitos de construção quanto na área biomédica no uso de bandagens (Ji et al., 2023).

**Figura 3** - Representação esquemática da Celulose e nanocristais de celulose



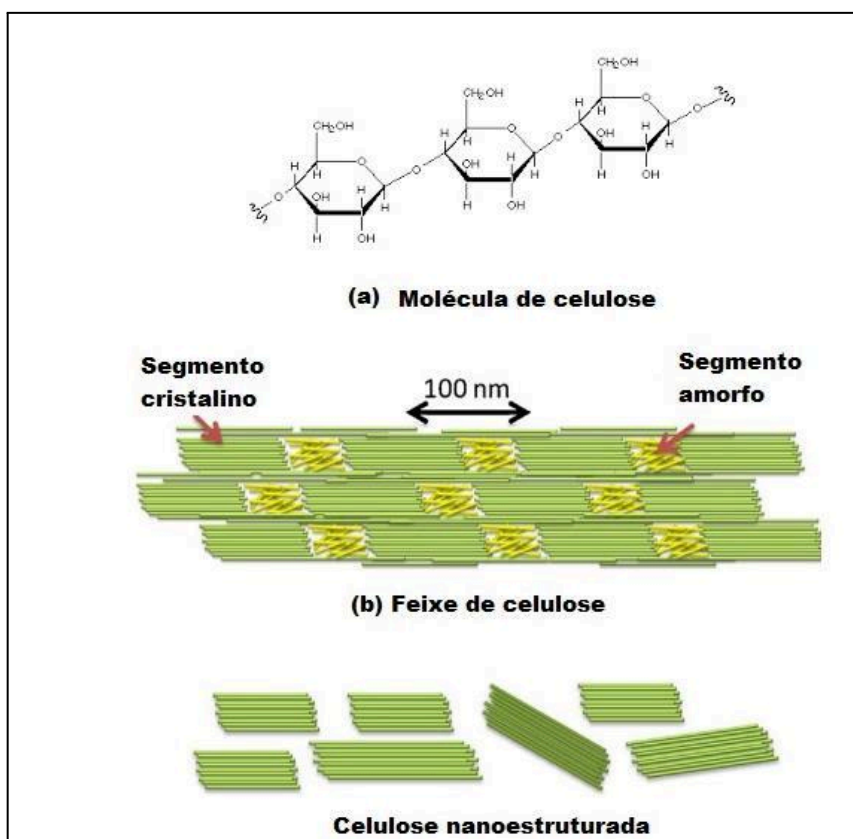
Fonte: Adaptado de Universidade de Antioquia, 2017.

### 3.4 Nanocelulose

O termo "nanocelulose" é utilizado para fibras naturais extraídas da celulose, com diâmetro geralmente abaixo de 100 nm, isoladas de fontes vegetais. A nanocelulose (figura 4) pode ser dividida em três subcategorias: nanofibras de celulose (NFCs), nanocristais de celulose (NCCs) e nanocelulose bacteriana, com base em sua orientação morfológica e características funcionais.

A nanocelulose possui propriedades físicas e químicas atrativas para a indústria, como alta área superficial, elevada resistência mecânica, biocompatibilidade e biodegradabilidade (Singh et al., 2023). Devido a isso, esta tem muitas aplicações em áreas como biologia alimentar, equipamentos médicos, eletrônica e outros campos (Ji et al., 2023).

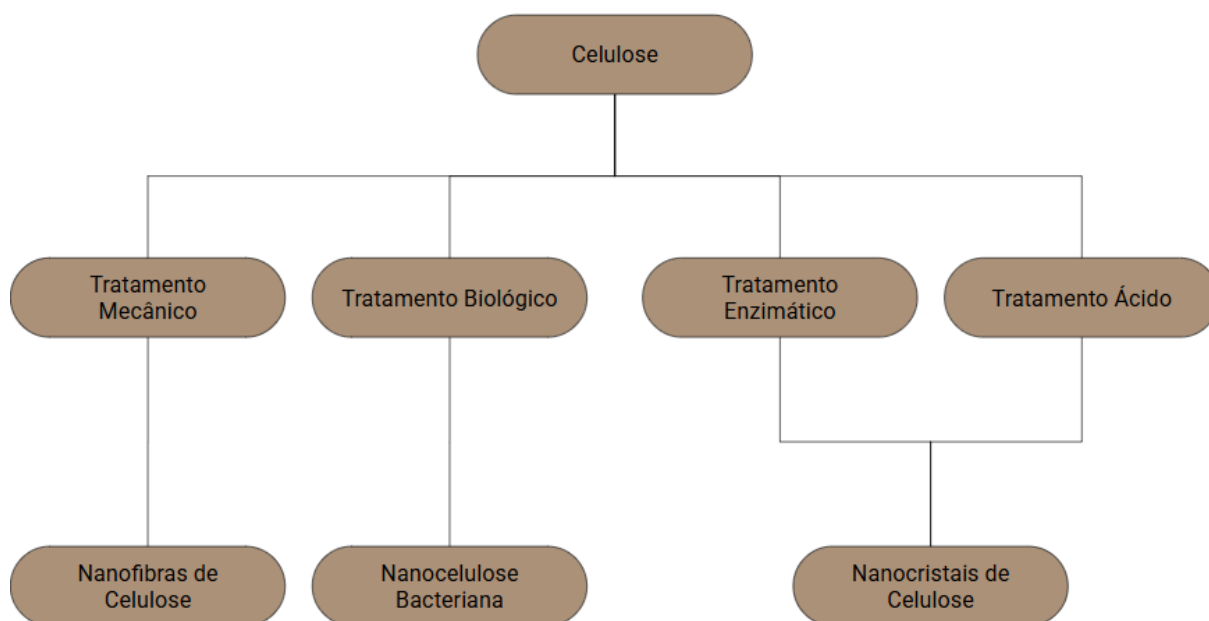
**Figura 4** - Representação da nanocelulose.



Fonte: Adaptado de Rahman et al., 2024.

### 3.5 Produção da Nanocelulose

A obtenção de nanocelulose a partir de um material vegetal se dá de várias etapas, passando pelo pré-tratamento da matéria prima, seguindo-se para a reação de quebra da celulose e podendo, ao fim, realizar a filtração da suspensão de nanocelulose resultante (Chen et al, 2016). A figura 5 mostra uma representação para produção de nanocelulose pelas diferentes rotas.

**Figura 5** - Representação da nanocelulose.

Fonte: Autor, 2024.

### 3.5.1 Tratamento Mecânico

O tratamento mecânico inclui tecnologias como ultrassom, microfluidização, homogeneização de alta pressão (HAP), trituração em baixa temperatura, quebra, moagem em moinho de bolas, entre outras (Nechyporchuk, Belgacem e Bras, 2016). Durante o pré-tratamento mecânico, uma pressão crítica é criada no centro do material fibroso por meio de forças mecânicas que promovem o processo de propagação de fissuras e interrompem a interação entre as fibras de celulose, resultando na formação de nanofibras de celulose (Salimi et al., 2019). O diâmetro e o comprimento médios da nanocelulose preparada por processos mecânicos são de 3–50 nm e 50–1000 nm, respectivamente. O método mecânico evita o uso de agentes químicos, mantém a biocompatibilidade e a biodegradabilidade da celulose, e a estrutura, propriedades e morfologia das NFCs podem variar de acordo com mudanças na força mecânica aplicada. No entanto, os métodos mecânicos são propensos a bloqueios no sistema e à corrosão das máquinas, além de consumirem muito tempo e energia mecânica.

### 3.5.2 Tratamento Biológico

O tratamento biológico refere-se ao uso de microrganismos, como bactérias e algas, para pré-tratar materiais de fibra bruta ou celulose a fim de obter NCB (nanocelulose bacteriana), que é posteriormente modificada em NCB cristalina ou fibrosa por meio de tratamento externo. As principais fontes de microrganismos utilizados nessa tecnologia são

fungos de podridão mole, fungos de podridão parda, fungos de podridão branca, acetobacter, bactérias alcalinas, mioglobina, agrobacterium, rizóbio ou bactérias pseudomonas, entre outros (Malucelli et al., 2017). Além disso, métodos bioquímicos ou biomecânicos podem não apenas aumentar o rendimento de nanocelulose, mas também melhorar a qualidade obtida (Beltramino et al., 2018). Por utilizar microrganismos, este método é visto como laborioso e altamente dependente da capacidade natural do ser vivo, promovendo sua baixa utilização para produção de nanocelulose.

### **3.5.3 Tratamento Enzimático**

A hidrólise enzimática representa um processo importante na conversão da celulose presente na biomassa pré-tratada. A conversão da celulose em glicose é realizada por enzimas celulasas em condições brandas, como temperatura entre 40 e 50 °C e pH entre 4,5 e 5. Um papel importante na eficiência da hidrólise é desempenhado pelo processo de pré-tratamento da biomassa lignocelulósica. Esse processo de pré-tratamento inclui a remoção de lignina, o processo de solubilização da hemicelulose, a duração da hidrólise e a carga enzimática. A estrutura cristalina da celulose afeta a taxa de hidrólise, uma vez que a hemicelulose e a lignina presente formam ligações com a celulose e, portanto, limitam o processo de hidrólise. Surfactantes não iônicos ou polímeros contendo polietilenoglicol (PEG) são conhecidos por aumentar a eficiência da hidrólise, pois podem alterar as propriedades superficiais da celulose e, assim, reduzir a carga enzimática necessária (Saha et al., 2017).

### **3.5.4 Tratamento Ácido**

Em um processo de tratamento químico, reagentes compostos por ácidos orgânicos ou inorgânicos são tipicamente empregados. Na maioria dos casos, a hidrólise ácida é a mais prática e eficiente para tratar a maioria dos tipos de biomassa lignocelulósica. Isso ocorre porque os ácidos são capazes de hidrolisar a porção de hemicelulose e redistribuir a lignina do material vegetal, melhorando assim a extração da celulose (Ji et al., 2023). A produção de NCCs mediada por ácidos minerais fortes enfrenta várias desvantagens significativas, incluindo a produção massiva de efluentes contaminados, alto risco de corrosão para as instalações e rendimento limitado (Jiang et al., 2021). Em contraste, os ácidos orgânicos podem servir como uma alternativa mais sustentável, devido à sua acidez mais fraca, menor ou nenhuma corrosividade e facilidade de reciclagem. Particularmente, a temperatura de ebulição relativamente mais baixa da maioria dos ácidos orgânicos torna a destilação prática



para sua recuperação após o uso. Além disso, a fosforilação e a carboximetilação da nanocelulose permitem que haja um grande número de grupos hidroxila na superfície da nanocelulose, melhorando assim a dispersão dos materiais de nanocelulose e ampliando a gama de usos da nanocelulose (Mondal, 2017).

### **3.6 Aplicações da Nanocelulose de Coco e Mercado Internacional**

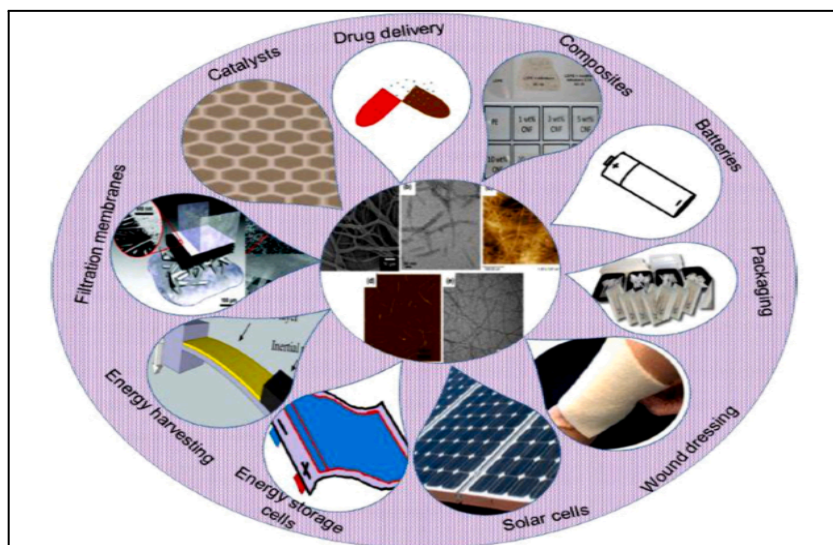
A nanocelulose possui uma ampla gama de aplicações, conforme apresentado na figura 6, devido às suas propriedades únicas. Na área de eletrônica, é utilizada para produzir papéis transparentes e flexíveis, ideais para circuitos flexíveis, displays e dispositivos eletrônicos, além de compósitos condutores para supercapacitores e sensores (Ji et al., 2023; Grishkewich et al., 2017; Wang et al., 2014).

Na indústria de cosméticos, é empregada como agente espessante e ingrediente em máscaras faciais, garantindo viscosidade e estabilidade (Ji et al., 2023). Na alimentação, atua como estabilizante e espessante em diversos produtos, além de ser uma alternativa funcional para aumentar o teor de fibras sem comprometer textura ou sabor (Zanchetta et al., 2017; Phanthong et al., 2018).

Na saúde, suas características como alta porosidade, baixa citotoxicidade e semelhança com a matriz extracelular favorecem aplicações em cicatrização de feridas, engenharia de tecidos e liberação controlada de medicamentos (Milledge, Nielsen e Bailey, 2015).

Também utilizado na purificação de água, materiais à base de nanocelulose são usados como adsorventes ecológicos e de baixo custo, substituindo o carvão ativado, e em membranas de ultrafiltração para separação de óleo e água (Tibolla et al., 2018; Lu et al., 2013; Mohamed et al., 2015; Ma et al., 2014). Essas aplicações destacam a versatilidade e o potencial da nanocelulose em setores que vão desde a eletrônica até a sustentabilidade ambiental.

**Figura 6** - Escopo de aplicações para a nanocelulose extraída do coco verde.



Fonte: Adaptado de Haldar e Purkait, 2020.

Ao longo dos anos, CMC (celulose microcristalina) e NCCs demonstraram um potencial tremendo para aplicações em diversos campos. Por isso, a produção em larga escala desses derivados é de grande interesse para várias indústrias em todo o mundo. Atualmente, a maioria dos fabricantes depende da polpa de madeira como fonte de biomassa (Haldar e Purkait, 2020).

De acordo com o relatório da Markets and Markets, o tamanho do mercado global de CMC foi estimado em USD 885,1 milhões no ano de 2018, com expectativa de crescimento para USD 1.241,4 milhões até o final de 2023, representando uma taxa de crescimento anual composta de 7% (<https://www.marketsandmarkets.com/>; dados de dezembro de 2019). Esse crescimento no tamanho do mercado é atribuído à crescente demanda da celulose em aplicações de saúde e produtos pessoais.



## 4 METODOLOGIA

### 4.1 Caracterização Química da Biomassa

A biomassa de coco verde foi adquirida no comércio local nas proximidades da Universidade Federal de Alagoas (UFAL), em Maceió-AL. A matéria prima consta de cascas do coco que seriam destinadas ao descarte pelo proprietário, mas foram coletadas e destinadas ao Laboratório de Tecnologia de Bebidas e Alimentos (LTBA) para o tratamento adequado.

No laboratório, o *Cocus nucifera* L. foi limpo com água corrente e retirado as demais impurezas grosseiras presentes, além de ser cortado em pedaços menores para facilitar o manuseio. Após isso, as amostras foram secas em uma estufa a 50°C por 72 horas. Após a secagem, a biomassa foi triturada em um moinho de facas, utilizando uma malha de Mesh 28 e peneirada em seguida. Esses procedimentos foram realizados para a caracterização química da biomassa *in natura* e após processo acetosolv, assim como proporcionar um material adequado para manuseio.

#### 4.1.1 Determinação do Teor de Umidade

Para determinar o teor de umidade, o procedimento iniciou-se com a pesagem de aproximadamente 0,5 g da biomassa a ser analisada, utilizando um cadinho previamente tarado para cada amostra. Em seguida, o cadinho contendo a amostra foi transferido para uma estufa termostatzada, onde permaneceu a uma temperatura de 105°C por um período de 2 horas. Após esse tempo, o conjunto foi retirado da estufa e colocado em um dessecador por, no mínimo, 30 minutos. Decorrido esse intervalo, a massa do conjunto foi medida, e ele foi devolvido à estufa por mais 30 minutos. O procedimento foi repetido até se obter uma massa constante. O percentual de umidade foi calculado em relação a perda de massa inicial conforme a equação 1.

$$\%TU = \frac{(MRA - MRAF)}{MA} \cdot 100 \quad (1)$$

Onde: %TU é o teor de umidade em percentual, MRA é a massa do conjunto recipiente/amostra, MRAF é a massa do final do conjunto recipiente/amostra e MA é a massa da amostra.

#### 4.1.2 Determinação de Extrativos

Para determinar o teor de extrativos totais, foram pesados entre 2 e 5 g da amostra de biomassa moída, que foi então colocada em um cartucho de papel de filtro ou celulose. As amostras foram submetidas ao processo de extração em um aparelho Soxhlet, utilizando uma solução de hexano/etanol na proporção de 2:1, por um período de 7 horas. Essa metodologia foi adaptada da literatura, com base no estudo de Chen et al. (2016). A combinação desses solventes é necessária para garantir a remoção eficiente das diversas moléculas presentes nos extrativos, considerando a complexidade dessa fração biomolecular.

Após a extração, a amostra foi colocada em uma estufa e, posteriormente, resfriada em um dessecador até atingir a temperatura ambiente. Esse procedimento foi repetido até que a massa se tornasse constante. O percentual de extrativos totais foi calculado utilizando a equação 2, conforme a metodologia descrita por Chen et al. (2016).

$$\%TE = \frac{(MRE-MRRS)}{MA} \cdot 100 \quad (2)$$

Onde: %TE é o teor de extrativos em percentual, MRE é a massa do conjunto recipiente/extrativos, MRRS é a massa do conjunto recipiente/resíduos de solvente e MA é a massa da amostra.

#### 4.1.3 Determinação de Cinzas

Para determinar o teor de cinzas em amostras de biomassa in natura, as amostras foram colocadas em cadinhos de porcelana previamente identificados e tarados. Em seguida, os cadinhos contendo aproximadamente 1,5 g das amostras foram levados a uma mufla, onde foram aquecidos a uma temperatura de 550°C por um período de 5 horas. Essa metodologia foi adaptada da literatura, com base nos estudos de Hojo et al. (2008) e Araújo et al. (2006). O percentual de cinzas presente nas amostras foi calculado utilizando a equação 3, conforme descrito na metodologia proposta por Hojo et al. (2008) e Araújo et al. (2006).

$$\%TC = \frac{(MRRA-MR)}{MA} \cdot 100 \quad (3)$$

Onde: %TC é o teor de cinzas em percentual, MRRA é a massa do conjunto recipiente/resíduo de amostra, MR é a massa do recipiente e MA é a massa da amostra.

#### 4.1.4 Determinação do Teor de Lignina

Para determinar o teor de lignina nas amostras de biomassa foi utilizada uma adaptação da metodologia descrita por Gouveia et al. (2006). Inicialmente, transferiu-se 2 g da amostra moída e livre de extrativos para um béquer de 100 mL. Em seguida, adicionou-se 10 mL de ácido sulfúrico 72% (v/v) ao béquer, sob agitação mecânica vigorosa com um bastão de vidro, em um banho termostático a 45°C por 7 minutos. Após esse período, a reação foi interrompida com a adição de 50 mL de água destilada, e a amostra foi transferida para um erlenmeyer de 500 mL. Adicionou-se mais 225 mL de água destilada, totalizando um volume de 275 mL. A solução foi então levada à autoclave, onde permaneceu por 30 minutos a 121°C para a hidrólise dos oligômeros remanescentes.

Após a despressurização da autoclave, os erlenmeyers contendo a solução foram resfriados até atingir a temperatura ambiente. A mistura resultante foi filtrada, e o material insolúvel retido no papel de filtro foi lavado com aproximadamente 1,5 L de água destilada para remover resíduos de ácido e ajustar o pH próximo à neutralidade. O material insolúvel foi então seco em estufa a 80°C até atingir massa constante. O percentual de lignina foi calculado utilizando a equação 4, conforme a metodologia descrita por Gouveia et al. (2006).

$$\%TL = \frac{(MFLI-MF)}{MA} \cdot TC\% \quad (4)$$

Onde: %TL é o teor de lignina em percentual, TE% é teor de extrativos e %TLIC é o teor de lignina insolúvel corrigido.

O teor de lignina obtido a partir da equação 4, precisa ser corrigido pois o percentual encontrado é para a amostra de biomassa sem extrativos. Essa correção foi realizada por meio da equação 5 obtida na metodologia descrita por Gouveia *et al.*, (2006), a qual ajusta o percentual de lignina levando em consideração o teor de extrativos presentes na biomassa in natura.

$$\%TLIC = \frac{(100-TE\%)}{100} \cdot TL\% \quad (5)$$

Onde: %TL é o teor de lignina em percentual, TE% é teor de extrativos e %TLIC é o teor de lignina insolúvel corrigido.

#### 4.1.5 Determinação de Holocelulose

Para determinar o teor de holocelulose foi utilizada a metodologia descrita por Moraes, Rosa e Marconcini (2010). O processo iniciou-se com a pesagem de 3 g de biomassa livre de extrativos, que foi transferida para um erlenmeyer de 500 mL contendo 120 mL de água destilada. O conjunto foi então colocado em um banho termostático a 70°C, onde foram adicionados 2,5 g de clorito de sódio (com pureza mínima de 80%) e 1 mL de ácido acético glacial, juntamente com uma barra magnética para agitação. O erlenmeyer foi tampado com um erlenmeyer de 50 mL e mantido em capela de exaustão durante todo o procedimento.

Após 1 hora de reação, adicionaram-se mais 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial ao meio reacional. Decorrida mais 1 hora, repetiu-se a adição de 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial, mantendo a solução nas mesmas condições por mais 3 horas. Após esse período, o conjunto do erlenmeyer com a amostra foi resfriado em um banho de gelo por 30 minutos. Em seguida, a mistura foi filtrada e lavada até atingir um pH próximo a 7, utilizando-se de 10 a 20 mL de acetona, seguida de um enxágue abundante com água destilada.

O material sólido resultante foi seco em uma estufa termostaticada a 100°C por aproximadamente 18 horas. O percentual de holocelulose na amostra foi determinado conforme a equação 6, de acordo com a metodologia proposta por Moraes, Rosa e Marconcini (2010).

$$\%TH = \frac{(MFH-MF)}{MA} \cdot 100 \quad (6)$$

Onde: %TH é o teor de holocelulose em percentual, MFH é a massa do conjunto filtro/amostra, MF é a massa do filtro e MA é a massa da amostra.

O percentual de teor de holocelulose obtido a partir da Equação 7, precisa ser corrigido visto que o resultado obtido se refere à amostra de biomassa sem extrativos. A correção foi realizada a partir da equação 7, que ajusta o percentual de holocelulose tendo em vista o teor de extrativos presentes na biomassa in natura (Moraes; Rosa e Marconcini, 2010).

$$\%THC = \frac{(100-TE\%)}{100} \cdot TH\% \quad (7)$$

Onde: %THC é o teor de holocelulose corrigido em percentual, %TE é o teor de extrativo percentual e %TH é o teor de holocelulose.

#### 4.1.6 Determinação Teor de Alfacelulose

Para determinar o teor de alfacelulose utilizou-se a amostra de holocelulose, seguindo a metodologia descrita por Moraes, Rosa e Marconcini (2010). Inicialmente, cerca de 1 g da amostra de holocelulose foi pesado e transferido para um almofariz contendo uma solução de hidróxido de sódio a 17,5%. Após 2 minutos de contato, a amostra foi triturada por 8 minutos. Em seguida, a amostra foi misturada com água destilada, e o material foi transferido para um funil. O precipitado retido no funil foi lavado até que o pH se aproximasse do pH da água utilizada.

O conjunto do funil com a amostra foi então colocado em uma estufa a 105°C e seco até atingir massa constante. O percentual de alfacelulose na amostra foi calculado utilizando a equação 8, conforme a metodologia proposta por Moraes, Rosa e Marconcini (2010).

$$\%TA = \frac{(MFA-MF)}{MAH} \cdot 100 \quad (8)$$

Onde: %TA é o teor de alfacelulose em percentual, MFA é a massa do conjunto funil/amostra, MF é a massa do funil e MAH é a massa da amostra de holocelulose.

A partir da equação 9 se obtém o teor de alfacelulose corrigido, sendo obtido através do teor de holocelulose corrigido (Moraes; Rosa e Marconcini, 2010).

$$\%THeC = \%THC - \%TAC \quad (9)$$

Onde: %TAC é o teor de alfacelulose corrigido em percentual, %THC é o teor de holocelulose corrigido e %THeC é o teor de hemicelulose corrigido em percentual.

#### 4.2 Caracterização da Biomassa Pré-Tratada

A biomassa após o processo de pré-tratamento, envolvendo tratamento alcalino e branqueamento, passou por caracterizações de Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise Termogravimétrica (TGA).

#### **4.2.1 Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

A técnica FTIR foi utilizada para analisar a composição química durante as etapas do processo. As amostras secas foram analisadas na faixa de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ , com uma resolução de 2  $\text{cm}^{-1}$ , usando um espectrofotômetro modelo Vertex 70-RAM II (Buker Scientific Instruments, EUA). Essa análise permitiu obter informações sobre fragmentos moleculares e a presença ou ausência de grupos funcionais específicos (Ahmad et al., 2011).

#### **4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

O estudo da morfologia foi conduzido no Laboratório de Química do Instituto Federal de Alagoas - campus Maceió, utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca TESCAN. Para a preparação das amostras, foram utilizadas tiras finas de carbono em um porta-amostra circular de aço.

O MEV foi operado a 5 kV com ampliação de foco variando de 457 a 1800 vezes. Foram utilizados campos de visão entre 454  $\mu\text{m}$  e 115  $\mu\text{m}$ , com escalas de 100  $\mu\text{m}$  e 20  $\mu\text{m}$  para visualização das fotomicrografias. A varredura do material foi realizada em diferentes pontos, com ampliações variando entre 300 e 4000 vezes.

#### **4.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA)**

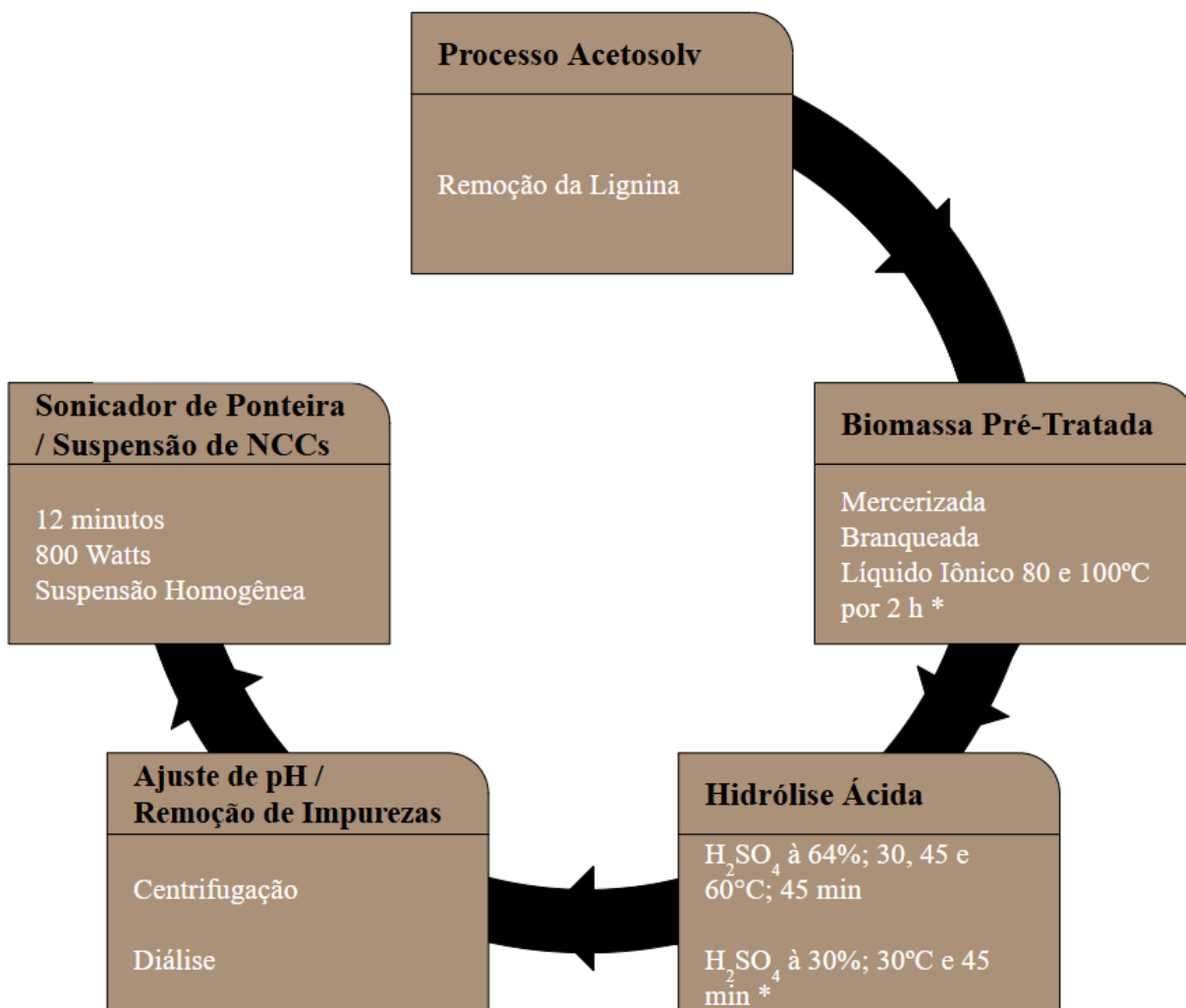
A análise termogravimétrica (TGA) foi empregada para investigar o comportamento térmico tanto da biomassa in natura quanto pré-tratada. Os testes termogravimétricos foram conduzidos utilizando um analisador TGA-Q500 (TA Instruments, EUA). Para os ensaios, foram utilizadas amostras com cerca de 6 mg, em cadinhos de alumínio, em atmosfera inerte de nitrogênio, com taxa de aquecimento de 10°C/min, no intervalo de temperatura de 25°C a 700°C.

### **4.3 Obtenção dos Nanocristais**

Para obtenção dos nanocristais foram realizados os pré-tratamentos acetosolv, mercerização e branqueamento, seguido da hidrólise ácida como rota tradicional de obtenção. Para a rota alternativa, foi realizado o tratamento com LI após os pré-tratamentos, para em

seguida continuar com a hidrólise ácida. A figura 7 mostra um fluxo dos procedimentos realizados para a obtenção dos nanocristais de celulose.

**Figura 7** - Esquematisação do processo de obtenção de nanocelulose.



Fonte: Autor, 2024.

#### 4.3.1 Processo Acetosolv

A biomassa *in natura* foi submetida ao processo acetosolv adaptado da metodologia de Hernández-Hernández et al. (2016) para a remoção da lignina presente no material celulósico. O procedimento consta com uma solução de 93% de ácido acético glacial, 6,7% de água destilada e 0,3% de ácido clorídrico 37% (m/m) como agente catalítico da reação, aquecidos a uma temperatura de 100°C por 3 horas em um sistema de refluxo a pressão atmosférica. Os produtos finais desse procedimento são o licor negro, mistura ácida de coloração escura rica em lignina, e o material rico em celulose que foi lavado para se atingir o pH neutro necessário para prosseguir com os pré-tratamentos.

#### 4.3.2 Mercerização

A biomassa *Cocos nucifera* L. proveniente do processo acetosolv foi submetida a etapa de remoção da hemicelulose e compostos alcalinos solúveis através do processo de mercerização. O procedimento seguiu uma metodologia adaptada da literatura, com base no trabalho de Chen et al. (2016). Em um erlenmeyer foi adicionado a amostra de coco junto com uma solução de hidróxido de sódio a 2%, na proporção de 1 g para cada 20 mL de solução. Assim, o conjunto (erlenmeyer + amostra) foi submetido a agitação magnética durante 2 horas a temperatura de 80°C. Após esse período, a amostra foi filtrada e lavada com água destilada, até que o pH esteja próximo da água utilizada para lavagem.

#### 4.3.3 Branqueamento

A biomassa mercerizada foi submetida ao processo de remoção de cor e da lignina residual. O branqueamento seguiu uma metodologia adaptada de Chen et al. (2016). Em um erlenmeyer foi adicionado a biomassa mercerizada junto de uma solução de peróxido de hidrogênio a 30% e hidróxido de sódio a 5%, na proporção de 1 grama de biomassa para 10 mL de NaOH e 2,5 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> durante 1 hora a 80°C. Após esse período, a amostra foi filtrada e lavada com água destilada, até que o pH esteja próximo da água utilizada para lavagem.

#### 4.3.4 Tratamento com Líquido Iônico (LI)

O processo de tratamento da nanocelulose pelo líquido iônico para dissolução da lignina e quebra da molécula de celulose ocorre a partir da biomassa pré-tratada com os procedimentos de mercerização e branqueamento, a qual deverá ser lentamente adicionada ao líquido escolhido com agitação vigorosa. O líquido iônico que foi utilizado é o 2-hydroxyethylamonium [2-HEA] cátion (Miranda et al., 2019). Uma fração mássica de 10% de biomassa pré-tratada e líquido iônico foi aquecida a diferentes temperaturas, 80 e 100°C, por 2 horas sob agitação constante. A reação foi interrompida pela adição de 20 cm<sup>3</sup> de água fria à mistura. Imediatamente após a adição do anti-solvente, devem-se formar precipitados esbranquiçados de celulose. A mistura foi então levada ao ultrasonicador à temperatura ambiente durante 15 min. A suspensão foi lavada com água usando centrifugação repetida para isolar o produto reacional. O sobrenadante foi coletado para evaporação por evaporador



rotativo e recuperação do líquido iônico. Em seguida, o sólido foi seco e utilizado na hidrólise. Após o tratamento com o LI, foi realizada a hidrólise ácida da biomassa resultante para a produção dos nanocristais de celulose, onde a reação ocorreu em agitadores orbitais utilizando ácido sulfúrico 30% (m/m) a 30°C por 45 min. Depois de concluída a reação, a suspensão foi centrifugada para remover o excesso de ácido sulfúrico. Os resíduos sólidos coletados foram tratados com solução de NaOH a 1% até que o pH neutro, ou seja, 6-7 seja alcançado. O rendimento da hidrólise foi calculado de acordo com a equação 10.

#### 4.3.5 Hidrólise Ácida

Os nanocristais de celulose foram obtidos via rota ácida a partir de adaptações de procedimentos descritos por Chen et al., (2016) e So et al., (2021). A biomassa *Cocus nucifera* L. mercerizada e branqueada foi submetida à hidrólise ácida utilizando ácido sulfúrico 64% (m/m). Na proporção de 1 g biomassa para 100 mL de ácido sulfúrico, durante 45 minutos a 30, 45 e 60°C com agitação mecânica (Chen et al., 2016 e Mihhels et al., 2023).

Após a hidrólise ácida, a reação foi interrompida com o triplo de água destilada. As amostras foram centrifugadas durante 15 minutos a 3500 rpm, para poder separar os sólidos da solução. O sobrenadante, contendo o excesso de ácido sulfúrico, foi despejado e em seu lugar adicionou-se água destilada. Este procedimento foi repetido de 3 a 4 vezes.

Em seguida, as suspensões obtidas foram submetidas à diálise, utilizando membrana de 19 celulose, com água destilada, até atingir o pH próximo ao da água utilizada. Em seguida, as amostras passaram por um tratamento ultrassônico durante 12 minutos, com resfriamento para evitar aquecimento excessivo. A solução contendo os nanocristais de celulose foi refrigerada antes da caracterização. O rendimento da hidrólise foi calculado de acordo com a equação 10.

$$\%NCC = \frac{MFA}{MIA} \cdot 100 \quad (12)$$

Onde: %NCC é o rendimento em nanocristais de celulose, MFA é a massa final da amostra e MIA é a massa inicial da amostra.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização Química da Biomassa

A caracterização química da biomassa *Cocus nucifera* L. trouxe um entendimento sobre seus aspectos para extração de celulose, assim como o procedimento acetosolv consegue remover grande parte da lignina presente no material *in natura*. Todas as análises foram realizadas em triplicata para uma maior confiabilidade dos dados obtidos. A tabela 1 apresenta os termos percentuais de celulose, lignina e hemicelulose presentes na biomassa do atual estudo, assim como um comparativo entre outros materiais vegetais.

**Tabela 1** - Caracterização química da biomassa *Cocus nucifera* L. em comparação com a literatura.

Biomasa	Celulose (%)	Lignina (%)	Hemicelulose (%)	Estudo
<i>Cocus nucifera</i> L. <i>in natura</i>	37,73±0,32	42,23±0,24	13,80±0,62	Estudo atual
<i>Cocus nucifera</i> L. após pré-tratamentos	72,93±9,56	0,78±0,04	21,08±8,81	Estudo atual
Erva-do-sião	39,60	28,70	27,50	Ogunjobi, Adewale e Adeyemi (2023).
Casca de arroz	35,00	23,00	33,00	Johar, Ahmad e Dusfresne (2012).
Bagaço de cana	45,00±0,20	21,20±0,90	29,90±0,20	Oliveira <i>et al.</i> (2016).

Fonte: Autor, 2024.

Ao observar a tabela 1, o coco verde *in natura* apresenta um grande teor de lignina presente em sua matriz celulósica em relação às biomassas de outros estudos, o que dificulta a extração da celulose pela formação de uma barreira protetora ao redor do polímero de interesse, mostrando ser necessário o processo de remoção de lignina. Ademais, a baixa presença de hemicelulose, que se trata de um polímero menos resistente e com mais regiões amorfas que a celulose, assim como a presença considerável dessa, tornam o *Cocus nucifera* L. uma boa opção para a produção dos nanocristais de celulose.

Ao passo que decorreram os tratamentos nessa matéria prima foi possível notar a grande diferença da presença desse composto que ocasiona tanta rigidez, demonstrando a alta

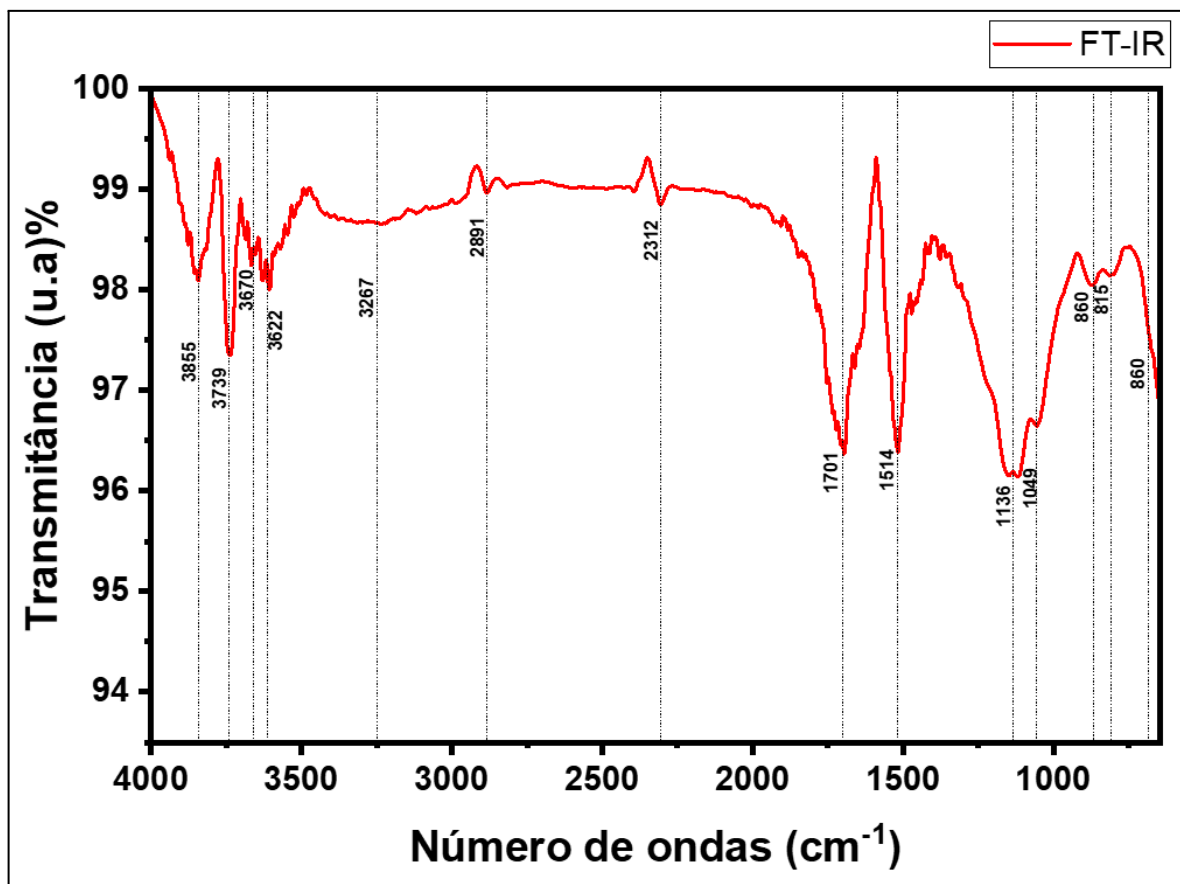
eficácia do tratamento acetosolv na remoção de lignina. Desta forma, a biomassa pré-tratada supera em grandes quantias o teor de celulose presente em sua matriz em comparação com seu estado inicial e os demais estudos, entretanto, há uma perda de material considerável até se alcançar tal nível de pureza após os pré-tratamentos.

## 5.2 Caracterização da Biomassa Pré-Tratada

### 5.2.1 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise dos espectros de FTIR da biomassa de *Cocos nucifera* L. in natura e após o pré-tratamento (alcalinização + branqueamento) revelou mudanças significativas nas estruturas químicas do coco verde. As bandas identificadas nos espectros confirmam que o tratamento foi eficaz na modificação das propriedades da biomassa, adequando-a para a etapa seguinte de hidrólise ácida para a produção de nanocristais de celulose conforme a metodologia de Chen et al., 2016. As figuras 8, 9 e 10 ilustram os resultados das análises espectroscópicas por FTIR da biomassa.

Figura 8 - FTIR da biomassa *Cocos nucifera* L. in natura.



Ao observar a figura 8, é possível observar o pico de  $2891\text{ cm}^{-1}$  que caracteriza a vibração pico de estiramento da ligação carbono-hidrogênio (CH), uma característica que está presente em polissacarídeos como a celulose, submetida a tratamento químico (Ogunjobi, Adewale e Adeyemi, 2023).

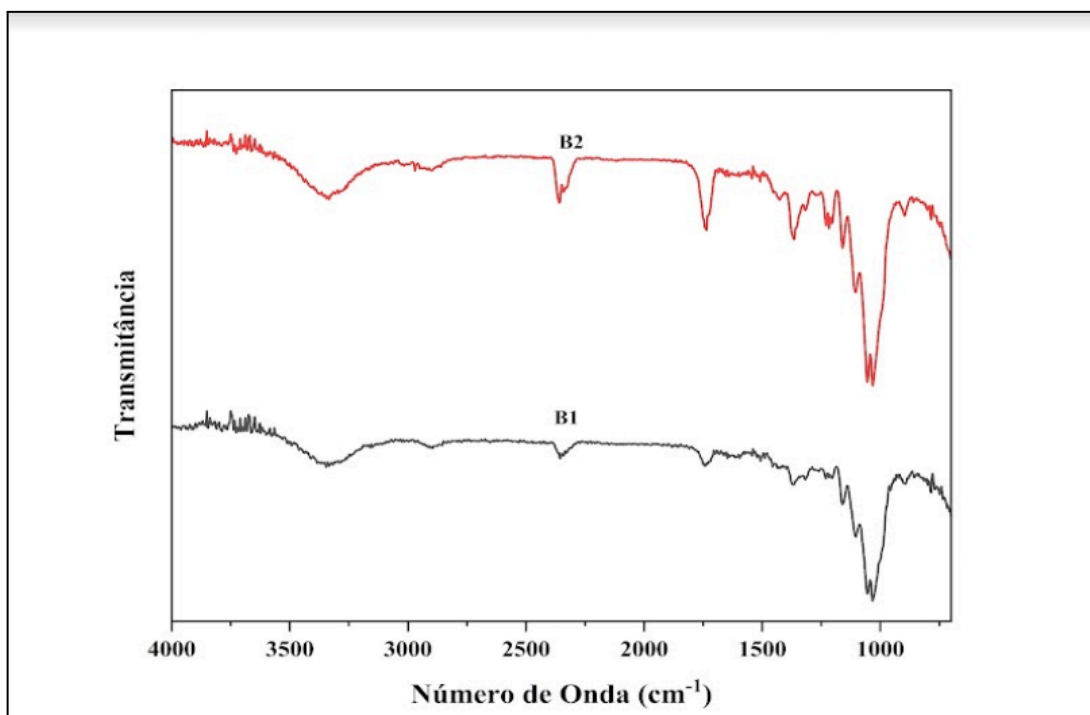
O pico entre  $1701\text{ cm}^{-1}$  é atribuído aos grupos acetila e éster presentes na hemicelulose ou aos grupos de ácido carboxílico nos componentes ferúlico e p-cumárico da lignina (Johar, Ahmad e Dufresne, 2012). O pico em  $1514\text{ cm}^{-1}$  é designado a ligação carbono-carbono do anel aromático da lignina e também à vibração de deformação da água absorvida (Ogunjobi, Adewale e Adeyemi, 2023).

Um pico forte em  $1049\text{ cm}^{-1}$  representa as vibrações de alongamento assimétrico dos grupos éster na celulose, evidenciando a sua presença marcante na biomassa (Bichang'a et al., 2024).

Os resultados do FTIR para a amostra *in natura* evidenciaram a presença notável de grupos ligados a lignina contidos na casca do coco, assim como componentes de hemicelulose e celulose de forma expressiva.

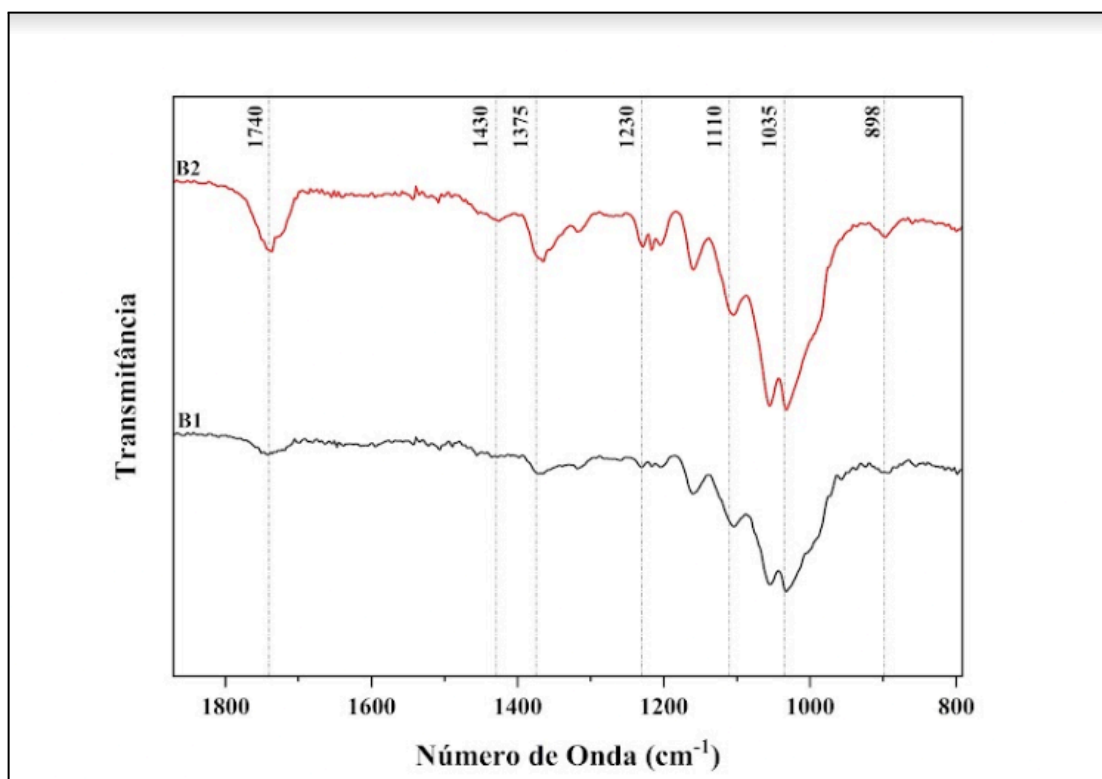
Após os pré-tratamentos, a figura 9 expõe uma grande mudança do comportamento da biomassa. Foram realizadas análises nas condições de biomassa alcalinizada (B1) e alcalinizada seguida de branqueamento (B2). Nas figuras 9 e 10 é possível observar que o pico em  $2891\text{ cm}^{-1}$  se torna mais acentuado conforme a progressão do pré-tratamento. Os picos de  $1701\text{ cm}^{-1}$  e  $1514\text{ cm}^{-1}$  observados nas figuras 9 e 10 são completamente removidos, mostrando assim a eficácia do pré-tratamento na remoção da lignina presente na matriz celulósica.

**Figura 9** - FTIR da biomassa *Cocus nucifera* L pré-tratada.



Fonte: Autor, 2024.

**Figura 10** - FTIR da biomassa *Cocus nucifera* L pré-tratada com zoom na região de 1800 - 800 cm⁻¹.



Fonte: Autor, 2024.

O pico de 1740 cm⁻¹ se dá pela presença mais acentuada de hemicelulose presente após a remoção de lignina conforme descrito por Ogunjobi, Adewale e Adeyemi (2023). Os

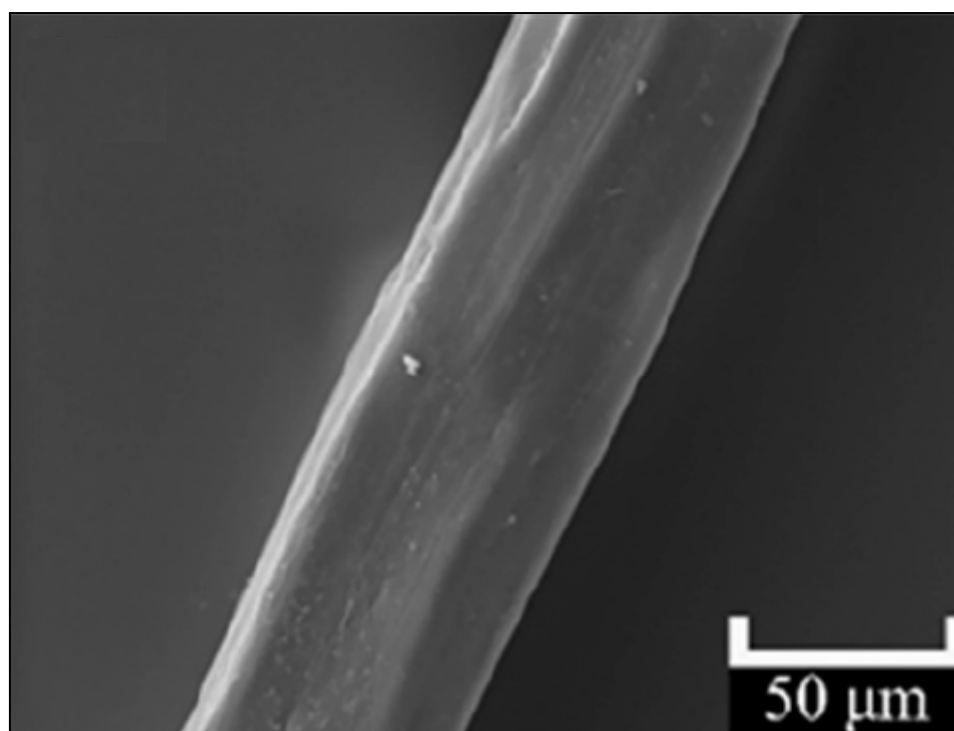
picos em  $1375\text{ cm}^{-1}$  e  $898\text{ cm}^{-1}$  há vibração de estiramento CH e celulose cristalina, respectivamente, descritos por (Doh, Lee e Whiteside, 2020). No ponto de  $1035\text{ cm}^{-1}$  o pico é atribuído ao alongamento COC das ligações glicosídicas 1,4 das unidades de D-glicose na celulose (Ogunjobi, Adewale e Adeyemi, 2023).

Logo, os resultados da análise de FTIR mostram que o pré-tratamento da biomassa de *Cocus nucifera* L. se provou eficaz em remover componentes indesejados do material, ao mesmo tempo em que preservou as características de interesse, sem nenhuma mudanças na sua estrutura celulósica.

### 5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

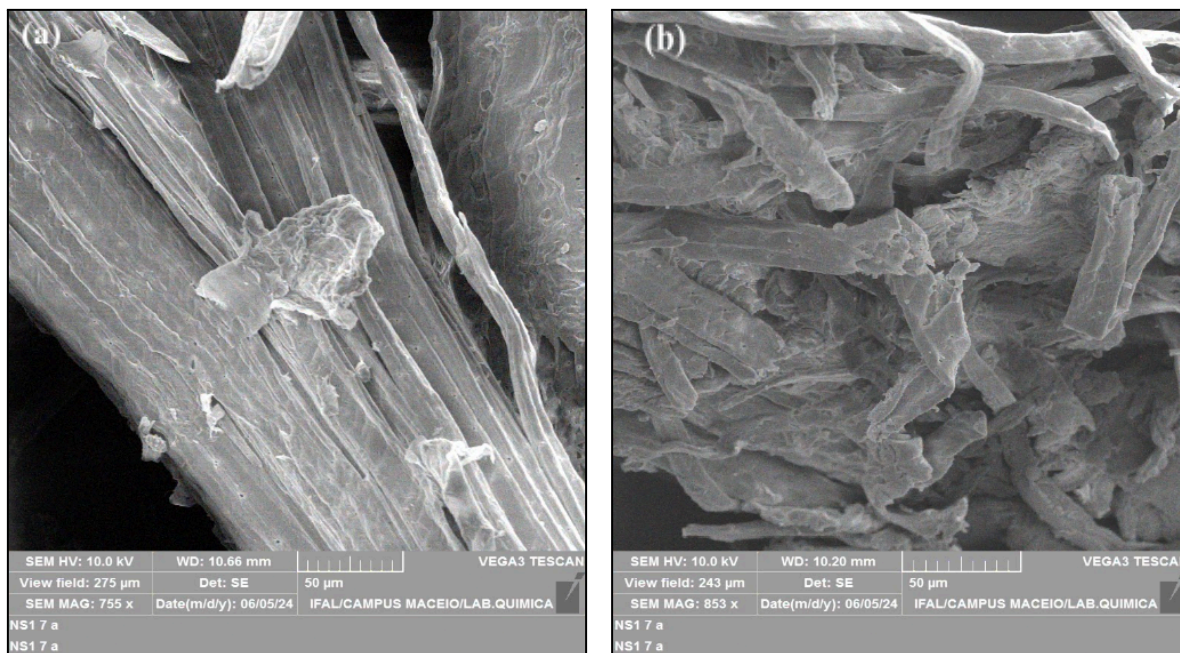
A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) oferece informações sobre a morfologia superficial e as microestruturas da amostra (Ogunjobi, Adewale e Adeyemi, 2023). No microscópio eletrônico de varredura, foram analisadas as amostras de biomassa pré-tratadas apenas com a alcalinização, exposto na figura 12 (a), e com a alcalinização combinada de branqueamento, mostrado na figura 12 (b). A figura 11 expõe a morfologia da fibra *in natura* do coco obtida por Yang et al., 2025.

**Figura 11** - Micrografias da fibra do coco *in natura*.



Fonte: Adaptado de Yang et al., 2025.

**Figura 12** - Micrografias obtidas por MEV para a amostra da biomassa *Cocos nucifera* L. (a) após alcalinização e (b) após alcalinização seguida de branqueamento.



Fonte: Autor, 2024.

É esperado que o tratamento químico utilizado para a purificação da celulose presente na casca do coco cause alterações morfológicas. A figura 12 (a) mostra o aspecto homogêneo da fibra de coco após o tratamento alcalino, mostrando que a superfície torna-se mais áspera em comparação a figura 11. Isso pode indicar a remoção parcial da camada externa não celulósica, composta por materiais como hemiceluloses, lignina, pectina, cera e outras impurezas presentes na biomassa. Sabe-se que tanto a cera quanto a pectina envolvem a superfície das fibras naturais como uma camada protetora (Johar, Ahmad e Dufresne, 2012). Estudos similares sugerem que a lignina forma uma ligação em ponte com o éster de celulose e atua como um aglutinante nos componentes das fibras, preservando, assim, a forma dos feixes após o tratamento alcalino.

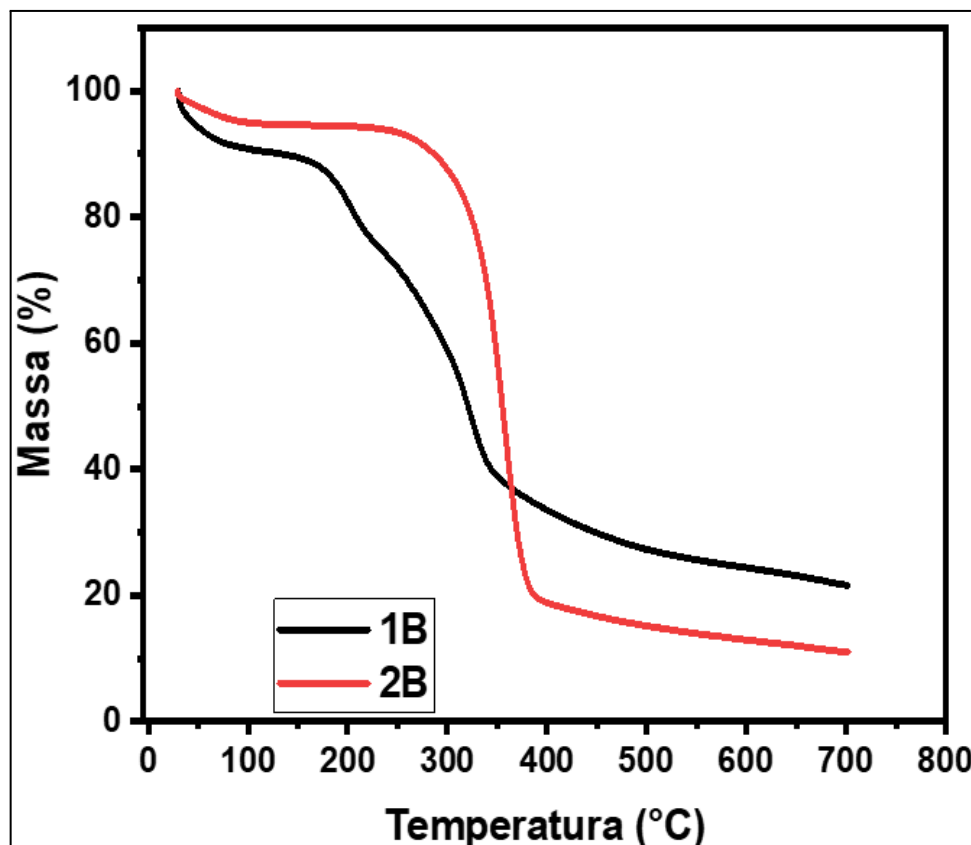
O efeito do subsequente tratamento de branqueamento foi evidente a partir da comparação das micrografias nas figuras 12 (a) e 12 (b). Há o indicativo de que os feixes de fibras da casca do coco verde se separam em fibras individuais. O diâmetro do material fibroso indica diminuição devido a remoção da lignina, evidenciado pelos resultados de caracterização química da biomassa (Singh et al., 2023).

As análises de microscopia eletrônica de varredura mostram a eficácia do tratamento alcalino seguido do branqueamento para a extração de celulose, presumindo uma maior área específica para a ação da hidrólise ácida, favorecendo assim a reação e contribuindo positivamente para a produção dos nanocristais de celulose.

### 5.2.3 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) do *Cocus nucifera* L. *in natura* e após todos o pré-tratamento combinado (alcalinização e branqueamento), mostrada na figura 13, demonstrou comportamentos térmicos distintos, sugerindo alterações significativas na composição e estrutura do material após os procedimentos.

**Figura 13** - Análise TGA do *Cocus nucifera* L *in natura* (1B) e após pré-tratamentos (2B).



Fonte: Autor, 2024.

A figura 13 evidencia três comportamentos característicos de perda de massa. As amostras *in natura* e quimicamente tratadas passaram por uma fase inicial de degradação com uma perda de peso mínima, representando a evaporação da água e da umidade presentes nos materiais celulósicos à medida que a temperatura aumentava, conforme descrito por Oliveira et al. (2016). O segundo estágio está representado pela degradação da hemicelulose, onde a amostra *in natura* demonstra esse comportamento de maneira mais acentuada em intervalos de 200-300°C, diferentemente da biomassa pré-tratada, a qual apenas demonstrou a degradação de sua matriz celulósica a partir de 300°C, evidenciando uma resistência térmica considerável proveniente do tratamento alcalinizador combinado com branqueamento.



(Bichang'a et al., 2024). O último ponto característico é a degradação da lignina presente a partir de 400°C, o qual se mostra similar independentemente do tratamento utilizado.

Os resultados da análise termogravimétrica mostram que o pré-tratamento foi eficaz em melhorar suas propriedades térmicas, removendo elementos não celulósicos e impurezas indesejadas.

### 5.3 Obtenção dos Nanocristais

Foram realizadas as extrações dos nanocristais de celulose após os pré-tratamentos da biomassa lignocelulósica, tornando-a mais eficaz para o trabalho.

#### 5.3.1 Hidrólise Ácida

As fibras são submetidas a uma hidrólise ácida forte para quebrar a longa cadeia polimérica da celulose em dimensões menores. Sob condições controladas de hidrólise, como temperatura, tempo, agitação e concentração de ácido, os domínios amorfos da matriz de celulose são preferencialmente hidrolisados pelos íons hidrônio ( $H_3O^+$ ), deixando os segmentos altamente cristalinos inalterados (Chen et al., 2016). A tabela 2 mostra os rendimentos mássicos médios obtidos através da hidrólise ácida da casca do coco verde. Os experimentos foram realizados em triplicata.

**Tabela 2** - Rendimento mássico de nanocelulose proveniente da hidrólise ácida.

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (Min)	Rendimento (%)
<i>Cocus nucifera</i> L.	30	45	42,29±1,00
<i>Cocus nucifera</i> L.	45	45	36,81±3,96
<i>Cocus nucifera</i> L.	60	45	24,92±1,73

Fonte: Autor, 2024.

Conforme a tabela acima, a hidrólise ácida utilizando ácido sulfúrico 64% (m/m) a um tempo de contato padronizado mostra rendimentos mássicos superiores em baixas temperaturas, justificado pelo comportamento dos nanocristais de celulose que tendem a sofrer degradação a temperaturas mais elevadas (Yang et al., 2022). Entretanto, a força do

ácido utilizado também é influente para o cálculo do rendimento, tendo em vista que ácidos mais fortes possuem a capacidade de transformar mais quantidades da celulose em sua versão nanoscópica, assim como seus domínios amorfos (Ahmed et al., 2025). A tabela 3 traz dados comparativos de biomassas distintas passando por um tratamento similar ao do presente estudo.

**Tabela 3** - Comparação entre rendimento mássico médio de NCCs utilizando ácido sulfúrico 64% (m/m).

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (Min)	Rendimento (%)	Estudo
<i>Cocus nucifera</i> L.	30	45	42,29±1,00	Estudo atual
<i>Cocus nucifera</i> L.	45	45	36,81±3,96	Estudo atual
<i>Cocus nucifera</i> L.	60	45	24,92±1,73	Estudo atual
Oil palm trunk	45	40	16,00	Lamaming et al. 2015
Rice straw	50	75	64,00	Oun e Rhim 2016
Walnut shell	45	90	91,50	Hemmati et al. 2018
Potato peel	45	90	42,00	Jiang e Hsieh 2015
Shell of <i>Camellia oleifera</i> Abe	50	45	57,50	Yao et al. 2017
Tomato peels	45	30	15,70	Chen et al. 2012
Pineapple peels	45	30	65,00	Ou et al. 2021

Fonte: Autor, 2024.

Através do comparativo de dados da literatura através da tabela 3, é possível observar um rendimento mássico intermediário de nanocristais de celulose nas condições do presente estudo. Fatores como temperatura, tempo reacional e força do ácido utilizado possuem grande importância em números acentuados de rendimento. Estudos realizados por Hemmati et al.

(2018) demonstram que a diminuição no rendimento ao utilizar concentrações mais altas de ácido pode estar relacionada ao processo de hidrólise, no qual a celulose é degradada em seus blocos constituintes, ou seja, glicose. Por outro lado, os tratamentos com baixas concentrações de ácido resultam em valores de dispersão baixos ou na agregação das estruturas. O aumento no tempo e na temperatura do processo de hidrólise acima do ponto máximo pode gerar glicose por meio da degradação da celulose, o que, por sua vez, reduz o rendimento na produção dos NCCs.

### **5.3.2 Líquido Iônico Acompanhado da Hidrólise Ácida**

A biomassa pré-tratada foi submetida ao tratamento com o LI 2-hydroxyethylamonium [2-HEA] cátion objetivando analisar o comportamento para o auxílio na extração de nanocelulose cristalina. O uso de líquidos iônicos para a dissolução de materiais lignocelulósicos e seu alto potencial para a formação de nanopartículas de celulose promovem uma alternativa ao uso de ácidos fortes (Silva et al., 2023). A tabela 4 traz o rendimento mássico obtido da hidrólise química para líquido iônico da casca do coco verde, além de um comparativo de outras extrações encontradas em literatura.

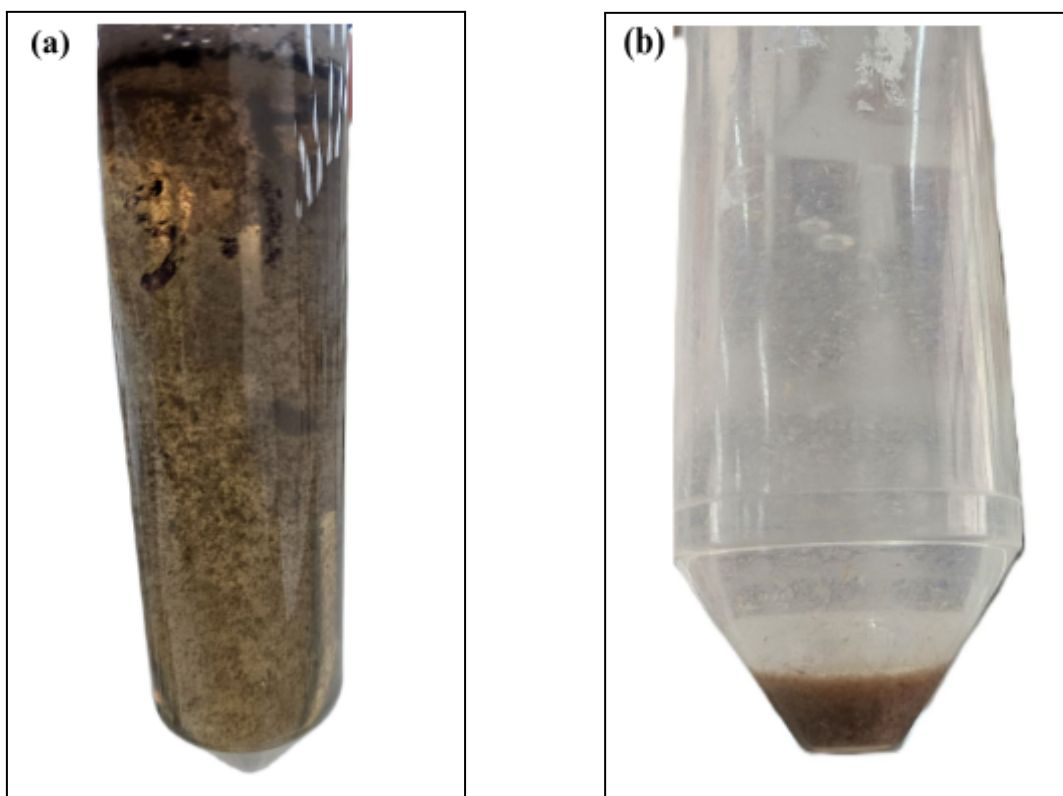
**Tabela 4** - Comparação de rendimentos mássicos para hidrólise química para líquido iônico.

Amostra	Líquido Iônico	Temperatura (°C)	Tempo (Min)	Rendimento (%)	Estudo
<i>Cocus nucifera</i> L.	[2-HEA]	80	120	89,76	Estudo atual
<i>Cocus nucifera</i> L.	[2-HEA]	100	120	89,14	Estudo atual
Glucose	[Emim][OAc]	90	60	27,00	Abdalla et al., 2022
Cellobiose	[Bmim][OAc]	90	60	33,00	Abdalla et al., 2022
Cellotriose	[Bmim][Cl]	90	60	41,00	Abdalla et al., 2022
Cellotetrose	[Emim][HSO <sub>4</sub> ]	90	60	32,00	Abdalla et al., 2022
Cellopentose	[Bmim][HSO <sub>4</sub> ]	90	60	56,00	Abdalla et al., 2022
Cellohexose	[Hmim][HSO <sub>4</sub> ]	90	60	64,00	Abdalla et al., 2022

Fonte: Autor, 2024.

Como pode se observar na tabela 4. a utilização do 2-HEA cátion para a extração de nanocelulose apresentou um rendimento mássico elevado em relação ao método tradicional de hidrólise ácida se utilizando de um ácido forte. Comparando com resultados em literatura, o tratamento com líquido iônico para a hidrólise se mostra eficaz, como demonstrado por Abdalla et al., 2022. Entretanto, apesar de um rendimento mássico com percentual alto, foi possível observar visualmente que o material não foi hidrolisado por completo, se mantendo em grande quantidade na sua forma original. A figura 14 apresenta o comportamento da suspensão proveniente da reação de hidrólise para produção dos nanocristais de celulose.

**Figura 14** - NCCs provenientes da (a) hidrólise ácida e do (b) LI acompanhado de hidrólise ácida.



Fonte: Autor, 2024.

Como é possível observar na figura 14 (a), o indicativo da presença de nanocristais de celulose torna a suspensão bem homogênea pelo tubo falcon, evidenciando a dispersão de seu material particulado. Contudo, na figura 14 (b), o material recém hidrolisado se sedimenta ao fundo do tubo, compactando-se em uma forma arenosa. Esse comportamento é característico de uma biomassa que sofreu uma reação de hidrólise incompleta, sem que houvesse a total quebra dos componentes celulósicos para uma escala nanoscópica (Silva et al., 2023).

Durante a dissolução da celulose através da ação do LI, era esperado a quebra do polímero em constituintes de menor tamanho, atingindo a escala micrométrica, entretanto, a formação de aglomerados indica um procedimento incompleto (Huang et al., 2023). Estudos de Kung et al., 2024 que analisam o comportamento de líquidos iônicos com a celulose mostram a tendência ao agrupamento catiônico de penetrar a matriz vegetal e se juntar aos grupos éster presentes na celulose, formando assim uma barreira protetora ao seu redor. Abdalla et al., 2022 estudou o comportamento da presença de ácido sulfúrico a 50 % (m/m) na produção de nanocelulose a partir do tratamento com líquido catiônico, apresentando resultados satisfatórios provenientes da concentração do ácido utilizado, permitindo uma maior força para a quebra dessa barreira protetora. A figura 15 mostra o comportamento da

suspensão de nanocristais de celulose obtidos através da hidrólise ácida com um rendimento mássico médio de 49,45% segundo o estudo de Padhi et al., 2025.

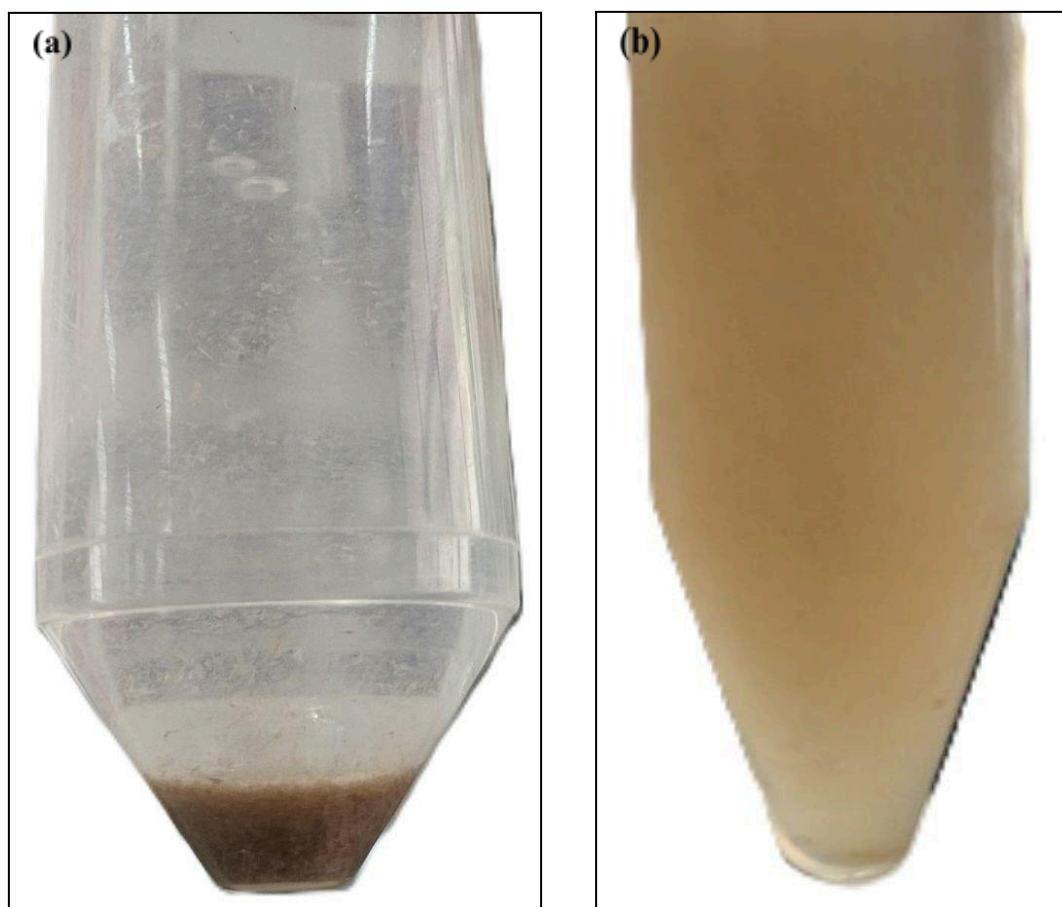
**Figura 15** - Suspensão ideal de nanocristais a partir da hidrólise com ácido sulfúrico.



Fonte: Adaptado de Padhi et al., 2025.

A amostra recém saída do processo de quebra da celulose apresenta um aspecto coloidal devido a presença dos nanocristais no meio, que possuem baixa densidade (Chu et al., 2022). A figura 16 mostra as suspensões obtidas após as reações de quebra da celulose, onde a figura 16 (a) demonstra o resultado do presente estudo com o líquido iônico e a figura 16 (b) o produto formado, seguindo a mesma metodologia, em um estudo comparativo.

**Figura 16** - Suspensão proveniente do estudo atual (a) e de um estudo comparativo (b).



Fonte: Autor, 2024.

Esses resultados indicam que, nas condições de temperatura e tempo reacional do ácido sulfúrico e do líquido iônico, somado à concentração do  $\text{H}_2\text{SO}_4$  após o tratamento com o LI, não foi possível a extração dos nanocristais de celulose.

## 6 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

### 6.1 Conclusão

A partir do estudo realizado e dos resultados obtidos, é possível concluir que a biomassa *Cocus nucifera* L. se mostrou uma biomassa promissora para a extração de nanocristais de celulose com o devido tratamento dessa matéria prima, removendo seus componentes indesejados e purificando o conteúdo de celulose em sua matriz. A caracterização química demonstrou a eficácia dos pré-tratamentos para a remoção de compostos não celulósicos, como o mais notável sendo a lignina, que confere a dureza característica do coco verde. Os tratamentos de alcalinização seguido de branqueamento promoveram a abertura da matriz vegetal para o acesso da celulose, promovendo assim uma melhor condição para a realização da hidrólise.

As análises de FTIR, MEV e TGA evidenciaram a eficácia do preparo da biomassa, expondo as reduções dos teores de compostos indesejados presentes, a morfologia da matriz vegetal exposta aos tratamentos de alcalinização e branqueamento e o comportamento térmico superior do material tratado em comparação a sua condição *in natura*.

A produção de nanocelulose a partir da hidrólise ácida convencional se mostrou eficaz para os parâmetros operacionais utilizados durante o estudo, apresentando rendimentos mássicos percentuais de 42,29%; 36,81% e 24,92% a temperaturas de 30, 45 e 60°C respectivamente. Para a condição de hidrólise ácida com tratamento pelo líquido iônico os resultados não foram satisfatórios, tendo em vista a não ocorrência da hidrólise por completo diante dos parâmetros trabalhados.

Portanto, este estudo aponta as características químicas e morfológicas da biomassa *Cocus nucifera* L. e sua capacidade de ser usada como matéria prima para a extração de cristais de nanocelulose via rota ácida dentro dos parâmetros estudados, sendo necessário mudanças nas condições operacionais para a extração via líquido iônico.

### 6.2 Trabalhos Futuros

Visto a possibilidade de continuação do estudo por meio da aprovação no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química (PPGEQ) da UFAL, serão realizadas análises de FTIR, TGA e Difração de Raio X (DRX) relacionadas aos produtos obtidos para validação qualitativa.



## REFERÊNCIAS

- ABDALLA, G. et al. Ionic liquid assisted nanocellulose production from microcrystalline cellulose: Correlation between cellulose solubility and nanocellulose yield via COSMO-RS prediction. *Journal of Molecular Liquids*, v. 368, p. 120591–120591, 17 out. 2022. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.120591>.
- AHMAD, Z.; IIS, S.; HALIM, Z.; SARIFUDDIN, N. Effect of fiber length variations on properties of coir fiber reinforced cement-albumen composite (CFRCC). *IIUM Engineering Journal*, v. 12, p. 63-76, 2011.
- AHMED, S.; KHAN, R. A.; RASHID, T. U. Cellulose nanocrystal based electrospun nanofiber for biomedical applications—A review. *Carbohydrate Polymers*, v. 348, p. 122838, jan. 2025.
- ARAÚJO, A. A. S.; MERCURI, L. P.; SEIXAS, S. R. S.; STORPIRTIS, S.; MATOS, J. R. Determinação dos teores de umidade e cinzas de amostras comerciais de guaraná utilizando métodos convencionais e análise térmica. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 42, n. 2, p. 269-277, 2006.
- BELTRAMINO, F., BLANCA RONCERO, M., VIDAL, T., VALLS, C., 2018. A novel enzymatic approach to nanocrystalline cellulose preparation. *Carbohydr. Polym.* 189, 39–47. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.015>.
- BETTAIEB, F.; KHIARI, R.; HASSAN, M.L.; BELGACEM, M.N.; BRAS, J.; DUFRESNE, A.; MHENNI, M.F. Preparation and characterization of new cellulose nanocrystals from marine biomass *Posidonia oceanica*, *Ind. Crop. Prod.* 72, 175–182, 2015c.
- BICHANG'A, D. O. et al. Comparative property investigation of raw and treated coconut shell biomass for potential polymer composite application. *Heliyon*, v. 10, n. 23, p. e40704–e40704, 26 nov. 2024.

BRAINER, MARIA SIMONE DE CASTRO PEREIRA. Produção de coco: o Nordeste é destaque nacional. Fortaleza: Banco do Nordeste do Brasil, ano 3, n. 61, dez. 2018. (Caderno Setorial Etene).

BRANDT, AGNIESZKA et al. Deconstruction of lignocellulosic biomass with ionic liquids. *Green Chemistry*, [s.l.], v. 15, n. 3, p.550-585, 2013. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/c2gc36364j>.

CHEN, D. LAWTON, D.T. THOMPSON, M.R. LIU, Q. Biocomposites reinforced with cellulose nanocrystals derived from potato peel waste, *Carbohydr. Polym.* 90 (2012) 709–716, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.06.002>.

CHEN, Y.W.; LEE, H.V.; JUAN, J.C.; PHANG, S.-M. Production of new cellulose nanomaterial from red algae marine biomass *Gelidium elegans*. *Carbohydr. Polym.* 151, 1210–1219, 2016.

CHU, G. et al. Dispersing swimming microalgae in self-assembled nanocellulose suspension: Unveiling living colloid dynamics in cholesteric liquid crystals. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 622, p. 978–985, 2022.

DOH, H.; LEE, M. H.; WHITESIDE, W. S. Physicochemical characteristics of cellulose nanocrystals isolated from seaweed biomass. *Food Hydrocolloids*, v. 102, 2020.

FERREIRA, PRISCILLA FERNANDA DE OLIVEIRA. Pré-tratamento da biomassa do coco usando líquidos iônicos próticos para produção de nanocelulose e posterior aplicação como estabilizante de emulsões. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2021.

GOUVEIA, E.R.; NASCIMENTO, R.T.; SOUTO-MAIOR, A.M. Validação de metodologia para a caracterização química de bagaço de cana-de-açúcar. *Química Nova*, v. 32, n. 6, p. 1500-1503, 2006.

GRISHKEWICH, N., MOHAMMED, N., TANG, J.T., TAM, K.C. Recent advances in the application of cellulose nanocrystals. *Curr. Opin. Colloid* 29, 32–45, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2017.01.005>.

HALDAR, D.; PURKAIT, M. K. Micro and nanocrystalline cellulose derivatives of lignocellulosic biomass: A review on synthesis, applications and advancements. *Carbohydrate Polymers*, v. 250, p. 116937, dez. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116937>.

HAMEDI, M., KARABULUT, E., MARAIS, A., HERLAND, A., NYSTROM, G., WAGBERG, L., 2013. Nanocellulose aerogels functionalized by rapid layer-by-layer assembly for high charge storage and beyond. *Angew. Chem. Int. Ed.* 52 (46), 12038–12042. <https://doi.org/10.1002/anie.201305137>.

HEMATTI, F. JAFARI, S.M. KASHANINEJAD, M. BARANI MOTLAGH, M. Synthesis and characterization of cellulose nanocrystals derived from walnut shell agricultural residues, *Int. J. Biol. Macromol.* 120 (2018) 1216–1224, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.09.012>.

HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, H. M. et al. Acetosolv treatment of fibers from waste agave leaves: Influence of process variables and microstructural study. *Industrial Crops and Products*, v. 86, p. 163–172, ago. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.03.043>.

HOJO, O.; ERNESTO, V. A. R. T.; RIBEIRO, C. A.; FISCARELLI, P.; FERTONANI, F. L. Comparação metodológica entre mufla convencional e automática para análise de umidade e cinzas em bagaço de cana. In: *Congresso da Qualidade em Metrologia*, 2008, São Paulo. Anais, São Paulo: REMESP, p. 1-6, 2008.

HUANG, H. et al. Dissolution behavior of ionic liquids for different ratios of lignin and cellulose in the preparation of nanocellulose/lignin blends. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 657, p. 767–777, 5 dez. 2023.

JI, Q., ZHOU, C., LI, Z., BOATENG, I. D., & LIU, X. (2023). Is nanocellulose a good substitute for non-renewable raw materials? A comprehensive review of the state of the art, preparations, and industrial applications. *Industrial Crops and Products*, 202.

JIANG, F. HSIEH, Y.L. Cellulose nanocrystal isolation from tomato peels and assembled nanofibers, *Carbohydr. Polym.* 122 (2015) 60–68, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.12.064>.

JOHAR, N.; AHMAD, I.; DUFRESNE, A. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, v. 37, n. 1, p. 93-99, 2012.

KLEMM, D.; CRANSTON, E. D.; FISCHER, D.; GAMA, M.; KEDZIOR, S. A.; KRALISH, D.; KRAMER, F.; KONDO, T.; LINDSTRÖM, T.; NIETZSCHE, S.; PETZOLD-WELCKE, K.; RAUCHFUB, F. Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state. *Materials Today*, v. 21, p. 720-748, 2018.

KUNG, D. C. N. et al. Enhancing barrier properties of cellulose propionate films through the integration of ionic liquid: A study on water pressure resistance. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 282, p. 136680, dez. 2024.

LAMAMING, J. HASHIM, R. SULAIMAN, O. LEH, C.P. SUGIMOTO, T. NORDIN, N.A. Cellulose nanocrystals isolated from oil palm trunk, *Carbohydr. Polym.* 127 (2015) 202–208, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.03.043>.

LU, H., GUI, Y., ZHENG, L., LIU, X., 2013. Morphological, crystalline, thermal and physicochemical properties of cellulose nanocrystals obtained from sweet potato residue. *Food Res. Int.* 50 (1), 121–128. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.10.013>.

MA, H., BURGER, C., HSIAO, B.S., CHU, B., 2014. Fabrication and characterization of cellulose nanofiber based thin-film nanofibrous composite membranes. *J. Memb. Sci.* 454, 272–282. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2013.11.055>.

MALUCELLI, L.C., LACERDA, L.G., DZIEDZIC, M., CARVALHO, M.A.D., 2017. Preparation, properties and future perspectives of nanocrystals from agro-industrial residues: a review of recent research. *Rev. Environ. Sci. Bio.* 16 (1), 131–145. <https://doi.org/10.1007/s11157-017-9423-4>.

MIHHELS, K.; YOUSEFI, N.; BLOMSTER, J.; SOLADA, I.; SOLHI, L.; KONTTURI, E. Assessment of the alga *Cladophora glomerata* as a source for cellulose nanocrystals. *Biomacromolecules*, v. 24, p. 4672-4679, 2023.

MILLEDDGE, J.J.; NIELSEN, B.V.; BAILEY, D. High-value products from macroalgae: the potential uses of the invasive brown seaweed, *Sargassum muticum*. *Rew. Environ. Sci. Biotechnol.*, v. 15, n. 1, p. 67-88, 2015.

MIRANDA, C. M., NETA, R., FERREIRA, J. V., JÚNIOR, L. F. R., W. A. G., NASCIMENTO, C. S., GOMES, E. D. B., LIMA, Á. S. Pineapple crown delignification using low-cost ionic liquid based on ethanolamine and organic acids. *Carbohydrate polymers*, 206, 302-308, 2019.

MOON, R. J.; MARTINI, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, v. 40, n. 7, p. 3941-3994, 2011.

MOHAMED, M.A., SALLEH, W.N.W., JAAFAR, J., ASRI, S.E.A.M., ISMAIL, A.F., 2015. Physicochemical properties of “green” nanocrystalline cellulose isolated from recycled newspaper. *RSC Adv.* 5 (38), 29842–29849. <https://doi.org/10.1039/c4ra17020b>.

MONDAL, S. Preparation, properties and applications of nanocellulosic materials. *Carbohydrate Polymers*, v. 63, p. 301–316, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.12.050>.

MORAIS, J. P. S., ROSA, M. F. & MARCONCINI, J. M. Procedimentos para análise lignocelulósica - Campina Grande: Embrapa Algodão, 2010.

NECHYPORCHUK, O., BELGACEM, M.N., BRAS, J., 2016. Production of cellulose nanofibrils: a review of recent advances. *Ind. Crop. Prod.* 93, 2–25. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.02.016>.

OGUNJOBI, J. K.; ADEWALE, A. I.; ADEYEMI, S. A. Cellulose nanocrystals from Siam weed: Synthesis and physicochemical characterization. *Heliyon*, v. 9, 2023.

OLIVEIRA, F. B. DE; BRAS, J.; PIMENTA, M. T. B.; CURVELO, A. A. DA S.; BELGACEM, M. N. Production of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse fibers and pith. *Industrial Crops and Products*, 93, 48–57, 2016.

OU, Z. ZHOU, Q. RAO, X. YANG, H. HUO, C. DU, X. Cellulose isolated from waste rubber wood and its application in PLA based composite films, *Front. Bioeng. Biotechnol.* 9 (2021), 666399, <https://doi.org/10.3389/fbioe.2021.666399>.

OUN, A.A. RHIM, J.W. Isolation of cellulose nanocrystals from grain straws and their use for the preparation of carboxymethyl cellulose-based nanocomposite films, *Carbohydr. Polym.* 150 (2016) 187–200, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.020>.

PADHI, S. et al. Isolation and characterization of nanocellulose from jackfruit peel: A comparative analysis of organic and inorganic acid hydrolysis on structural, thermal, and rheological properties. *Biomass and Bioenergy*, v. 196, p. 107716–107716, 20 fev. 2025.

PHANTHONG, P.; REUBROYCHAROEN, P.; HAO, X.; XU, G. et al. Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion*, 1, n. 1, p. 32-43, 2018.

Produção Agropecuária de 2023 | IBGE. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/explica/producao-agropecuaria/coco-da-baia/br>. Acesso em: 26/12/2024.

RAHMAN, M.; HOSSAIN; I.; HASSAN, M.; GHOS, B. C.; RAHMAN, S; GAFUR, A.; ALAM, A.; ZUHANEE, K. A. Cellulose nanocrystal (CNC) from okra plant (*Abelmoschus esculentus* L.) stalks as a reinforcement in bionanocomposite fabrication: Extraction,

processing, and characterization study. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, v. 8, 2024.

ROSA, M. F., MEDEIROS, E. S., MALMONGE, J. A., GREGORSKI, K. S., WOOD, D. F., MATTOSO, L. H. C., et al. (2010). Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers*, 81(1), 83–92.

SAHA, K.; MASHEWARI, U.; SIKDER, J.; CHAKRABORTY, S.; DA SILVA, S.S.; DOS SANTOS, J.C. Membranes as a Tool to Support Biorefineries: Applications in Enzymatic Hydrolysis, Fermentation and Dehydration for Bioethanol Production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 74, p. 873–890, 2017.

SALIMI, S., SOTUDEH-GHAREBAGH, R., ZARGHAMI, R., CHAN, S.Y., YUEN, K.H., 2019. Production of nanocellulose and its applications in drug delivery: a critical review. *ACS Sustain. Chem. Eng.* 7, 15800–15827. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b02744>.

SAMIR, A. S. A.; ALLOIN, F.; DUFRESNE, A. Review of recent research into cellulosic whiskers, their properties and their application in nanocomposite field. *Biomacromolecules*, v. 6, p. 612-626, 2005.

SHAN, Z. et al. An ionic liquid crystal functionalized nanocellulose lubricant additives. *Carbohydrate Polymers*, v. 347, p. 122744–122744, 17 set. 2024.

SILVA et al. Impact of ionic liquid's cation alkyl chain length and reaction time on cellulose nanocrystals preparation. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, v. 6, p. 100390–100390, 7 nov. 2023.

SINGH, P.; KAUR, G.; SINGH, A.; DAR B.N. Effect of montmorillonite and starch nanocrystals based biodegradable films loaded with lemongrass oil nanoemulsion on quality, enzymatic activity and shelf life of strawberry. *Food Chemistry Advances*, Volume 3, 2023.

SO, B.R.; YEO, H.J.; LEE, J.J.; JUNG, Y.H.; JUNG, S.K.; Cellulose nanocrystal preparation from *Gelidium amansii* and analysis of its anti-inflammatory effect on the skin in vitro and in vivo. *Carbohydrate Polymers*, v. 254, 2021.

TIBOLLA, H., PELISSARI, F.M., MARTINS, J.T., VICENTE, A.A., MENEGALLI, F.C., 2018. Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and mechanical treatments: Characterization and cytotoxicity assessment. *Food Hydrocoll.* 75, 192–201. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.08.027>.

USMANI, M.a. et al. Biomass-based composites from different sources. *Lignocellulosic Fibre And Biomass-based Composite Materials*, [s.l.], p.45-76, 2017. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-100959-8.00004-4>.

WANG, Q.; ZHAO, X.; ZHU, J. Y. Kinetics of Strong Acid Hydrolysis of a Bleached Kraft Pulp for Producing Cellulose Nanocrystals (CNCs). *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 53, n. 27, p. 11007–11014, 25 jun. 2014. <https://doi.org/10.1021/ie501672m>.

XING, H. et al. Application of ionic liquids in CO<sub>2</sub> capture and conversion: A review. *Separation and Purification Technology*, p. 130981–130981, 1 dez. 2024.

YAO, J. HUANG, H. MAO, L. LI, Z.H. ZHU, H. LIU, Y. Structural and optical properties of cellulose nanocrystals isolated from the fruit shell of *Camellia oleifera* Abel, *Fibers Polym.* 18 (2017) 2118–2124, <https://doi.org/10.1007/s12221-017-7489-9>.

YANG, T. et al. Preparation of nanocellulose crystal from bleached pulp with an engineering cellulase and co-production of ethanol. *Carbohydrate Polymers*, v. 301, p. 120291–120291, 2 nov. 2022.

YANG, X. et al. Improving damping properties of cement mortar using oxidized and methyl methacrylate-grafted coconut fibers. *Construction and Building Materials*, v. 461, p. 139957–139957, 1 jan. 2025.



ZANCHETTA, E. et al. Algal cellulose, production and potential use in plastics: Challenges and opportunities. *Algal Research*, v. 56, p. 102288, jun. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2021.102288>.

ZHU, J. Y.; SABO, R.; LUO, X. Integrated production of nano-fibrillated cellulose and cellulosic biofuel (ethanol) by enzymatic fractionation of wood fibers. *Green Chemistry*, 13, n. 5, p. 1339-1344, 2011.

ZHU, S.; SUN, H.; UM, T.; LI, Q.; RICHEL, A. Preparation of cellulose nanocrystals from purple sweet potato peels by ultrasound-assisted maleic acid hydrolysis. *Food Chemistry*, v. 403, 2023.