



DESLIGNIFICAÇÃO OXI-ORGANOSOLV DO SABUGO DE MILHO PARA OBTENÇÃO DE BIOPOLÍMEROS

Tomé, A. G.⁽¹⁾; Silva, L. R.⁽²⁾; Resende, M. M.⁽¹⁾; Amaral, F. A.^{(3)*}

(1) Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia

(2) Instituto de Ciências Agrárias, Universidade Federal de Uberlândia

(3) Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia

[*fabioamaral@ufu.br](mailto:fabioamaral@ufu.br)

RESUMO

Os polímeros, no geral, advêm do petróleo e a biorrefinaria de resíduos agrícolas surge como aliada para a transição dessa matriz. A pesquisa objetivou propor novo método de deslignificação pelo uso de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) e etanol alcalino (EtOH) por meio do planejamento composto central para obtenção de biopolímeros. Para análise do teor de lignina, ácidos e açúcares foi utilizado método NREL/TP-510-42618, os materiais foram caracterizados por FTIR. Por meio da análise estatística foi estabelecido a condição reacional, solução alcoólica básica 10% de NaOH, relação volumétrica de 1:1 (EtOH/H₂O₂) com eficiência de deslignificação de 91,49 ± 0,43%. O FT-IR dos biopolímeros apresentou comportamento característico, no entanto, foi possível identificar a geração de carbonila na celulose e hemiceluloses devido à quebra de grupos fenólicos. As maiores vantagens de aplicação deste método são: curto tempo de reação (30 min) em sistema aberto e uso de reagentes menos tóxicos que os convencionais.

Palavras-chave: Biopolímeros, Pré-tratamento, Celulose, Hemicelulose, Lignina.

1. INTRODUÇÃO

Os resíduos agroindustriais, são em sua maioria biomassa lignocelulósica, majoritariamente constituída por estruturas entrelaçadas de celulose, hemiceluloses e lignina, frações poliméricas que por meio da biorrefinaria podem ser transformadas em produtos com valor agregado. Entretanto, a conversão de lignocelulósicos em biomateriais não ocorre diretamente, assim, tecnologias de pré-tratamento são aplicadas para fracionar a biomassa lignocelulósica para agregação de valor e obtenção de materiais como, biocombustíveis, poliésteres, bio-óleo, bioplásticos, tecidos, papel, espessantes, adoçantes (xilitol), entre outros. Atualmente na agroindústria, estes resíduos são utilizados em caldeiras como geradores de energia (Yuan *et al.*, 2021, Hernández-Guzmán *et al.*, 2016, Rawindran *et al.*, 2024).

Existem na literatura diversos métodos de pré-tratamento os quais envolvem princípios químicos, físicos e/ou biológicos. Segundo Ek, Gellerstedt e Henriksson (2009) a polpa celulósica pode ser convertida em diversos produtos, o objetivo do pré-tratamento deve variar em relação à destinação de seus constituintes, mesmo assim, de maneira geral visa quebrar a ligação da lignina para acesso à celulose e hemiceluloses.

A associação entre o método oxidativo e organossolve para deslignificação da biomassa é recente na literatura e seus mecanismos de atuação não são completamente conhecidos. Wu *et al.*, 2024 investigaram a oxidação em fase organossolve do sabugo de milho à pressão e temperatura ambiente, utilizando etanol com teores de Fe^{2+} ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) e diferentes concentrações de H_2O_2 a 90 rpm por 24 h. De acordo com os autores a associação poderia efetivamente liberar H^+ e OH^- que induzem a quebra das ligações químicas entre lignina e polpa celulósica.

Nesse contexto, o objetivo desta pesquisa foi o estabelecimento de um novo método de deslignificação a partir do uso sinérgico entre etanol (70%), hidróxido de sódio (NaOH), e peróxido de hidrogênio (H_2O_2) denominado como *OxiOrganosolv*, em sistema aberto, visando o desenvolvimento de uma metodologia rápida e com menos gasto de reagentes. Assim, alinhado com o princípio da química verde (reagentes químicos menos tóxicos e agressivos), oferecendo menor impacto ambiental alinhado com as ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura) e ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis).

2. MATERIAL E MÉTODOS DA ETAPA DE DESLIGNIFICAÇÃO OXIORGANOSOLV

2.1. Método de deslignificação do sabugo de milho pelo método *OxiOrganosolv*

O sabugo de milho foi inicialmente seco e triturado em moinho de facas conforme instrução NREL/TP 510-42620 (Hames *et al.*, 2008) a fim de obter material sem umidade e granulometria menor que 1 mm. Em seguida, a solução alcoólica básica foi preparada, sendo o mesmo recipiente (bécher) de preparo da solução utilizado para procedimento de deslignificação. Após completa dissolução do NaOH em álcool etílico, o sabugo de milho triturado foi adicionado ao mesmo tempo que o peróxido de hidrogênio e cronometrado 30 min. Ademais, ao decorrer da reação o sistema foi submetido a agitação branda, foi monitorado a temperatura. Ao final, a biomassa deslignificada (polpa celulósica) foi lavada com 500 mL de água destilada em filtro de *nylon*.

2.2. Planejamento estatístico 2^k e planejamento composto central

A avaliação preliminar estatística do método de deslignificação *OxiOrganosolv* a fim de identificar as variáveis significativas e suas interações foi realizada por planejamento fatorial 2^k , sendo, k igual a 3, correspondente a **concentração de NaOH da solução alcoólica básica (%)**, **volume de álcool etílico (EtOH- mL)** e **volume de peróxido de hidrogênio (H_2O_2 50% - mL)**, para 10 g de sabugo de milho com granulometria menor que 1mm. Após análise preliminar 2^k foi realizado um planejamento composto central (PCC) com quatro repetições no ponto central, considerando as variáveis volume de solução alcoólica básica (EtOH) e volume de H_2O_2 , a concentração de NaOH foi fixado em 10%. A variável resposta para análise estatística foi a eficiência de deslignificação.

2.3. Caracterização da biomassa e polpa celulósica obtida com os ensaios de deslignificação *OxiOrganosolv*

Para análise do teor de lignina insolúvel em ácido foi utilizado o método NREL/TP-510-42618/2012. Já para lignina solúvel em ácido foi utilizado método

conforme Goldschimid (1971). O teor de lignina Klason foi determinado por meio da Equação 1.

$$T \text{ lig. insol.} = \frac{MfL - Mf}{Ma} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Sendo:

$T \text{ lig. insol.}$ = Teor de lignina insolúvel Klason, %;

MfL = Massa do funil final (funil + lignina precipitada), g;

Mf = Massa do funil inicial, g;

Ma = Massa da amostra, g;

Para determinação do teor de lignina solúvel a alíquota do filtrado foi avaliada por espectroscopia na região UV-VIS de 215 nm e 280 nm conforme proposto por Goldschimid (1971) por meio da Equação 2.

$$T \text{ Lig. sol} = \frac{((4.53 \times A_{215}) - A_{280})}{300} \quad \text{Equação 2}$$

Sendo:

$T \text{ Lig. sol}$ = teor de lignina solúvel em meio ácido (g L^{-1});

A_{215} = valor da absorbância em 215 nm;

A_{280} = valor da absorbância em 280 nm;

Para cálculo do teor de lignina total ($T \text{ lig. total}$) foi utilizado a Equação 3, correspondendo ao somatório dos teores de lignina insolúvel e solúvel em ácido.

$$T \text{ lig. total} = T \text{ lig. insol.} + T \text{ Lig. sol} \quad \text{Equação 3}$$

A porcentagem de celulose e hemiceluloses no sabugo de milho e polpas deslignificada foram determinados conforme NREL/TP-510-42618/2012 por meio dos teores de ácidos e açúcares quantificados por cromatografia líquida de alto desempenho. Foi utilizado um cromatógrafo Shimadzu modelo LC-20A Pronience, equipado com coluna SUPELCOGEL C-610 (Cat# 59320-U) para ácido acético e açúcares (celobiose, glicose, xilose e arabinose), a fase móvel utilizada foi uma solução de ácido sulfúrico 5 mmol L^{-1} para C-610, vazão $0,5 \text{ mL min}^{-1}$, temperatura do forno $32 \text{ }^\circ\text{C}$ e volume de injeção $20 \text{ } \mu\text{L}$. Para furfural e hidroximetilfurfural foi utilizado coluna DISCOVERY® HS C-18 (Cat# 568523-U) fase móvel utilizada $0,01\% \text{ H}_2\text{SO}_4/\text{CH}_3\text{OH}$ (85/15) vazão $1,0 \text{ mL min}^{-1}$, temperatura $30 \text{ }^\circ\text{C}$ e volume de injeção $20 \text{ } \mu\text{L}$.

2.4. Obtenção das frações de celulose, hemiceluloses e lignina

Após etapa de deslignificação o produto resultante, polpa celulósica, foi fragmentado para obtenção dos polímeros hemiceluloses e celuloses conforme procedimento adaptado descrito em T 203 cm-99, 5 g de biomassa foi imergida em 75 mL de NaOH (17,5%) e macerada em almofariz por 10 min, em seguida o conjunto foi levado ao filtro de *nylon* para separação da fração sólida e líquida, à fração líquida foi adicionado 1 L de álcool etílico (98%) para precipitação das hemiceluloses, as quais, após 24 h, foram filtradas em um filtro de *nylon* e seca em estufa a 50 °C por 12 h. Já a fração sólida correspondente a celulose, foi neutralizada com uso de HCl 2,5 mol L⁻¹, lavada com água destilada e seca em estufa a 50 °C por 12 h. A lignina foi obtida por meio da precipitação ácida com uso de HCl 5 mol L⁻¹ a partir do licor obtido no pré-tratamento e centrifugada a 500 rpm por 30 min, em seguida foi lavada com água destilada até neutralização e seca em estufa a 50 °C por 12 h.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO DA DESLIGNIFICAÇÃO DO SABUGO DE MILHO PELO MÉTODO OXIORGANOSOLV

3.1. Caracterização do sabugo de milho

O sabugo de milho foi caracterizado a fim de obter os teores de lignina solúvel, insolúvel e total, celulose e hemiceluloses. Deste modo, os teores de lignina solúvel correspondem a 3,37%, lignina insolúvel 12,09% e lignina total 15,46%, celulose 44,14% e hemiceluloses 38,89%. Quanto a hemicelulose, foi constatado predominância de xilose (0,64 g L⁻¹) e arabinose (0,084 g L⁻¹).

3.2. Deslignificação etapa preliminar para análise dos efeitos das variáveis

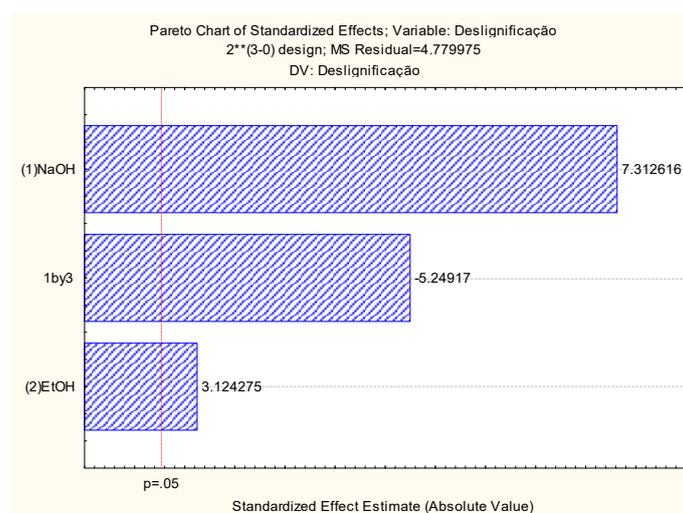
O planejamento fatorial em dois níveis (2^k) foi utilizado como etapa preliminar a fim de avaliar os efeitos das variáveis: NaOH (5% e 10%), etanol 70% (50 e 100 mL) e peróxido de Hidrogênio (50 e 100 mL). Na Tabela 1 está apresentado os resultados obtidos após a realização da deslignificação *OxiOrganosolv* e obtenção da polpa celulósica, a qual foi caracterizada para quantificação do teor de lignina remanescente e percentuais de celulose (CE) e hemiceluloses (HM). A análise estatística para eficiência de deslignificação foi teve nível de confiança de 95%, com R igual a 0,9780,

a Figura 1 apresenta o gráfico de Pareto apresentando o efeito das variáveis na deslignificação.

Tabela 1: Resultados obtidos nos ensaios de deslignificação 2³.

NaOH	EtOH	H ₂ O ₂	Lignina	Relação	Deslignificação	CE	HM	Balanco
%	(mL)	(mL)	%	Et/Per	%	%	%	Total
5	50	50	6,66	1	69,29	50,97	43,25	100,88
10	50	50	1,84	1	91,49	56,49	43,835	102,17
5	100	50	5,48	2	74,73	49,61	40,95	96,04
10	100	50	1,87	2	91,37	59,49	37,36	98,73
5	50	100	4,99	0,5	76,97	55,03	40,04	100,07
10	50	100	4,53	0,5	78,83	50,72	42,01	97,25
5	100	100	3,76	1	82,64	55,40	40,62	99,79
10	100	100	2,79	1	87,16	52,50	40,17	95,46

Figura 1: Gráfico de Pareto na etapa preliminar de deslignificação.



Observa-se por meio da Figura 1 que as variáveis NaOH, volume de solução alcoólica básica e a interação entre NaOH (1) e Peróxido de Hidrogênio (3) tiveram efeitos significativos na eficiência de deslignificação. Ademais, observa-se com os dados apresentados na Tabela 1 que as eficiências de deslignificações foram menores para NaOH 5% quando comparado a 10% utilizando os mesmos volumes de EtOH e H₂O₂. Ademais, a menor concentração de hemiceluloses ocorreu para condições de maiores volume de EtOH, possivelmente porque o método organossolve possui boa solubilidade seletiva da lignina solubilizando-a muitas vezes juntamente

com as hemiceluloses na fase líquida e resulta em uma fração sólida de celulose (Lin *et al.*, 2023).

Deste modo, a partir da análise estatística foi fixado a concentração de NaOH em 10% para o preparo da solução alcoólica básica (EtOH), com isto, deu prosseguimento para etapa de planejamento composto central considerando apenas os volumes de etanol e peróxido de hidrogênio.

3.3. Planejamento Composto Central (PCC) para deslignificação do sabugo de milho

Na Tabela 2 está apresentado os resultados obtidos após a realização da deslignificação *OxiOrganosolv* conforme delineamento experimental por PCC para obtenção da polpa celulósica.

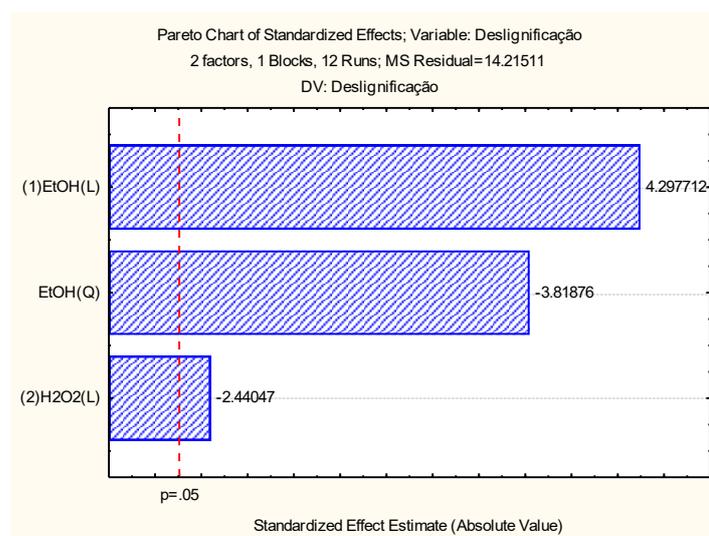
Tabela 2: Resultados obtidos de deslignificação *OxiOrganosolv* do sabugo de milho para o PCC.

Pontos	EtOH (mL)	H ₂ O ₂ (mL)	Lignina total %	Relação Et/Per	Desligni- ficação %	CE %	HM %	Balanço de massa
1	50,00	50,00	1,84	1,00	91,49	56,49	43,83	102,17
2	50,00	100,00	4,53	0,50	78,83	50,72	42,01	97,25
3	150,00	50,00	2,13	3,00	90,18	36,96	27,20	66,29
4	150,00	100,00	1,87	1,50	91,36	50,68	37,11	89,67
5	29,29	75,00	7,24	0,39	66,64	51,49	38,67	97,39
6	170,71	75,00	2,17	2,28	89,97	51,59	36,22	89,99
7	100,00	39,64	2,21	2,52	89,82	47,70	37,70	87,61
8	100,00	110,35	1,99	0,91	90,82	57,21	36,07	95,27
9	100,00	75,00	2,03	1,33	90,66	46,89	36,64	85,56
10	100,00	75,00	2,06	1,33	90,50	47,69	37,13	86,88
11	100,00	75,00	1,99	1,33	90,80	47,95	36,98	86,92
12	100,00	75,00	1,98	1,33	90,86	48,31	37,37	87,66

Nesse contexto, observa-se que para o PCC em que foi fixado a concentração de NaOH em 10% para preparo da solução alcoólica básica foi obtido eficiências de deslignificação superiores a 89% praticamente em todos os ensaios, exceto para os pontos experimentais 2 e 5 em que foi obtido eficiências de 78,83% e 66,64%.

Por meio dos resultados obtidos de eficiência de deslignificação do sabugo de milho foi realizado o teste estatístico ANOVA para análise de variância e análise dos efeitos, a Figura 2 apresenta o gráfico de Pareto. Foi observado que o EtOH e H₂O₂ em suas relações lineares, e o EtOH e sua relação quadrática apresentaram efeitos significativos na variável resposta (eficiência de deslignificação) para um nível de confiança de 95%, com R = 0,8298.

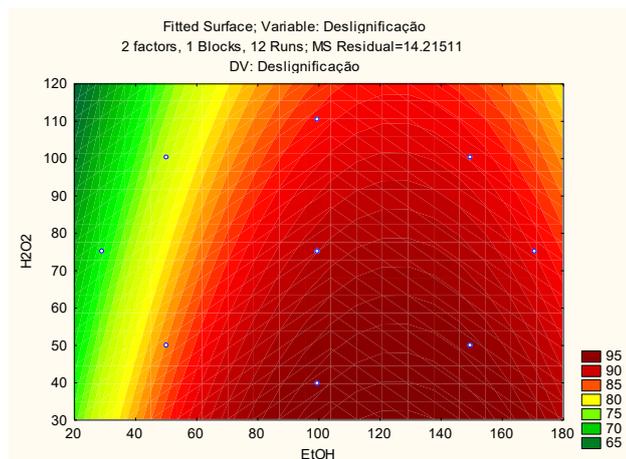
Figura 2: Gráfico de Pareto para etapa de PCC visando a deslignificação.



Embora a atuação das variáveis careça de mais discussão, o etanol teve um papel importante como inibidor da velocidade e temperatura da reação, altamente exotérmica, papel este fundamental para o controle da temperatura e pressão em um sistema aberto, ademais, por meio do gráfico de Pareto é possível observar que muito ou pouco volume de solução alcoólica básica reduz a eficiência de deslignificação, já para o H₂O₂ com o aumento de seu volume foi obtido menores eficiência de deslignificação.

Foi utilizado a metodologia de superfície de resposta para a deslignificação do sabugo de milho visando a otimização do método, de modo a obter as condições de deseabilidade, otimizadas para os parâmetros observados, condição de maior deslignificação. Na Figura 3 está o gráfico de superfície de resposta para deslignificação considerando o volume de EtOH e H₂O₂.

Figura 3: Gráfico de superfície para PCC deslignificação do sabugo de milho.



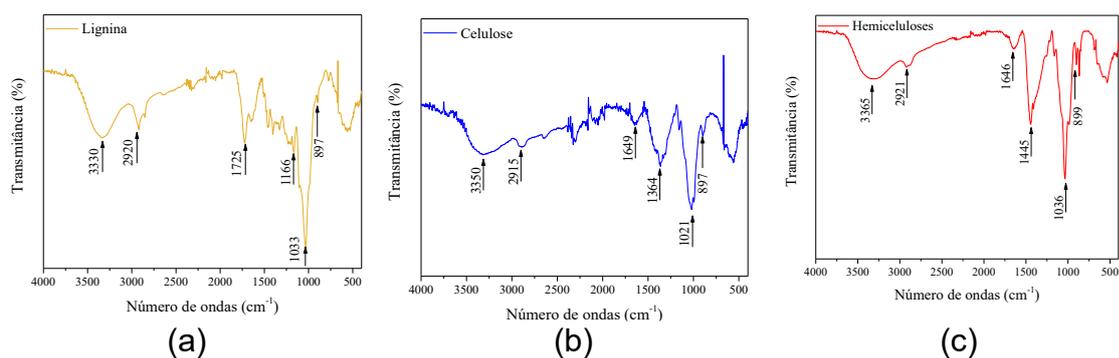
A partir disso foi determinado as condições de desejabilidade sendo volume de EtOH 135,36 mL e H₂O₂ de 57,32 mL, que resultariam no máximo de eficiência de deslignificação segundo modelagem estatística. No entanto, ao avaliar os resultados obtidos, obteve-se eficiências de deslignificação bem próximas, superiores a 89%, exceto para as condições experimentais dos pontos 2 e 5, estes pontos indicaram a existência de um limiar para relação volumétrica entre EtOH e H₂O₂.

Portanto, o teste Scott-Knott foi realizado a fim de identificar se havia diferença significativa estatisticamente ou não entre as médias obtidas pelos ensaios de deslignificação, com nível de confiança de 95%, deste modo, obteve-se que os ensaios realizados, exceto nos pontos amostrais 2 e 5 apresentaram eficiência de deslignificação estatisticamente iguais, com variação de $89,03 \pm 0,45$ % a $91,50 \pm 0,43$ % de eficiência. Com isto, foi fixado a relação volumétrica EtOH/H₂O₂ igual 1:1 (50:50 mL) em que obteve 91,5% de deslignificação (melhor desempenho numérico e menor consumo de reagentes) e investigado volumes menores, mantendo a relação 1:1.

3.4. Caracterização espectroscópica das frações poliméricas obtidas por FT-IR

Na Figura 4 está apresentados os gráficos obtidos por meio das análises de FT-IR da lignina (a), celulose (b) e hemiceluloses (c), respectivamente, após extração da condição otimizada (50 mL solução alcoólica básica 10% NaOH, 50 mL H₂O₂ em 10 g de SM) com as principais bandas atribuídas. Desta forma, o estiramento de grupos hidroxila (OH) e estiramento C-H são bandas bem definidas nos gráficos de FT-IR dos biopolímeros, pois estão presentes em macromoléculas de biomassa lignocelulósica (celulose, lignina e hemicelulose) (Pacheco *et al.*, 2022).

Figura 4: FTIR das frações polímeros (a) lignina, (b) celulose e (c) hemiceluloses



Pode ser observado em todos os espectros uma banda intensa na região (1033 cm^{-1} a 1021 cm^{-1}) que representa o estiramento de éter com álcoois primários (C-OH), e uma banda na região de 893 cm^{-1} , menos intensa, mas evidente, que caracteriza uma deformação C-O, denominada de ligação β -glicosídica (Yu *et al.*, 2020). Ademais, observa-se a presença de bandas de estiramentos do grupo éter (C-O-C), ligações entre carbonos e deformações angulares de álcoois primários (Pacheco *et al.*, 2022).

O espectro da lignina apresenta um perfil típico, mantendo as intensidades das bandas características da lignina, localizadas em aproximadamente 1725 cm^{-1} atribuída aos estiramentos C=O de ácidos ou ésteres não conjugados com anéis aromáticos, 1725 cm^{-1} e 897 cm^{-1} atribuída ao estiramento C-O de anéis guaiacilas (Ribeiro, 2013). No espectro da celulose e hemiceluloses há uma banda vibracional destacada com pico bem pronunciado, 1364 cm^{-1} (celulose) e 1445 cm^{-1} (hemiceluloses) relacionado a carbonila. Fengel e Wegener (1989) apresentaram que nos processos de oxidação, utilizando oxigênio ou peróxido de hidrogênio, os grupos fenólicos, especialmente os aromáticos, são transformados em aldeídos e carbonilas, incluindo a conversão em quinonas e a destruição do anel aromático em grupos carboxílicos em condições mais severas.

4. CONCLUSÃO

A deslignificação do sabugo de milho foi investigada para valoração do resíduo agroindustrial pelo estabelecimento das condições estatisticamente otimizadas do processo *OxiOrganosolv* com solução alcoólica básica (EtOH) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2). Os resultados de deslignificação propiciaram um processo que em 30 minutos obtém uma eficiência de deslignificação correspondente a $91,5 \pm 0,4\%$,

com uso insumos menos tóxicos representando uma alternativa sustentável para obtenção das frações poliméricas lignina, celulose e hemiceluloses.

AGRADECIMENTOS

A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo auxílio de participação coletiva em eventos pelo Edital 13/2023 processo (PCE-00336- 24) e bolsas concedidas. A Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

REFERÊNCIAS

EK, GELERSTEDT E HENRIKSSON. Pulp and paper chemistry and technology. Vol. 2, 2009

FENGEL, D.; WEGENER, G. Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions; de Gruyter: Berlin, 1989.

GOLDSCHMID, O. Ultraviolet spectra. In: SARKANEN, K. V.; LUDWIG, C. H. (Eds.) Lignins: Occurrence, formation, structure and reactions. New York: Wiley Interscience, p. 241-266, 1971.

HAMES, B.; RUIZ, R.; SCARLATA, C.; SLUITER, A.; SLUITER, J.; TEMPLETON, d. Preparation of Samples for Compositional Analysis: Laboratory Analytical Procedure (LAP); Issue Date 08/08/2008. Technical Report, 2008.

HERNÁNDEZ-GUZMÁN, A.; NAVARRO-GUTIÉRREZ, I. M.; MELÉNDEZHERNÁNDEZ, P. A.; HERNÁNDEZ-BELTRÁN, J. U.; HERNÁNDEZ-ESCOTO, H. Enhancement of alkaline-oxidative delignification of wheat straw by semi-batch operation in a stirred tank reactor. *Bioresource Technology*, v. 312, 123589, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.123589>

LIN, Z.; YING, W.; WEN, P.; LIAN, Z.; ZHANG, J. Effect of peracetic acid generation in hydrogen peroxide-acetic acid pretreatment on production of xylooligosaccharides from poplar by organic acid hydrolysis. *Bioresource Technology*, v. 376, 128848, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2023.128848>

PACHECO, I. S.; ALVES, A. G. T.; SANTANA, L. C.; RIBEIRO, E. A. M.; CANOBRE, S. C.; AMARAL, F. A. Performance of cationic hemicelluloses arising from peanut shell residue from agroindustry in application as primary coagulant in physical-chemical treatment of dairy wastewater. *Journal of Water Process Engineering*, v. 47, p. 102661, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102661>

RAWINDRAN, H.; KHOO, K. S.; RAKSASAT, R.; LIEW, C. S.; LEONG, W. H.; DEVENDRAN, M.; RAVINDRAN, B.; TONG, W-Y.; SIN, J. C.; LAM, S. M.; NAUSHAD, M.; LIM, J. W. Bio-refinery of palm kernel expeller waste into attached microalgal

biodiesel, the life cycle analysis of waste biomass-to-energy. *Process Safety and Environmental Protection*, v. 189, p. 134-145, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.06.075>

TAPPI. T 203 cm-99. Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. 2009, 7 p.

WU, K.; ZHA, Z.; YANG, K.; WU, H.; CHU, C.; LI, M.; LUO, B.; WANG, S.; ZHANG, H. Thermal behavior and production distributions of organosolv-phase oxidization pretreatment of biomass coupled with fast pyrolysis. *Energy*, v. 291, 130359, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2024.130359>

YU, H.; WANG, J.; YU, J-X.; WANG, Y.; CHI, R-A. Adsorption performance and stability of the modified straws and their extracts of cellulose, lignin, and hemicelluloses for Pb²⁺: pH effect. *Arabian Journal of Chemistry*, v. 13, n. 12, p. 9019-9033, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.10.024>

YUAN, Z.; KLINGER, G. E.; NIKAFSHAR, S.; CUI, Y.; FANG, Z.; ALHERECH, M.; GOES, S.; ANSON, C.; SINGH, S. K.; BALS, B.; HODGE, D. B.; NEJAD, M.; STAHL, S. S.; HEGG, E. L. Effective Biomass Fractionation through Oxygen-Enhanced AlkalineOxidative Pretreatment. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, v. 9, p. 1118-1127, 2021. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c06170>

ABSTRACT

Polymers, in general, come from petroleum and biorefinery of agricultural waste and appear as allies for the transition of this matrix. The research aimed to propose a new delignification method using hydrogen peroxide (H₂O₂) and alkaline ethanol (EtOH) through central composite design to obtain biopolymers. The NREL/TP-510-42618 method was used to analyze the lignin, acid and sugar content, and the materials were characterized by FTIR. Through statistical analysis, the reaction condition was established, basic 10% NaOH solution, volumetric ratio of 1:1 (EtOH/H₂O₂) with delignification efficiency of 91.49 ± 0.43%. The FT-IR of the biopolymers showed characteristic behavior; however, it was possible to identify the generation of carbonyl in cellulose and hemicelluloses due to the breakdown of phenolic groups. The advantages of applying this method are: longer occurrence time (30 min) in an open system and use of less toxic reagents than occasional ones.

Keywords: Biopolymers, Pretreatment, Cellulose, Hemicellulose, Lignin.