

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
ESCOLA DE QUÍMICA

Lucas de Oliveira Marques da Conceição



ANÁLISE E COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO
DE LIGNINA EM FIBRA DE COCO

RIO DE JANEIRO

2025

Lucas de Oliveira Marques da Conceição

ANÁLISE E COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE LIGNINA EM FIBRA DE COCO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Escola de Química da Universidade Federal do
Rio de Janeiro, como parte dos requisitos
necessários à obtenção do grau de Químico
Industrial.

Orientador(es): Prof. Dra. Verônica Calado (EQ/UFRJ)
Dr. Felipe Souto (EQ/UFRJ)

Rio de Janeiro

2025

CIP - Catalogação na Publicação

C744a Conceição, Lucas de Oliveira Marques da
 Análise e Comparação de Métodos de Extração de
 Lignina em Fibra de Coco / Lucas de Oliveira
 Marques da Conceição. -- Rio de Janeiro, 2025.
 72 f.

Orientadora: Verônica Calado.

Coorientador: Felipe Souto.

Trabalho de conclusão de curso (graduação) -
Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de
Química, Bacharel em Química Industrial, 2025.

1. Lignina. 2. Organossolve. 3. Soda. 4. Fibra
de Coco. 5. Métodos de Extração. I. Calado, Verônica,
orient. II. Souto, Felipe, coorient. III. Título.

Lucas de Oliveira Marques da Conceição

TÍTULO DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Escola de Química da Universidade Federal do
Rio de Janeiro, como parte dos requisitos
necessários à obtenção do grau de Químico
Industrial.

Aprovado em 18 de julho de 2025.

Verônica Maria Araújo Calado, D. Sc., EQ/UFRJ

Felipe Souto da Silva, D. Sc., EQ/UFRJ

Adriana dos Anjos Silva, D.Sc., EQ/UFRJ

Antônio Lima Alves, M. Sc., EQ/UFRJ

Carla Reis de Araújo. D. Sc., EQ/UFRJ

Rio de Janeiro
2025

Este TCC é dedicado a você, Kamala Khan.
Obrigado por tudo,
minha Vingadora, minha Campeã, minha Miss Marvel.

AGRADECIMENTOS

À minha mãe, Lucinda Maria (in memoriam), concluir este TCC é um marco significativo em minha vida, e não poderia deixar de dedicar este momento a você, que foi e sempre será minha maior inspiração. Sua ausência física não apaga a força do seu amor, a profundidade dos seus ensinamentos e a luz que você trouxe para minha vida.

Ao meu pai, Francisco Carlos, por todo amor, apoio e paciência ao longo de minha vida. Você sempre acreditou em mim e me proporcionou as condições necessárias para que eu pudesse seguir meus sonhos. A minha irmã, Livia, por estar sempre ao meu lado e por toda a motivação e ajuda oferecida. Sem vocês, este trabalho não teria sido possível.

Às minhas queridas vovós, Adelaide e Maria (in memoriam), que, apesar de não estarem mais fisicamente presentes, continuam a iluminar meu caminho com suas memórias e ensinamentos. Muitas vezes, vi-me recorrendo às lembranças dos momentos que compartilhamos e às lições que me ensinaram.

À Kamala Khan, sua presença em minha vida trouxe mais do que simples momentos de alegria e diversão. Você, com seu nome de super-heroína, sempre foi minha verdadeira heroína nos momentos mais desafiadores desta jornada acadêmica, e foi o seu amor incondicional, sua lealdade e sua companhia que me deram forças para continuar.

À Dra. Daisy (in memoriam), por todo o apoio, orientação e incentivo durante o desenvolvimento deste trabalho. Suas valiosas contribuições proporcionaram um crescimento significativo em minha trajetória acadêmica e profissional.

Prof. Verônica Calado e Prof. Felipe Souto, agradeço profundamente pela orientação, paciência e dedicação que demonstraram ao longo deste percurso. Cada aula, cada conselho e cada palavra de incentivo foram fundamentais para meu crescimento acadêmico e pessoal.

À equipe do LabTer da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Sem o apoio técnico, a orientação e a disponibilidade de recursos proporcionados por vocês, este trabalho não teria sido possível. Agradeço à Gisela Kloc pela assistência contínua nos experimentos para o presente trabalho. À Amanda Kelly, nos dias puxados e nos momentos de conquista, sempre com dedicação, inteligência e aquele senso de humor que tornava tudo mais leve.

Aos membros da banca, gostaria de expressar minha profunda gratidão pela generosidade, atenção e seriedade com que aceitaram participar deste momento tão importante da minha trajetória. Cada comentário, sugestão e reflexão compartilhada durante a avaliação foi de grande valor para o amadurecimento do meu trabalho. Obrigado por contribuírem não

apenas com o conhecimento técnico, mas também com o olhar cuidadoso e comprometido com a formação acadêmica.

À Professora Carla Reis, cuja orientação, apoio e dedicação foram constantes e inestimáveis ao longo de toda a minha graduação.

Aos amigos de UFRJ, principalmente do grupo BATPRUGOL, que me apoiaram e torceram por mim ao longo desses anos.

Ao Jonas Leocadio, mesmo com a vida nos levando por caminhos diferentes, saber que você torce por mim, mesmo de longe, tem um valor imenso.

Ao Luiz Carlos, quero te agradecer não só como amigo, mas também como mestre. Sua forma de ensinar vai além das fórmulas e teorias — você desperta curiosidade, faz pensar, e principalmente, acredita no potencial de quem está aprendendo.

“Faça ou não faça.Tentativa não há.”
— Mestre Yoda, Star Wars: O Império Contra-Ataca (1980)

RESUMO

CONCEIÇÃO, Lucas. **Análise e Comparação de Métodos de Extração de Lignina em Fibra de Coco**. Rio de Janeiro, 2025. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2025.

A lignina é uma molécula aromática abundante presente nas paredes celulares das plantas vasculares. Ela confere rigidez, resistência e atua como barreira contra microrganismos, além de auxiliar no transporte de água e nutrientes. Nos últimos anos, seu potencial como alternativa sustentável a materiais derivados do petróleo tem sido amplamente estudado, especialmente para a produção de plásticos, resinas, fibras de carbono e biocombustíveis. Dentro desse contexto, a casca de coco verde tem se mostrado uma fonte promissora de lignina, contribuindo para a valorização de resíduos agroindustriais e para a mitigação de impactos ambientais. Sua utilização pode representar uma rota viável para a produção de compostos químicos sustentáveis, embora ainda existam desafios relacionados à aplicação desses processos em escala industrial. A extração da lignina da fibra de coco pode ser feita por métodos como o organossolve e o soda. O método organossolve resulta em ligninas de alta pureza e maior valor comercial. Já o método soda, baseado na digestão alcalina com hidróxido de sódio, também pode ser utilizado, embora com possibilidade de maior teor de impurezas. A avaliação dos métodos passa por análises quantitativas, que medem o rendimento da extração, e qualitativas, que caracterizam a lignina quanto à estrutura e pureza. Essas análises são fundamentais para determinar a viabilidade econômica e o potencial de aplicação da lignina em diferentes setores industriais. Os testes realizados revelaram que o método organossolve Lifer apresentou o maior rendimento médio de lignina (44,27%), com baixa variabilidade entre as amostras, superando o organossolve tradicional (40,89%) e o processo soda (34,73%). Análises termogravimétricas (TGA) mostraram que as ligninas extraídas pelos métodos organossolve apresentaram melhor estabilidade térmica. Em contrapartida, a lignina obtida por soda teve perda de massa mais acentuada em altas temperaturas, indicando maior decomposição estrutural. A espectroscopia no infravermelho confirmou a preservação dos principais grupos funcionais da lignina em todas as amostras. O método Lifer mostrou bandas mais intensas, sugerindo maior presença de grupos hidroxílicos e estruturas aromáticas. Na análise UV-Vis, os espectros das amostras apresentaram forte absorção na faixa de 200 a 208 nm, típica dos compostos aromáticos da lignina, com um ombro em 230 nm associado a grupos fenólicos não condensados. A similaridade entre os espectros confirma a natureza aromática comum entre as ligninas, independentemente do método. A análise por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) apontou maior teor de açúcares residuais, como glicose e xilose, na amostra obtida por soda (11,9%), indicando possível contaminação por polissacarídeos. O método Organossolve Lifer se destacou como a melhor alternativa para extração de lignina da casca de coco verde, apresentando não apenas maior rendimento, mas também melhores características térmicas e estruturais. Isso o torna o método mais indicado para aplicações que exigem alta pureza e integridade estrutural da lignina.

Palavras-chave: Lignina. Organossolve. Soda. Fibra de Coco. Métodos de Extração.

ABSTRACT

CONCEIÇÃO, Lucas. **Análise e Comparação de Métodos de Extração de Lignina em Fibra de Coco**. Rio de Janeiro, 2025. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2025.

Lignin is an abundant aromatic molecule present in the cell walls of vascular plants. It provides rigidity, resistance and acts as a barrier against microorganisms, as well as helping to transport water and nutrients. In recent years, its potential as a sustainable alternative to petroleum-based materials has been widely studied, especially for the production of plastics, resins, carbon fibers and biofuels. Within this context, green coconut shells have proved to be a promising source of lignin, contributing to the valorization of agro-industrial waste and the mitigation of environmental impacts. Its use may represent a viable route for the production of sustainable chemical compounds, although there are still challenges related to the application of these processes on an industrial scale. Lignin can be extracted from coconut fiber using methods such as organosolv and soda. The organosolv method results in lignins of high purity and greater commercial value. The soda method, based on alkaline digestion with sodium hydroxide, can also be used, although with the possibility of a higher impurity content. The method evaluation involves quantitative analyses, which measure the extraction yield, and qualitative analyses, which characterize the lignin in terms of structure and purity. These analyses are fundamental for determining the economic viability and potential application of lignin in different industrial sectors. The tests carried out revealed that the Organosolv Lifer method had the highest average lignin yield (44.27%), with low variability between the samples, surpassing the traditional organosolv (40.89%) and the soda process (34.73%). Thermogravimetric analysis (TGA) showed that the lignins extracted by the organosolv methods had better thermal stability. On the other hand, the lignin obtained by soda had a greater loss of mass at high temperatures, indicating greater structural degradation. Infrared spectroscopy confirmed the preservation of the main functional groups of lignin in all the samples. The Lifer method showed more intense bands, suggesting a greater presence of hydroxyl groups and aromatic structures. In the UV-Vis analysis, the spectra of the samples showed strong absorption in the 200 to 208 nm range, typical of the aromatic compounds in lignin, with a shoulder at 230 nm associated with non-condensed phenolic groups. The similarity between the spectra confirms the common aromatic nature of lignins, regardless of the method. Analysis by high-performance liquid chromatography (HPLC) showed a higher content of residual sugars, such as glucose and xylose, in the sample obtained by soda (11.9%), indicating possible contamination by polysaccharides. The Organosolv Lifer method stood out as the best alternative for extracting lignin from green coconut shells, showing not only higher yields, but also better thermal and structural characteristics. This makes it the most suitable method for applications requiring high purity and structural integrity of the lignin.

Keywords: Lignin. Organosolv. Soda. Coconut Fiber. Extraction Methods.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 - Possível modelo estrutural da lignina
- Figura 2- Esquema representativo dos componentes da biomassa vegetal
- Figura 3 - Precursores primários da lignina
- Figura 4 - Esquema de ligações da estrutura da lignina
- Figura 5 - Descrição das diferentes camadas do coco e ilustração do coqueiro
- Figura 6 - Fibra de coco
- Figura 7 - Reator Parr
- Figura 8 - Celulignina do coco
- Figura 9 - Lignina obtida pelo processo Organossolve
- Figura 10 - Reator de refluxo
- Figura 11 - Lignina após o processo Organossolve Lifer
- Figura 12 - Amostras completamente solubilizadas
- Figura 13 - Aparelho TGA Pyris 1 Perkin- Elmer
- Figura 14 - Rendimento (%) das ligninas insolúveis pelo Método Klason
- Figura 15 - Análise térmica da fibra de coco T2
- Figura 16 - Análise térmica da fibra de coco L2
- Figura 17 - Análise térmica da fibra de coco S2
- Figura 18 - Espectograma de infravermelho da lignina T1
- Figura 19 - Espectograma de infravermelho da lignina L1
- Figura 20 - Espectograma de infravermelho da lignina S1
- Figura 21 - Espectrograma de UV-Vis das Ligninas (T2, L2, S2)

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Rendimentos do Processo Organossolve (T1, T2, T3)

Tabela 2 - Rendimentos do Processo Organossolve Lifer (L1, L2, L3)

Tabela 3 - Rendimentos do Processo Soda (S1, S2, S3)

Tabela 4 - Parâmetros estatísticos dos rendimentos (%) dos métodos de extração de lignina

Tabela 5 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Organossolve

Tabela 6 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Organossolve Lifer

Tabela 7 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Soda

Tabela 8 - Teor de cinzas das ligninas

Tabela 9 - Atribuições das frequências no infravermelho para as ligninas

Tabela 10 - Resultados da análise de açúcares

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

TGA	Thermogravimetric Analysis (Análise Termogravimétrica)
DTG	Derivative Thermogravimetry (Derivada da TGA)
IV	Infravermelho (Infrared)
UV-Vis	Ultravioleta-Visível (Ultraviolet-Visible)
ATR	Attenuated Total Reflectance
HPLC	High-Performance Liquid Chromatography
NaOH	Hidróxido de Sódio
H ₂ SO ₄	Ácido Sulfúrico
FeCl ₃ ·6H ₂ O	Cloreto Férrico Hexahidratado
CV	Coefficiente de Variação
TG	Termogravimetria
G, H, S	Unidades guaiacila (G), p-hidroxifenila (H), siringila (S)
T1, T2, T3	Amostras do Processo Organossolve
L1, L2, L3	Amostras do Processo Organossolve Lifer
S1, S2, S3	Amostras do Processo Soda
lig.	Lignina
org.	Organossolve
rend.	Rendimento
Embrapa	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
SNIS	Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
TAPPI	Technical association of the pulp and paper industry

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
μm	Micrômetro
%	Porcentagem
cm ⁻¹	Número de onda (frequência espectral)
nm	Nanômetro
g	Grama
mg	Miligrama
mL	Mililitro
pH	Potencial hidrogeniônico
rpm	Rotações por minuto
m	Massa
v/v	Volume por volume
m/m	Massa por massa
m/v	Massa por volume
mg/mL	Miligrama por mililitro
mL/min	Mililitro por minuto
h	Hora
min	Minuto

Sumário

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 ASPECTOS GERAIS.....	16
1.2 OBJETIVOS	18
1.2.1 Objetivo Geral.....	19
1.2.2 Objetivos específicos.....	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 BIOMASSA LIGNOCELULÓSICA	20
2.2 LIGNINA.....	22
2.3 COCO (COCO NUCIFERA)	24
2.4 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE LIGNINA	28
3 METODOLOGIA.....	31
3.1 PROCESSO ORGANOSSOLVE.....	31
3.2 PROCESSO ORGANOSSOLVE LIFER.....	33
3.3 PROCESSO SODA	35
3.4 ANÁLISE QUALITATIVA DA LIGNINA	36
3.4.1 Análise Espectrométrica na Região do Infravermelho (IV)	36
3.4.2 Espectroscopia UV-Vis (Ultravioleta-Visível).....	36
3.5 ANÁLISE QUANTITATIVA DA LIGNINA	37
3.5.1 Método Klason Adaptado	37
3.5.2 Análise Termogravimétrica (TGA) para Determinação de Cinzas	38
3.5.3 Análise Cromatográfica Líquida de Alto Desempenho (HPLC).....	39
4 RESULTADOS	41
4.1 RENDIMENTOS DOS PROCESSOS EXTRATIVOS	41
4.1.1 Processo Organossolve	41
4.1.2 Processo Organossolve Lifer.....	42
4.1.3 Processo Soda.....	43
4.1.4 Média, Desvio Padrão e Coeficiente de Variação	43
4.2 MÉTODO KLASON	44
4.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) PARA DETERMINAÇÃO DAS CINZAS	47
4.4 CARACTERIZAÇÃO QUALITATIVA DA LIGNINA	51
4.4.1 Análise Espectrométrica na Região do Infravermelho (IV)	51
4.4.2 Análise Espectrométrica na Região do Ultravioleta- Visível (UV-Vis)	55

4.5 CARACTERIZAÇÃO COMPLEMENTAR.....	57
4.5.1 Análise Cromatográfica Líquida de Alto Desempenho (HPLC).....	57
5 CONCLUSÕES.....	59
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	61
7 REFERÊNCIAS.....	62

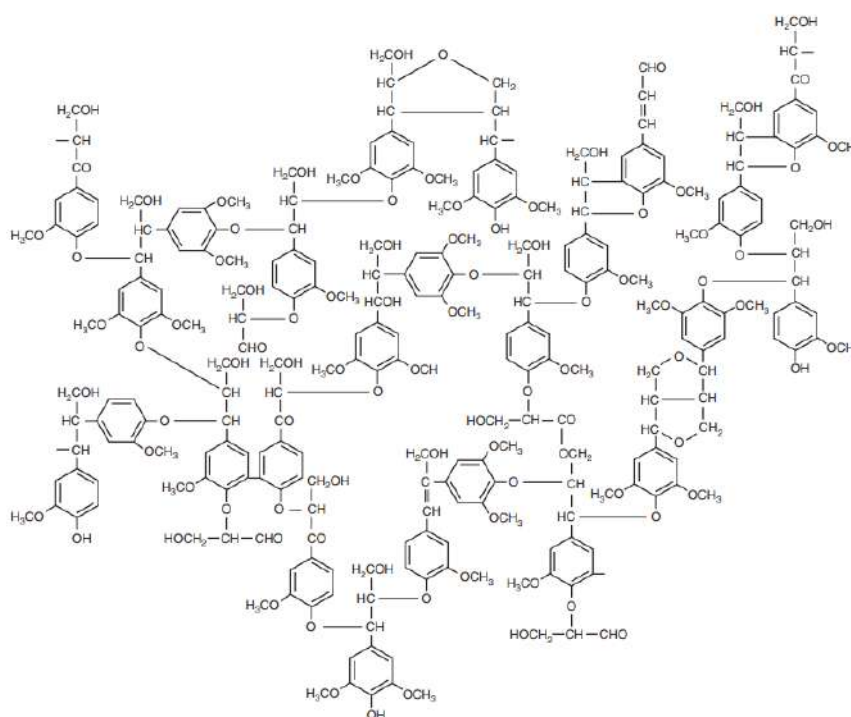
1 INTRODUÇÃO

1.1 Aspectos Gerais

A lignina, palavra derivada que vem do latim *lignum*, que significa madeira, é um dos principais componentes da parede celular dos vegetais vasculares (angiospermas e gimnospermas). Confere rigidez e resistência mecânica ao vegetal, além de desempenhar um papel fundamental na proteção contra microorganismos e no transporte de água e nutrientes (Fengel; Wegener, 1984).

A lignina é um dos três principais constituintes da biomassa lignocelulósica, juntamente com a celulose e a hemicelulose, e também representa o polímero aromático mais abundante na natureza (An *et al.*, 2017). Suas unidades fenilpropanóides se conectam por diferentes tipos de ligações químicas, e o processo de isolamento da parede celular vegetal modifica sua estrutura molecular (Morais, 1987; 1992). Apesar de todos os estudos, a complexidade da estrutura desse componente essencial (Figura 1) ainda apresenta desafios, variando principalmente conforme a espécie vegetal e a região geográfica em que se estabelece (Watkins *et al.*, 2015).

Figura 1 - Possível modelo estrutural da lignina



Fonte: WATKINS *et al.*, 2015.

Pesquisadores têm demonstrado um interesse crescente pelo uso da lignina nos últimos anos, impulsionados por suas características específicas, como a presença de muitos

grupos aromáticos. Eles vêm desenvolvendo diversas pesquisas para valorizar essa biomassa e encontrar alternativas sustentáveis aos produtos derivados do petróleo. A indústria pode explorar a lignina em diferentes segmentos, como estabilizador de plásticos, produção de resinas fenólicas, biocombustíveis e fibras de carbono (Park *et al.*, 2018).

Dentre outras tantas fontes de lignina, a casca do coco verde surge como uma alternativa promissora. Estima-se que aproximadamente 85% do peso bruto do coco verde seja constituído por casca, gerando uma quantidade significativa de resíduos (Rocha *et al.*, 2015). Esse material apresenta taxa de decomposição bastante baixa, levando mais de oito anos para se decompor completamente (Carrijo *et al.*, 2002). Como a diminuição da geração desse tipo de resíduo impactaria na redução da atividade produtiva, sua utilização se torna uma necessidade. Entretanto, há certa escassez devido aos poucos estudos que são realizados visando à caracterização e à utilização da fibra da casca do coco verde. Um estudo conduzido pela Embrapa Agroindústria Tropical revelou a viabilidade da utilização da casca do coco verde como substrato agrícola (Rosa *et al.*, 2002).

Com a alta demanda por coco verde, o grande volume ocupado por esses resíduos, juntamente com o extenso período de decomposição que varia de oito a doze anos, têm contribuído para a diminuição do tempo de vida útil e saturação dos aterros sanitários, causando diversos transtornos no ambiente urbano, principalmente nas cidades em regiões litorâneas. Diversos outros impactos socioambientais são causados pelo descarte de forma inadequada, aumentando a poluição e contribuindo para problemas ambientais como acúmulo de lixo, emissão de gases do efeito estufa, a contenção do fluxo hídrico nos centros urbanos, gerando entupimento de córregos, bueiros e vias públicas e consequentemente enchentes; favorecimento da proliferação de insetos e vetores de doenças; e a contaminação de solo e corpos d'água (Silva, 2014; Rocha *et al.*, 2015; Cabral *et al.*, 2017).

De acordo com Silva (2014), o Brasil descarta anualmente aproximadamente sete milhões de toneladas de coco, mesmo existindo diversas possibilidades de reaproveitamento do coco. As cascas são descartadas após consumo e são dispensadas em lixo comum. E, mesmo possuindo outras vertentes em relação à utilização, a sociedade descarta esses resíduos como sendo apenas um problema ambiental.

O reaproveitamento da casca do coco verde para a extração de lignina se torna uma alternativa viável para mitigar impactos ambientais e agregar valor à biomassa residual. As fibras de coco possuem alto teor de lignina, resultando elevada resistência e durabilidade em comparação com outras fibras naturais (Silva, 2006). Entretanto, a exploração desse material

ainda está em fase inicial de seu desenvolvimento, sendo necessário um maior conhecimento sobre suas propriedades químicas e potencialidades industriais (Rozman *et al.*, 2000).

A casca do coco é ricamente composta por fibras lignocelulósicas, possuindo alta durabilidade devido ao elevado teor de lignina. Entretanto, grande parte dessas fibras não é aproveitada industrialmente (Rout *et al.*, 2001; Silva *et al.*, 2006; Rozman *et al.*, 2000). Empresas e instituições de pesquisa buscam alternativas para o aproveitamento da biomassa lignocelulósica, explorando seu potencial em setores como biocombustíveis, plásticos estabilizados, resinas fenólicas e fibras de carbono (Park *et al.*, 2018).

Mesmo que a reciclagem da casca de coco apresente oportunidades econômicas e ambientais significativas, a produção anual de resíduos de coco no Brasil é estimada em cerca de sete milhões de toneladas e a maior parte descartada em lixões ou queimadas, gerando, consequentemente, poluentes (Silva; Jerônimo, 2012). Além disso, a decomposição anaeróbica desse material em aterros sanitários contribui para a emissão de metano, agravando o efeito estufa (Mattos *et al.*, 2012; Passos, 2005; Rocha *et al.*, 2015).

Os processos de organossolve e soda são empregados para a extração da lignina em ambientes laboratoriais e em instalações piloto, por meio da polpação química de resíduos e/ou subprodutos agrícolas. Ambos os processos resultam na obtenção de ligninas isentas de enxofre e com baixos níveis de impurezas. Além disso, suas estruturas são consideradas as mais semelhantes à lignina encontrada na forma natural (Espinoza-Acosta *et al.*, 2018).

A polpação organossolve se destaca por utilizar solventes com baixo ponto de ebulição e por ser um processo mais simples e sustentável, por não conter enxofre (Lu *et al.*, 2012). Diferentes processos organossolve (com variações de solvente, temperatura, tempo, entre outros) influenciam diretamente nas propriedades físico-químicas da lignina, como sua pureza, massa molar, grau de ligações cruzadas, atividade antioxidante e comportamento térmico (Bras *et al.*, 2010). Já a lignina soda, obtida com hidróxido de sódio, tende a apresentar menor teor de impurezas em relação às comerciais, apesar do maior teor de cinzas (Gillet *et al.*, 2017).

Observando esse cenário, a utilização da lignina extraída da casca do coco verde se mostra uma alternativa viável para aproveitamento desse resíduo, minimizando os impactos ambientais e maximizando a eficiência do uso dos resíduos agroindustriais brutos. Descobertas recentes reforçam a importância de explorar a matéria-prima como uma forma atraente para diferentes indústrias, contribuindo para o desenvolvimento sustentável e a redução da poluição causada pelo descarte inadequado desse resíduo (Cabral *et al.*, 2017; Silva, 2014).

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral do presente trabalho consiste em investigar a extração e caracterização da lignina presente na fibra de coco por meio de três rotas distintas: Organossolve, Organossolve Lifer e Soda.

1.2.2 Objetivos específicos

- a) Realizar a extração da lignina da fibra de coco por meio do processo Organossolve;
- b) Realizar a extração da lignina da fibra de coco por meio do processo Organossolve Lifer;
- c) Realizar a extração da lignina da fibra de coco por meio do processo Soda;
- d) Quantificar o rendimento de lignina obtido em cada um dos processos anteriores;
- e) Caracterizar as ligninas obtidas com a ajuda de métodos analíticos apropriados e disponíveis em termos de suas propriedades físicos-químicas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Biomassa lignocelulósica

A biomassa lignocelulósica, também chamada de biomassa vegetal, é majoritariamente composta por celulose, hemicelulose e lignina (Weinwurm *et al.*, 2016). Sua estrutura consiste em microfibrilas de celulose que estão envolvidas por uma matriz amorfa formada por hemicelulose e lignina. Nesse arranjo, a associação entre a lignina e os carboidratos ocorre por meio de ligações covalentes do tipo éster benzílico, éter benzílico e fenil glicosídicas (Ghaffar; Fan, 2013).

Essa forma de biomassa apresenta um grande potencial para substituir os combustíveis fósseis devido à sua abundância na natureza e suas propriedades físico-químicas favoráveis (Johnson *et al.*, 2004).

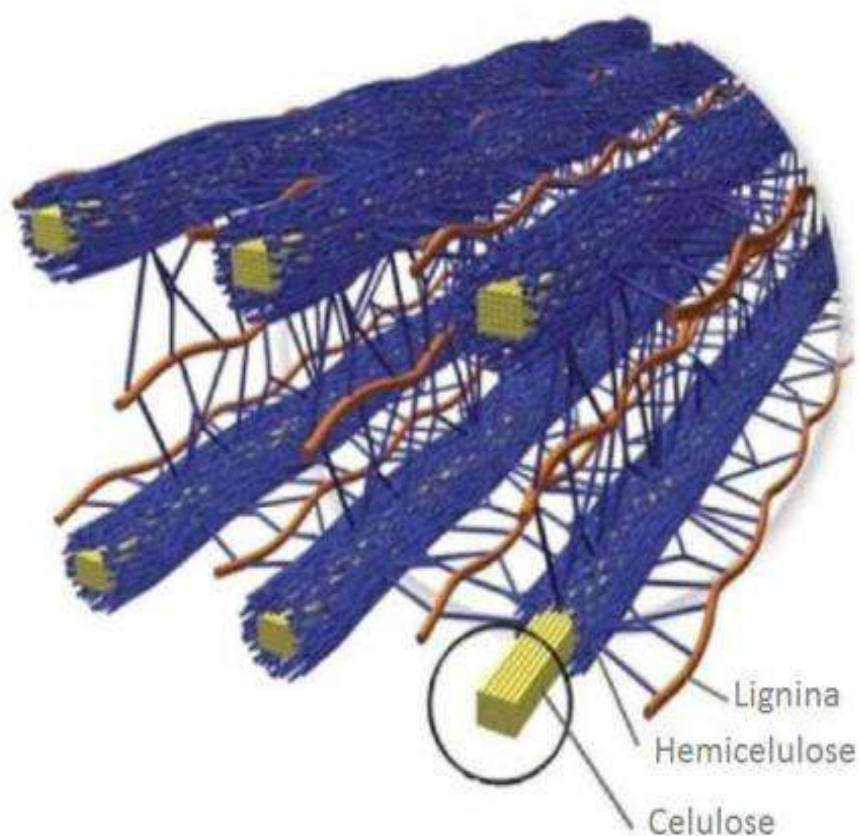
A celulose é o material orgânico mais prevalente na Terra, assim como também representa o componente principal da parede celular primária dos vegetais, contribuindo com aproximadamente 20 a 40% de sua composição. Estruturalmente, trata-se de um homopolissacarídeo linear composto por unidades de D-glicose interligadas por meio de ligações β -1,4 glicosídicas, com um grau de polimerização que varia entre 2.000 e 25.000. Esse polissacarídeo forma microfibrilas — polímeros não ramificados compostos em média por cerca de 15.000 unidades anidras de glicose — apresentando uma estrutura heterogênea que inclui tanto regiões amorfas quanto áreas cristalinas bem organizadas. Com o nível de cristalinidade podendo variar conforme a fonte do material celulósico, essa característica é fundamental para conferir maior resistência às regiões cristalinas contra a hidrólise enzimática (Dhillon, 2016; Hasunuma *et al.*, 2013; Kuhad *et al.*, 2016).

A cadeia da celulose possui uma conformação plana, mantida por ligações de hidrogênio. Essas ligações podem ocorrer dentro da mesma molécula (ligações intramoleculares) ou entre cadeias adjacentes (ligações intermoleculares). Isso é possível devido à ausência de ramificações em sua estrutura. Essa disposição rígida confere robustez à parede celular vegetal. O forte vínculo entre as moléculas individuais de celulose resulta em um modelo cristalino, com alta densidade de ligações de hidrogênio. Esse arranjo bem organizado torna a celulose insolúvel na maioria dos solventes e dificulta sua degradação por enzimas (Hasunuma *et al.*, 2013; Silva *et al.*, 2017).

As regiões cristalinas em questão são intercaladas com áreas amorfas, que correspondem a cerca de 20% da composição total da celulose. Essas áreas são menos organizadas e compactas, apresentando maior solubilidade em água, proporcionando

flexibilidade adicional à celulose. Entretanto, essa característica possui o ponto negativo de tornar essas áreas mais vulneráveis à degradação enzimática. Como mostrada na Figura 2, a complexa rede formada pela cadeia de celulose está disposta ordenadamente por meio dos filamentos que estruturam as fibrilas elementares, incluindo as microfibrilas e as macrofibrilas. As últimas citadas interagem com frações de hemiceluloses e lignina por meio de interações não covalentes (Behera *et al.*, 2017; Hasunuma *et al.*, 2013; Kuhad *et al.*, 2016).

Figura 2 - Esquema representativo dos componentes da biomassa vegetal



Fonte: DOHERTY *et al.*, 2011.

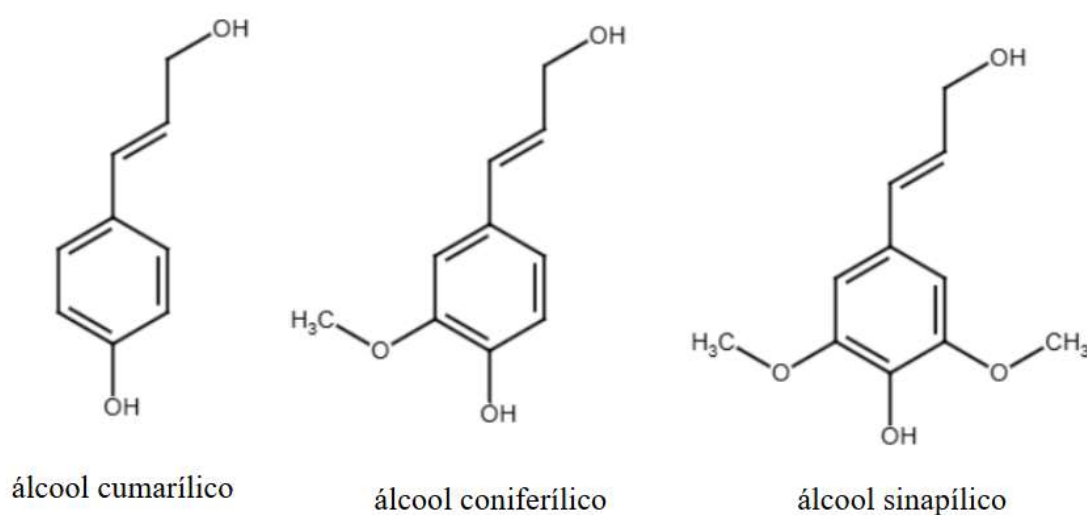
Já a hemicelulose representa o segundo carboidrato mais abundante presente nos resíduos vegetais, sendo composta por polímeros que incluem, principalmente, hexoses, pentoses e ácidos urônicos. A abrangência de uma variedade de polissacarídeos estruturais corresponde a mais de 30% da massa seca dos restos de vegetais. Sua decomposição normalmente ocorre de forma rápida, superando a taxa de decomposição da celulose (Wagner; Wolf, 1999).

2.2 Lignina

De acordo com Saliba *et al.* (2001), a lignina é um polímero complexo, formado por unidades fenilpropanóides repetidas de forma irregular e interconectada por meio de diferentes tipos de ligação. A lignina confere rigidez à parede celular, age como um agente permanente de ligação entre as células, originando uma estrutura resistente à impacto, compressão e dobra. Além disso, também desempenha funções cruciais como o transporte interno de água, nutrientes e metabólitos (Bristow; Kolserh, 1986).

A macromolécula da lignina se compõe aleatoriamente em partes repetitivas denominadas monolignóis (Doherty *et al.*, 2011) que representam unidades do tipo fenilpropano diferenciadas pelo nível de grupos metóxi ligados ao anel aromático; essas formam os radicais H (p-hidroxifenila), G (guaiacila) e S (siringila). Os principais monolignóis encontrados na estrutura da lignina incluem o álcool p-cumarílico, o álcool coniferílico e o álcool sinapílico (Duval; Lawoko, 2014). A Figura 3 apresenta as estruturas químicas de cada um desses monolignóis.

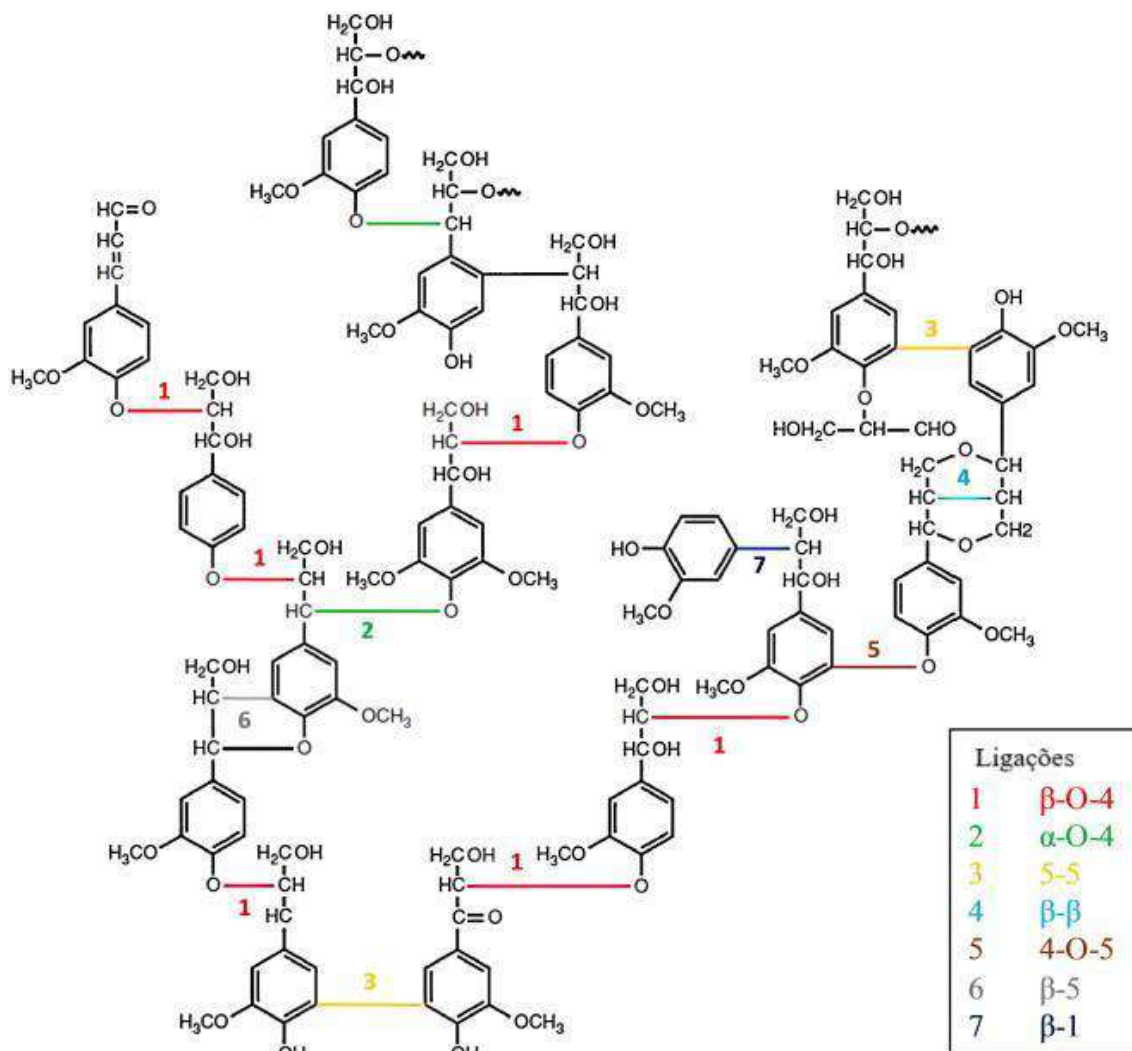
Figura 3 - Precursores primários da lignina



Fonte: Elaboração própria.

Durante a lignificação biológica, os monolignóis se interconectam por meio de reações radiculares de acoplamento para formar uma macromolécula tridimensional altamente complexa (Laurichesse; Avérous, 2014), conforme é ilustrado na Figura 4 apresentada abaixo.

Figura 4 - Esquema de ligações da estrutura da lignina



Fonte: Adaptado de LAURICHESSE e AVÉROUS, 2014.

Em comparação com celulose e hemicelulose, a taxa de decomposição da lignina é relativamente lenta (Wagner; Wolf, 1999). Observou-se que os carboidratos solúveis—como sacarose e amido—decompõem-se mais rapidamente do que os carboidratos estruturais: primeiro vêm as hemiceluloses, seguidas pela celulose, até chegar à lignina; esta última sendo o componente mais resistente ao ataque microbiológico (Siqueira; Franco, 1988).

Apesar dos avanços significativos nas pesquisas acerca da estrutura da lignina, ainda não é possível determinar com precisão qual configuração representa melhor essa molécula. Isso se deve às diversas variáveis que afetam diretamente sua morfologia. Contudo, está estabelecido que a lignina é uma molécula classificada como poliéter fenil-propano, composta por monômeros interligados por meio de ligações carbono-carbono e diferentes tipos de ligações éter (Sahoo *et al.*, 2011; Awal e Sain, 2013).

Existem diversas maneiras de classificar e nomear a lignina, sendo a mais comum aquela baseada em sua origem. Essa classificação considera o tipo de vegetal que gerou a lignina, resultando em três categorias principais: lignina proveniente de madeiras folhosas ("hardwood"), aquelas oriundas de coníferas ("softwood") e as derivadas de gramíneas (Souto, 2014).

Outro modo possível para classificar a lignina relaciona às proporções das unidades monoméricas que compõem essa substância. A denominação guaiacilica refere-se àquela cuja porcentagem das unidades guaiacil excede os 90%. Caso esse percentual não seja atingido, ela é considerada siringilica. O componente p-hidroxifenil está sempre presente em menor quantidade comparado às outras unidades (Souto, 2014).

Por fim, a classificação se refere à resistência ao processo hidrolítico durante o isolamento do mesmo. Nesse contexto, temos duas categorias: *core* e *non-core*. As primeiras são originárias dos fenilpropanóides presentes na parede celular; elas apresentam alta condensação e são resistentes à degradação. Já as não-cores provêm de compostos fenólicos com baixa massa molecular que se liberam da parede celular por meio da hidrólise e consistem principalmente em ácidos p-hidroxicinâmicos ligados por ésteres (Souto, 2014).

No Brasil, são extraídas ligninas de cinco plantas que produzem grandes quantidades de biomassa lignocelulósica: cana-de-açúcar, eucalipto, macaúba, manga e abacaxi. Essas diferentes formas de lignina estão presentes nos materiais resultantes do processamento industrial dessas culturas tropicais, além de incluir indústrias açucareira e alcooleira bem como aquelas dedicadas à produção de sucos. Também se consideram os resíduos da fabricação da polpa do papel a partir do eucalipto assim como os detritos provenientes dos processos extrativos relacionados ao óleo da macaúba (Pompêu, 2019).

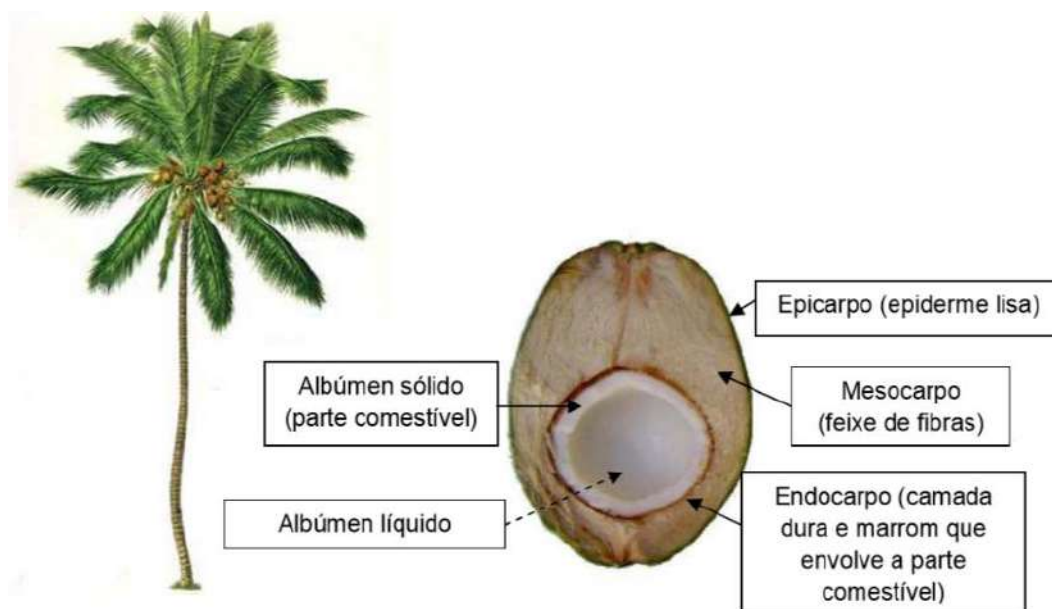
Segundo Fernandes e Miguel (2011), essa fonte renovável tem ganhado destaque devido à sua capacidade para mitigar impactos ambientais enquanto proporciona eletricidade a preços acessíveis, sendo limpa e sustentável na geração energética pela geração elétrica por meio da combustão dessa substância em usinas termelétricas.

2.3 Coco (Coco nucifera)

O coqueiro, mostrado na Figura 5, pertence à espécie *Cocos nucifera* e à família *Arecaceae*, que abrange várias variedades de palmeiras. Este vegetal é o único reconhecido dentro do gênero *Cocos*. O fruto do coqueiro apresenta uma epiderme lisa chamada epicarpo, popularmente referida como casca; sob ela há um mesocarpo espesso e fibroso que se abre para um endocarpo extremamente resistente. Este último envolve a semente, que possui um

tegumento, considerada uma fina camada marrom localizada entre o albúmen sólido e o endocarpo. O albúmen sólido, também conhecido como endosperma ou polpa, é uma parte carnosa e branca da fruta; já o albúmen líquido, conhecido a água-de-coco, está presente na cavidade da semente (Aragão, 2002).

Figura 5 - Descrição das diferentes camadas do coco e ilustração do coqueiro



Fonte: BENASSI, 2006.

No Brasil, existe uma vasta área dedicada à agricultura junto com a maior biodiversidade global e variadas condições climáticas favoráveis ao agronegócio nas regiões tropicais (María; Millán, 2017). A produção de cocos da espécie *Cocos nucifera* no país desempenha um papel econômico significativo: estima-se que cerca de 2 bilhões de frutos sejam produzidos anualmente em aproximadamente 285 mil hectares dedicados ao cultivo dessa planta no Brasil (Farias *et al.*, 2017). Em 2018, o Brasil ocupava a quinta posição mundial na produção de coco correspondente a cerca de 3,8% do total global produzido (Simone; Pereira, 2018).

Durante o processamento do coco, seus componentes são aproveitados de forma diversificada. A água e a polpa são majoritariamente utilizadas na indústria alimentícia, enquanto o mesocarpo é empregado na fabricação de mantas, tapetes e fibras para colchões. Já o endocarpo é destinado à produção de carvão ativado e utilizado como combustível em fornos industriais (Lechtenberg, 2012).

Embora o endocarpo do coco seco apresente uma composição rica e um alto teor de lignina, existem poucos estudos que investiguem sua utilização para a extração dessa substância (Avelino *et al.*, 2008). Com cerca de 15 a 20 % da massa total do fruto, essa fonte significativa de biomassa lignocelulósica oferece vantagens em relação aos materiais de fontes não renováveis (Sarki *et al.*, 2011).

A fibra de coco (Figura) é classificada como uma fibra lignocelulósica, e caracteriza-se por sua dureza, resultante do elevado teor de lignina (Varma *et al.*, 1984), que compõe entre 37% a 43% da fibra de coco, enquanto a celulose varia entre 31 % e 37 % (Corradini *et al.*, 2009). As fibras apresentam coloração marrom-amarelada, com comprimento médio aproximado de 15 cm e diâmetro variando entre 14 e 24 μm (Crawshaw, 2002).

Figura 6 - Fibra de coco



Fonte: Stihl, <https://www.jardimdasideias.com.br/fibra-de-coco-na-jardinagem/>,

Acesso em: 27/06/25.

A exploração dos subprodutos do coco tem sido um tema amplamente abordado nas investigações científicas, tanto em nível nacional quanto internacional. Entretanto, há uma lacuna na literatura referente à gestão da comercialização e distribuição sustentável do coco em ambientes urbanos; ao desenvolvimento de tecnologias eficazes para a extração das fibras de coco; à administração sustentável dos subprodutos dessa fruta em áreas urbanas e costeiras; assim como ao efeito da industrialização da água de coco (Martins *et al.*, 2016).

Segundo Ferreira (2001), o conceito de resíduo consiste no remanescente de qualquer substância ou resto. Portanto, no contexto da cadeia produtiva dos materiais, este estudo optou por designar como resíduos os produtos que não constituem o foco principal das atividades realizadas, mas são gerados durante todo o processo.

Assim, esses materiais geralmente são descartados ou, preferencialmente, reutilizados como insumos para outras atividades. Contudo, quando um resíduo é simplesmente jogado arbitrariamente em qualquer lugar, ele pode causar desequilíbrios ecológicos. Em contrapartida, ao ser utilizado como matéria-prima em outro processo produtivo, obtêm-se dois benefícios significativos: evitar os impactos ambientais associados à disposição inadequada e reduzir a quantidade de novos insumos necessários para o abastecimento do processo. Portanto, é fundamental incentivar pesquisas sobre novas aplicações para materiais residuais; isso permitirá desenvolver utilidades inovadoras que agreguem valor econômico e ofereçam funções mais relevantes do que as já conhecidas (Torre *et al.*, 2017).

Por sua vez, o potencial da biomassa do coco ainda é frequentemente considerado rejeito devido à gestão ineficaz e déficit de logísticas sustentáveis dentro da cadeia produtiva do coco. Não foram encontrados dados sobre o volume total dos subprodutos do coco aproveitados industrialmente nem sobre quanto desse material acaba sendo descartado no Brasil (Martins *et al.*, 2016).

O comércio de produtos *in natura* e a industrialização da fruta geram subprodutos, incluindo a casca do coco e suas diversas partes. A falta de compreensão sobre as propriedades desses subprodutos pode ser um dos motivos para o descarte inadequado desse material (Rosa *et al.*, 2001).

Esse acúmulo representa um desafio significativo para a gestão sanitária em várias áreas, tanto rurais quanto urbanas, além de causar danos ambientais quando descartado em aterros sanitários (Santos, 2006). O processo completo de decomposição da casca do coco é demorado e pode levar aproximadamente oito anos (Carrijo *et al.*, 2002).

As praias do Brasil geram uma grande quantidade de subprodutos provenientes do coco. Em Fortaleza, em 2010, aproximadamente 150 toneladas de cascas de coco-verde foram descartadas diariamente (Oliveira, 2010). Na cidade de Salvador, durante a alta temporada, cerca de 2.800 unidades dessas cascas são jogadas fora (Silveira, 2008). No litoral do Rio de Janeiro, entre 100 e 180 toneladas desse material foram registrados em coleta nos finais de semana durante o período alto da estação turística no ano de 2011 (Rio de Janeiro, 2011).

Segundo o Ministério das Cidades e o Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS), na décima sexta edição do Diagnóstico do Manejo dos Resíduos Sólidos

Urbanos – ano base 2017 –, foi constatado que em torno de 2.052 municípios, ou seja 36%, destinam seus resíduos para aterros sanitários considerados adequados; enquanto 1.071 municípios (19%) enviam seu lixo para lixões e 601 municípios (10%) utilizam aterros controlados — o que significa que cerca de um terço desses locais encaminham os resíduos para métodos inadequados ambientalmente; além disso, 1.846 cidades, representando aproximadamente 33%, não forneceram dados relevantes sobre essa questão (Brasil, 2019).

Entre os efeitos adversos resultantes do gerenciamento inadequado das cascas de coco, destacam-se aqueles provocados pela sua disposição irregular em áreas públicas. Isso gera incômodos visuais e dificulta a circulação; além disso, pode obstruir o sistema de drenagem da água pluvial e criar condições favoráveis para a proliferação de mosquitos transmissores de doenças. Também há um aumento nos gastos com limpeza urbana, incluindo transporte e descarte final dos resíduos, sem contar os impactos decorrentes da decomposição dos materiais orgânicos que geram gases de efeito estufa e chorume (Silveira, 2008).

Assim como qualquer matéria orgânica, as cascas de coco quando dispostas em aterros sanitários sob condições anaeróbicas não apenas ocupam grandes volumes espaciais, mas também levam à produção natural de metano durante seu processo decompositivo. O metano é considerado o segundo gás mais significativo responsável pelo efeito estufa após o dióxido de carbono e contribui para o aquecimento global (Passos, 2005). Quando esses subprodutos são expostos ao ambiente externo sem controle adequado podem poluir o solo localizando riscos à saúde pública bem como degradar tanto a área quanto seus arredores (Silveira, 2008). Conforme estipulado na Lei nº 12.305 datada de 2 agosto de 2010 — que estabelece a Política Nacional dos Resíduos Sólidos (PNRS) no Brasil e segue em vigor até hoje — as características das cascas tornam possível uma destinação ambientalmente apropriada; entretanto elas frequentemente são tratadas incorretamente como rejeitos.

Considerando os problemas ambientais decorrentes do acúmulo de cascas de coco seco em aterros sanitários e zonas urbanas, é essencial investigar opções que utilizem esse recurso abundante em biopolímeros. Dessa forma, há avanços em direção a soluções mais sustentáveis e menos nocivas ao meio ambiente (Sarki *et al.*, 2011).

2.4 Métodos de extração de lignina

Como a lignina está covalentemente associada à parede celular dos polissacarídeos, é imprescindível romper sua ligação natural para isolá-la dos demais componentes. Para isso, são adotados diversos métodos de separação (Espinoza-Acosta *et al.*, 2018).

As propriedades químicas da lignina variam conforme o método empregado em sua extração. Em escala industrial, ela é produzida em grandes volumes — chegando a até 50 milhões de toneladas anualmente — como um coproduto do processamento da celulose destinado à fabricação de papel e bioenergia derivada da celulose, como o bioetanol (Espinoza-Acosta *et al.*, 2018). No setor de papel e celulose, uma variedade de produtos químicos degrada a estrutura da lignina enquanto preservam intacta a celulose. Com essa abordagem, a lignina, geralmente, se torna solúvel no meio reacional. Após esse processo, a separação entre as fibras celulósicas e os resíduos de lignina é realizada por filtração (Kun; Pukánszky, 2017).

Os métodos Kraft e sulfito são responsáveis pela produção de mais de 90 % da lignina gerada industrialmente (Espinoza-Acosta *et al.*, 2018). A lignina gerada pelo processo Kraft é extraída por meio de uma combinação química que inclui hidróxido de sódio (NaOH) e sulfeto de sódio (Na₂S), enquanto os lignosulfonatos (sulfito) são derivados do cozimento com dióxido de enxofre aquoso (SO₂) em presença de uma base, como cálcio, sódio, magnésio ou amônio. As ligninas obtidas por meio desses dois processos são recuperadas mediante a acidificação dos licores negros, com os subprodutos líquidos resultantes dos processos de cozimento da madeira na indústria de papel e celulose, e apresentam um teor sulfurado entre 1-2 % para apenas o método Kraft (Laurichesse; Avérous, 2014).

Para isolar a lignina em escalas laboratoriais e em plantas piloto, utilizam-se também os processos organossolve, soda e líquidos iônicos na polpação química de resíduos agropecuários, resultando nas formas mais purificadas da lignina - sem enxofre e com mínimas impurezas - cujas estruturas se aproximam das características naturais da molécula original (Espinoza-Acosta *et al.*, 2018).

O processo de organossolve consiste na extração de lignina a partir de solventes orgânicos polares como etanol, metanol, ácido acético e ácido fórmico. A escolha do solvente influencia diretamente as características da lignina obtida, incluindo sua polaridade, estrutura e propriedades específicas (Kun; Pukánszky, 2017).

As ligninas resultantes desse método são recuperadas por meio de precipitação, durante a qual se ajustam variáveis como temperatura, pH e concentração. Geralmente, essas ligninas apresentam uma massa molecular reduzida e baixa polidispersão; além disso, são solúveis em solventes orgânicos enquanto permanecem insolúveis em água devido à sua natureza hidrofóbica (Matsushita, 2015).

O processo soda é frequentemente aplicado em gramíneas e, geralmente, a preferência ocorre em relação ao seu custo reduzido para recuperação química e à eficácia tecnológica no tratamento do efluente gerado durante esse procedimento. Por se tratar de um método de

extração mais branda, é comumente escolhido quando há interesse em preservar a integridade estrutural da lignina. O funcionamento do processo envolve o cozimento da biomassa dentro de um reator fechado e pressurizado, onde as temperaturas variam por volta de 150 °C na presença de álcalis, geralmente hidróxido de sódio. A lignina obtida por meio desse processo não contém enxofre nem hemicelulose em quantidades significativas. Ademais, sua estrutura demonstra baixa suscetibilidade à oxidação, favorecendo assim sua aplicação na produção de itens com maior valor agregado (Doherty, Mousavioun e Fellows, 2011).

A natureza heterogênea e complexa da lignina pode resultar em propriedades indesejáveis que limitam suas aplicações comerciais. Sua forma amorfa, junto com uma ampla gama de massas molares e baixa solubilidade em solventes, restringe seu uso. Apenas uma fração reduzida é aproveitada em determinados campos aplicados; enquanto isso, a maior parte é incinerada para geração de calor (Park *et al.*, 2018).

Com base nos diferentes métodos extrativos supracitados, torna-se essencial avaliar não apenas o rendimento obtido, mas também a pureza da lignina, a fim de identificar a técnica mais eficiente e adequada para aplicações específicas.

3 METODOLOGIA

As fibras de coco empregadas neste trabalho foram disponibilizadas pela distribuidora Coco Verde Reciclado e se originaram da Cidade do Conde, na Bahia. Essas foram moídas em um moinho de facas tipo Willye modelo TE-860 da marca TECNAL localizado no Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA) da UFRJ. As fibras cominuídas passaram por peneiras granulométricas para reter o tamanho de 0,85 mm (ou 20 mesh) para os subseqüentes tratamentos Organossolve, Organossolve Lifer e Soda.

3.1 Processo Organossolve

Este procedimento e o posterior seguiram o protocolo modificado desenvolvido por Parot, Rodrig e Stevanovic (2022).

Cerca de 10 g da fibra de coco cominuídas e peneiradas foram submetidas ao processo organossolve em um reator compacto Parr 5500 Series (Figura 7), com capacidade de 600 mL. A reação ocorreu utilizando 100 mL de uma solução aquosa contendo etanol e água, na proporção volumétrica de 70:30, a uma temperatura de 180 °C por um período de 1,5 h. O controle térmico foi realizado desde a condição ambiente até 180 °C, mantendo agitação constante de 500 rpm e pressão autógena (aproximadamente 20 bar), sob supervisão do controlador Parr modelo 4848. Ao final do tempo estipulado para a reação, o reator foi rapidamente resfriado imergindo-o em um banho gelo até que atingisse a temperatura de cerca de 30 °C.

Figura 7 - Reator Parr



Fonte: Autoria própria.

Posteriormente, o meio reacional passou por filtração a vácuo, usando papel filtro quantitativo com porosidade variando entre 4-12 μm da marca Macherey-Nagel MN-615. A fase sólida resultante desta etapa consistiu na celulignina (Figura 8); fração que foi isolada, lavada com água deionizada e seca numa estufa à temperatura controlada de 40 °C durante 48 horas. Em relação a fase líquida obtida, sendo composta pelo licor, procedeu-se à precipitação da lignina solubilizada utilizando água destilada deionizada, a uma razão de licor:água de 1:4 (v/v). O processo ocorreu em temperatura ambiente e sem agitação.

Figura 8 - Celulignina do coco



Fonte: Autoria própria.

A lignina precipitada foi então isolada por meio da filtração sob vácuo, usando papel filtro Macherey-Nagel MN-615, e ressuspensa em 300 mL de água deionizada antes do novo processo de filtração. A lignina obtida (Figura 9) na filtração passou por várias lavagens com água deionizada, até que o pH das águas de lavagem alcançasse 7,0; posteriormente esse material seco ficou armazenado em estufa ajustada à temperatura de 40 °C ao longo do período de 48 h. Posteriormente, o material foi preservado em dessecador até análises subsequentes.

Figura 9 - Lignina obtida pelo processo Organossolve



Fonte: Autoria própria.

3.2 Processo Organossolve Lifer

O procedimento adotado corresponde a uma versão modificada do processo organossolve, com ajustes nas condições de extração.

Cerca de 20 gramas da fração de fibras cominuídas e peneiradas foram submetidas a um tratamento pré-extrativo em um reator de refluxo Soxhlet (Figura 10). Este processo ocorreu com 200 mL de uma solução etanol-água (1:1, v/v), permanecendo em refluxo a uma temperatura de 80 °C durante 6 horas. Após essa etapa, as fibras livres de extrativo foram isoladas por meio de filtração a vácuo, lavados com água deionizada e secas em estufa à temperatura de 40 °C, por um período total de 24 horas.

Figura 10 - Reator de refluxo



Fonte: Autoria própria.

Em seguida, aproximadamente 10 g dessa fração livre de extrativos passaram pelo processo Organossolve Lifer dentro de um reator Parr modelo 5500 Series Compact Reactor (Parr, EUA), utilizando-se para isso uma solução aquosa composta por etanol-água na proporção de 70:30 (v/v), acompanhada pela adição de 5% em relação à massa das fibras (0,5 g) de cloreto férrico hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). O experimento foi realizado sob aquecimento desde a temperatura ambiente até atingir os 180 °C, permanecendo em isoterma por 1 hora e meia. Manteve-se a agitação constante fixada em 500 rpm, em que agitação e temperatura tiveram supervisão do controlador Parr 4848 Reactor Controller.

Assim que se completou o tempo necessário para reação, o reator foi rapidamente imerso num banho de gelo até alcançar 30 °C, e então realizou-se a filtragem a vácuo do meio reacional, usando papel de filtro Macherey-Nagel MN-615.

A fase sólida obtida passou também por lavagens adicionais antes mesmo ser seca numa estufa à mesma temperatura anterior (40 °C) por 48 horas. Simultaneamente, a fase líquida resultante conhecida como licor contendo lignina solubilizada foi precipitada com água deionizada, a uma razão de licor:água de 1:4 (v/v). O processo ocorreu em temperatura ambiente e sem agitação.

Por fim, a lignina precipitada foi isolada por filtração a vácuo no papel de filtro Macherey-Nagel, MN-615, ressuspensa em 300 mL de água deionizada e refiltrada. A lignina

filtrada é lavada com água deionizada em excesso, até que o pH da água de lavagem atingisse 7,0, sendo posteriormente seca em estufa a 40 °C por 48 horas, como pode ser visto na Figura 11.

Figura 11 - Lignina após o processo Organossolve Lifer



Fonte: Autoria própria.

3.3 Processo Soda

Procedeu-se o protocolo adaptado descrito de Latif *et al.* (2021) para o processo de extração utilizando soda. Aproximadamente 10 g de fibra de coco cominuída e peneirada, foram adicionadas a 100 mL de uma solução aquosa de hidróxido de sódio a uma concentração de 30% (m/v), estabelecendo uma relação entre fibra e solução na proporção de 1:10 (m/v). O procedimento ocorreu em um reator Parr modelo 5500 Series Compact Reactor com capacidade para 600 mL, sob controle do aparelho Parr modelo 4848 Reactor Controller. Durante três horas, a reação se desenvolveu à temperatura constante de 180 °C e agitação mecânica contínua a uma velocidade de 500 rpm. Ao final desse período, o reator foi resfriado em banho gelo até atingir a temperatura de 30 °C. Em seguida, o conteúdo reacional passou por filtragem a vácuo, em papel de filtro quantitativo com porosidade entre 4-12 µm da marca Macherey-Nagel MN-615.

A fase líquida obtida após essa etapa (licor contendo lignina) foi cuidadosamente vertida em uma solução contendo ácido sulfúrico a 20% (v/v), em um volume total correspondente a 400 mL, mantendo agitação constante durante o processo. Finalmente, a suspensão resultante foi novamente submetida à filtragem a vácuo em papel de filtro de mesma porosidade. A lignina

filtrada foi lavada com água deionizada até que a água de lavagem alcançasse um pH igual a 7,0. Posteriormente, a lignina foi seca por 48 horas em estufa condicionada em 40 °C.

3.4 Análise Qualitativa da Lignina

A lignina foi caracterizada por meio de análises qualitativas, incluindo a análise espectrométrica na região do infravermelho (IV) e análise espectrométrica no ultravioleta-visível (UV-Vis).

3.4.1 Análise Espectrométrica na Região do Infravermelho (IV)

Para a análise da lignina extraída da fibra do coco, foi aplicada a técnica de refletância total atenuada (*Attenuated Total Reflectance* - ATR) com cristal de germânio. Com objetivo de realizar a análise da lignina da fibra do coco, esse método consiste em um acessório acoplado ao instrumento que possibilita a leitura de substâncias na forma pulverizada. A lignina foi previamente macerada para otimizar a detecção do material. A avaliação foi conduzida ao adicionar uma pequena quantidade da amostra sobre o cristal do equipamento de modelo Spectrum 100 fabricado pela Perkin Elmer. Foram realizadas 32 acumulações, operando-se com resolução de 4 cm⁻¹, e aquisição espectral na faixa de número de onda de 4000 a 750 cm⁻¹.

3.4.2 Espectroscopia UV-Vis (Ultravioleta-Visível)

O presente método seguiu o protocolo descrito no artigo de Mohamad Ibrahim, Chuah e Daud (2004).

Para o preparo do branco, uma solução foi preparada com 100 µL de água e 900 µL de dioxano em um frasco de 5 mL previamente lavado e seco. Essa mistura deve ser adicionada a 25 mL de solução dioxano-água, na razão 1:1 (v/v). A leitura da solução em questão foi utilizada como branco para as análises posteriores.

Para o preparo da amostra, cerca de 5 mg de lignina desumidificada são pesados e adicionados em um frasco de vidro de 15 mL previamente lavado e seco. A massa deve ser anotada com todas as possíveis casas decimais. Adicionam-se 10 mL de solução de dioxano-água, na razão 9:1 (v/v). Como o material não foi totalmente solubilizado após a agitação, o frasco contendo a solução foi fechado com tampa para evitar a volatilização do solvente. O conjunto foi submetido ao banho de ultrassom até completa solubilização do material (10 min).

Com as amostras completamente solubilizadas, como mostrada na Figura 12, uma alíquota de 1 mL dessa solução foi extraída por uma pipeta e vertida em um erlenmeyer previamente lavado e seco. Posteriormente, 25 mL de uma solução de dioxano-água, na razão

de 1:1 (v/v), foram adicionadas a essa alíquota e, por fim, submeteu-se à análise espectrofotoscópica na região supracitada.

Figura 12 - Amostras completamente solubilizadas



Fonte: Autoria própria.

Os espectrogramas de lignina são coletados na faixa do comprimento de onda de 200-400 nm. Utilizou-se cubeta de quartzo de 1 cm (1 mL) para aferição da análise. Para a realização do ensaio, devem-se preparar soluções do branco e da amostra.

Para realizar a análise espectrométrica da lignina, utilizou-se o aparelho UV-1800 Shimadzu.

3.5 Análise Quantitativa da Lignina

3.5.1 Método Klason Adaptado

Para determinação do teor de lignina presente na biomassa, utiliza-se um protocolo subsequente de hidrólises conhecido como método Klason. A determinação é realizada por gravimetria antes e após as hidrólises e deve ser executado em triplicatas.

Aproximadamente 30 mg de lignina proveniente da fibra do coco, previamente seca na estufa (40 °C), foi submetida a uma solução aquosa de 0,3 mL de ácido sulfúrico 72 % (m/m). Esse tratamento ocorreu sob agitação constante, à temperatura ambiente por aproximadamente 1 hora. Posteriormente, foram adicionados 8,4 mL de água destilada ao meio reacional, para

atingir uma concentração de ácido de, aproximadamente, 4 % (m/m), e a mistura foi autoclavada durante aproximadamente 1 hora, a uma temperatura de 121 °C e 1 atm (Effland, 1977; Gomide, 1986)

Após o processo de autoclavagem, o meio reacional passou por filtração a vácuo em cadinhos de porcelana, com porosidade na faixa de 16 a 40 µm, previamente calcinados. A fase sólida retida no cadinho, composta por resíduo insolúvel em ácido, foi lavada com aproximadamente 50 mL de água deionizada e seco em estufa a 105 °C por aproximadamente 24 horas, para a amostra livre de umidade. Posteriormente, o conjunto composto pelo cadinho e pela amostra foi pesado e sua massa total anotada.

A fase líquida resultante foi separada e armazenada para análise da lignina solúvel em ácido, bem como para mensurar a quantidade de carboidratos presentes na fibra.

3.5.2 Análise Termogravimétrica (TGA) para Determinação de Cinzas

Para o estudo, aproximadamente 5 mg da amostra foram submetidos ao TGA, em uma atmosfera de ar sintético, o que permitiu investigar o teor de cinzas da amostra da lignina. Seguiu uma adaptação das normas ASTM E1131, ISO 11358 e ASTM E1755-01. A análise foi conduzida em um aparelho de modelo TGA Pyris 1, da marca Perkin-Elmer (Figura 13), em atmosfera de ar sintético — a vazão de injeção do ar sintético foi de 30 mL/min na amostra e 50 mL/min de nitrogênio na balança. A análise procedeu com aquecimento à taxa de 20 °C/min, desde a temperatura ambiente até 105 °C por 30 min, ou até obtenção de massa constante; posteriormente, à taxa de 10 °C/min de aquecimento, realizou-se novo aquecimento desde a temperatura de 105 °C até 250 °C; a essa temperatura, estabeleceu-se uma isoterma de 30 min; seguida de novo aquecimento, em taxa de 10 °C/min, até a temperatura de 575 °C. Essa temperatura foi mantida por 3 h, ou até obtenção de massa constante. O teor de cinzas foi obtido pela relação da massa residual ao término do ensaio, pela massa de amostra obtida constante em temperatura de 105 °C.

Figura 13 - Aparelho TGA Pyris 1 Perkin- Elmer



Fonte: Autoria própria.

3.5.3 Análise Cromatográfica Líquida de Alto Desempenho (HPLC)

Para caracterização dos açúcares presentes na estrutura da lignina, procedeu-se com a análise cromatográfica líquida de alto desempenho a partir da fase líquida do hidrolisado ácido de Klason.

O HPLC é uma técnica utilizada para separar compostos químicos em solução, permitindo a distinção seletiva entre diferentes espécies químicas dentro da mesma amostra. A separação ocorre devido às particularidades das estruturas moleculares e/ou dos grupos funcionais que demonstram maior afinidade por uma das fases: móvel ou estacionária. Cada espécie química possui um tempo de migração específico, o que possibilita sua separação e análise individualizada. Para garantir essa efetividade na análise, as colunas cromatográficas são projetadas com divisões minuciosas e operam sob pressões elevadas assegurando assim um fluxo adequado do líquido injetado (Skoog et al., 2006).

Com o propósito de quantificar os carboidratos presentes na fase líquida, uma alíquota de 10 mL do hidrolisado de lignina de Klason foi separada e transferida para um béquer para ter o seu pH verificado. Após a amostra ter seu pH ajustado para 7,0 com carbonato de cálcio, essa mistura passou por uma filtração à vácuo e, logo depois, por uma filtração com filtro de seringa de 0,22 μm de porosidade. O hidrolisado foi armazenado sob refrigeração por um período máximo de 15 dias, até a data da análise.

A fase líquida foi submetida a uma coluna e foi analisada por cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC - "High-Performance Liquid Chromatography"), previamente calibrada com os padrões de celobiose, glicose, xilose, galactose e arabinose. As análises foram realizadas no Laboratório de Bioetanol do IQ-COPPE/UFRJ.

4 RESULTADOS

4.1 RENDIMENTOS DOS PROCESSOS EXTRATIVOS

Foram realizados testes para avaliar o rendimento da extração de lignina utilizando três métodos distintos: Organossolve Padrão, Organossolve Lifer e Soda. Cada método foi testado em triplicata, com os resultados detalhados nas Tabelas 1, 2 e 3 das subseções subsequentes.

Os cálculos de rendimentos foram realizados por meio da Equação 1. Foi utilizada a massa do recuperado (“lignina”) obtida após o processo, a massa de fibra de coco inserida no meio reacional e o percentual teórico adquirido experimentalmente.

$$\text{Rendimento de recuperado (\%)} = \frac{m_{\text{Rec. de lignina}}}{m_{\text{fibra}}} * 100\% \text{ (Equação 1)}$$

Em que:

$m_{\text{Rec. de lignina}}$ = massa de recuperado de lignina extraída, em gramas;

m_{fibra} = massa da amostra de fibra de coco utilizada no processo, em gramas.

Esse rendimento se refere ao extrativo obtido; entretanto, nem todo o material extraído corresponde exclusivamente à lignina. Por isso, ressalta-se que a massa obtida é o recuperado do processo extrativo, já que ele contém a lignina junto à possíveis contaminantes. Apesar de a literatura chamar de lignina todo o material proveniente do processo extrativo (incluindo-se seus contaminantes inerentes), a obtenção da lignina pura é obtida medindo-se sua pureza (apresentada de maneira discriminada por alguns autores), que será apreciada em subseções posteriores (subseção 4.2, por meio do Método de Klason). A massa de recuperado de lignina, nas tabelas abaixo, corresponde à alíquota final seca obtida após a hidrólise ácida. Essa amostra contém principalmente lignina, mas pode apresentar traços de impurezas residuais.

4.1.1 Processo Organossolve

Tabela 1 - Rendimentos do Processo Organossolve (T1, T2, T3)

	Teste 1 (T1)	Teste 2 (T2)	Teste 3 (T3)
massa da fibra (g)	10,1222	10,0334	10,1213

massa pós filt. (g)	5,7816	4,9951	5,8423
massa de lig. (g)	3,866	4,3125	4,2003
rend. (%)	38,19	42,98	41,50

Fonte: Elaboração própria.

Na Tabela 1 e 2, a massa pós-filtração é o resíduo coletado imediatamente após a filtração, contendo lignina ainda com muitas impurezas e umidade do processo. Em contraste, a massa de lignina é o material resultante após etapas adicionais de lavagem e secagem na estufa, representando a lignina em sua forma mais pura. Dessa forma, a massa pós-filtração reflete um rendimento bruto, enquanto a massa final indica o rendimento efetivo do produto.

No primeiro experimento, denominado Teste 1, foram utilizados 10,1222 g de fibra de coco. Após o processo de filtração, restaram 3,866 g de lignina foram extraídos, resultando em um rendimento de 38,19%. No Teste 2, a partir de 10,0334 g de fibra, obteve-se 4,3125 g de lignina extraída, com rendimento de 42,98%. Já no Teste 3, a massa inicial de fibra foi 10,1213 g, dos quais foram extraídos 4,2003 g de lignina, alcançando um rendimento de 41,50%.

4.1.2 Processo Organossolve Lifer

Tabela 2 - Rendimentos do Processo Organossolve Lifer (L1, L2, L3)

	Teste 1 (L1)	Teste 2 (L2)	Teste 3 (L3)
massa de fibra (g)	10,5085	10,5542	10,3436
massa pós filt. (g)	4,6672	4,9812	4,7398
massa de lig. (g)	4,6367	4,5923	4,6714
rend. (%)	44,12	43,51	45,16

Fonte: Elaboração própria.

No teste L1, foram utilizados 10,5085 g de fibra, com 4,6367 g de lignina extraída, gerando rendimento de 44,12 %. Já no L2, a massa de fibra foi de 10,5542 g e 4,5923 g de lignina extraída, resultando em rendimento de 43,51%. Por fim, no teste L3, com 10,3436 g de fibra e resultando 4,6714 g de lignina extraída, o rendimento foi de 45,16%.

4.1.3 Processo Soda

Tabela 3- Rendimentos do Processo Soda (S1, S2, S3)

	Teste 1 (S1)	Teste 2 (S2)	Teste 3 (S3)
massa de fibra (g)	10,0238	10,0274	10,1453
massa de lignina (g)	3,3148	3,6241	3,5482
rend (%)	33,07	36,14	34,97

Fonte: Elaboração própria.

Foram realizados três testes (S1, S2 e S3) para avaliar a extração de lignina a partir de fibras. No Teste S1, uma massa de fibra de 10,0238 g foi utilizada, da qual foram extraídos 3,3148 g de lignina, resultando em um rendimento de 33,07%. No Teste S2, a massa de fibra foi de 10,0274 g, com uma extração de 3,6241 g de lignina, o que corresponde a um rendimento de 36,14%. Já no Teste S3, a massa de fibra utilizada foi de 10,1453 g, com 3,5482 g de lignina extraída e um rendimento de 34,97%. O maior rendimento foi observado no Teste 2, indicando maior eficiência na extração de lignina nesse ensaio.

4.1.4 Média, Desvio Padrão e Coeficiente de Variação

A análise estatística descritiva dos dados experimentais foi realizada utilizando o Microsoft Excel da versão 2019 do Pacote Office. Foram empregadas as funções MÉDIA e DESVPAD, bem como a fórmula do coeficiente de variação (CV), obtido pela razão entre o desvio padrão e a média.

Tabela 4 - Parâmetros estatísticos dos rendimentos (%) dos métodos de extração de lignina

	Org. Padrão	Org. Lifer	Soda
Média	40,89	44,26	34,73
Desvio Padrão	2,45	0,83	1,55
Coeficiente de Variação (CV)	0,06	0,02	0,04

Fonte: Elaboração própria.

A Tabela 4 apresenta os parâmetros estatísticos dos rendimentos (%) de lignina obtidos por três métodos de extração: Organossolve (Org. Padrão), Organossolve Lifer (Org. Lifer) e

Soda. O método Organossolve Lifer apresentou o maior rendimento médio (44,27%), seguido pelo Organossolve (40,89%) e pelo método Soda (34,73%).

Embora o método Organossolve Lifer tenha apresentado o maior rendimento médio (44,26%) entre os três avaliados, é importante considerar a variabilidade experimental. A considerar o desvio-padrão do método Organossolve Lifer ($44,26 \pm 0,83$) e o organossolve padrão ($40,89 \pm 2,45$), os resultados são marginalmente próximos, podendo vir a representarem, estatisticamente, um mesmo rendimento extrativo. Entretanto, como já relatado, em termos de pureza da lignina, é preciso equacionar a fim de se avaliar aquele que apresenta maior percentual real final de lignina extraída em cada método.

4.2 MÉTODO KLASON

Dentre os contaminantes mais frequentes da estrutura da lignina, estão os carboidratos ligados covalentemente com a sua estrutura. Esses são decorrentes da clivagem da celulose e hemicelulose da matriz lignocelulósica da fibra, que permanecem ligados à molécula de lignina durante o seu processo de isolamento. A quantificação da lignina isenta de carboidratos foi realizada por meio do método Klason. O processo, que consiste em um processo de hidrólise ácida, fornece um sólido residual em sua etapa final (lignina insolúvel de Klason) e tem parte da lignina solubilizada no processo de hidrólise (até 5 % de material, a depender das condições espectroscópicas utilizadas em sua determinação). Para o cálculo da lignina insolúvel na hidrólise ácida, foram utilizadas as seguintes Equações:

$$\text{Massa final da lignina (g)} = m_{\text{conjunto}} - m_{\text{cadinho}} \text{ (Equação 2)}$$

Em que:

m_{conjunto} = massa total do conjunto formado pela amostra de recuperado de lignina e o cadinho, obtida após a etapa de secagem em estufa, em gramas;

m_{cadinho} = massa do cadinho utilizado na análise, em gramas.

$$\text{Lignina insolúvel (\%)} = \frac{m_{\text{final}} \text{ lignina}}{m_{\text{inicial}} \text{ lignina}} * 100\% \text{ (Equação 3)}$$

Em que:

$m_{\text{inicial}} \text{ lignina}$ = massa inicial do recuperado de lignina antes da hidrólise ácida, em miligramas;

$m_{\text{final}} \text{ lignina}$ = massa final de resíduo sólido após a hidrólise ácida, em miligramas.

Os cálculos foram realizados com base em dados gravimétricos, obtidos por meio da pesagem das amostras em balança analítica. A análise da lignina insolúvel refere-se à fração sólida que permanece após a hidrólise ácida. Essa separação (lignina e carboidratos) é viabilizada pela transformação química dos componentes da biomassa vegetal, em que os polissacarídeos são convertidos em produtos solúveis (Saliba *et al.*, 2001).

As Tabelas 5, 6 e 7 fornecem os dados experimentais obtidos pelo método Klason para determinação da lignina final insolúvel nas alíquotas tratadas com os três processos distintos.

Tabela 5 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Organossolve

	T1 (Org. Padrão)	T2 (Org. Padrão)	T3 (Org. Padrão)
massa inicial lig. (mg)	30,003	30,102	30,182
massa do cadinho (g)	22,2344	25,2315	25,0112
massa do conjunto (g)	22,2592	25,2552	25,0317
massa final da lig. (mg)	24,8	23,7	20,5
rendimento (%)	82,66	78,73	67,92

Fonte: Elaboração própria.

Tabela 6 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Organossolve Lifer

	L1 (Org. Lifer)	L2 (Org. Lifer)	L3 (Org. Lifer)
massa inicial lig. (mg)	30,008	30,02	30,178
massa do cadinho (g)	25,3025	25,3816	25,2938
massa do conjunto (g)	25,3273	25,4054	25,3208
massa final da lig. (mg)	24,8	23,8	27
rendimento (%)	82,64	79,28	89,47

Fonte: Elaboração própria.

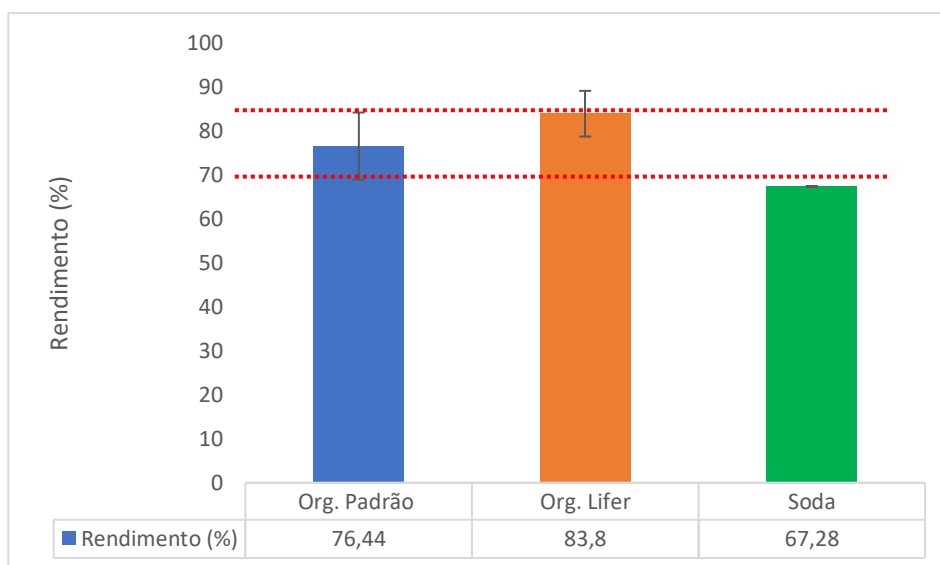
Tabela 4.7 - Rendimento da lignina insolúvel obtida pelo método Soda

	S1 (Soda)	S2 (Soda)	S3 (Soda)
massa inicial lig. (mg)	30,034	30,046	30,308
massa do cadinho (g)	25,0074	23,2224	25,233
massa do conjunto (g)	25,0291	23,2422	25,2523
massa final da lig. (mg)	21,7	19,8	19,3
rendimento (%)	72,25	65,90	63,68

Fonte: Elaboração própria.

Analisando os dados das médias e desvios-padrão dos resultados, o gráfico da Figura 14 sintetiza os resultados obtidos dos três tipos de tratamentos aplicados a três diferentes amostras.

Figura 14 - Rendimento (%) das ligninas insolúveis pelo Método Klason



Fonte: Elaboração própria.

Da mesma forma que para o recuperado de lignina, o processo Organossolve Lifer apresentou um valor médio que, em se considerando o desvio-padrão, pode se equiparar, estatisticamente, ao mesmo resultado encontrado pelo processo Organossolve padrão. As linhas pontilhadas em vermelho no gráfico mostram isso pela interseção da barra de desvio-padrão da lignina organossolve padrão com a lignina organossolve Lifer. O processo soda, segue sendo

aquele que apresentou menor rendimento entre as técnicas de extração estudadas, indicando maior contaminação com carboidratos na amostra.

A cerca da lignina solúvel, contida na fase líquida do hidrolisado, igualmente foi aqui, no presente trabalho, desprezada. Para sua determinação, quantifica-se o seu teor presente na fase líquida do hidrolisado por espectrofotometria na região do ultravioleta (UV). Entretanto, a literatura não é unânime na sua determinação. Primeiro porque a escolha do comprimento de onda para avaliação não é consagrada. Na literatura, os autores usualmente empregam 198 nm, 280 nm e 240 nm. Em cada um desses casos, interferentes (*e.g.* proteínas, açúcares de degradação) podem se somar à quantificação, superestimando o resultado. Ademais, o coeficiente de extinção (ou absortividade) necessário para o cálculo (lei de Lamber-Beer) depende da biomassa, no que não se identificou nenhum valor adequado para a lignina de coco na bibliografia. Mesmo na escassa literatura que trabalhou com lignina de coco, os autores não foram claros no coeficiente de extinção utilizado, no que os cálculos sugeriram terem sido utilizados valores de madeira. Dessa maneira, esse parâmetro requer investigações futuras, no que o presente trabalho optou por desprezá-la, pressupondo-se que usualmente, a lignina se solubiliza em meio ácido em cerca de 2 a 3 %.

Como conclusão, a pureza da lignina levou em consideração apenas a lignina insolúvel de Klason. Em termos absolutos, a lignina obtida pelo processo Organossolve Lifer apresentou maior rendimento extrativo e uma lignina de maior pureza dentre as demais. O processo Lifer tem esse apelativo de apresentar uma lignina com maior pureza em relação à técnica organossolve padrão. Embora a lignina solúvel tenha sido desprezada, na caracterização da pureza, estatisticamente, ela não se diferenciou do processo padrão, sugerindo não haver uma vantagem em relação a esse quesito, quando para o uso da fibra de coco.

Visando a avaliar outro possível contaminante das técnicas, afim de investigar a questão, a determinação dos inorgânicos presentes (cinzas) foi realizada.

4.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) PARA DETERMINAÇÃO DAS CINZAS

De acordo com Latif *et al.* (2021), a fibra de coco submetida ao processo soda (lignina soda) apresentou um teor de cinzas de $2,50 \pm 0,01\%$. Por outro lado, em estudo conduzido por Melo (2013), utilizando o processo Organossolve (lignina Organossolve), apresentou um teor de cinzas de $1,80 \pm 0,02\%$. No levantamento feito por Schultz (2022), a lignina obtida pelo processo soda apresentou teor de cinzas variando entre 0,7 % e 2,3 % (m/m), refletindo a presença residual de compostos inorgânicos. Já no processo organossolve, foi observado um teor médio de cinzas em torno de 1,7 % (m/m).

Para determinação do teor de inorgânicos, procede-se com um protocolo de avaliação de cinzas da biomassa estudada. Para tanto, a norma estabelecida e consagrada prevê o uso de 1,0 a 1,5 g de biomassa. Essa alíquota é submetida à temperatura de 575 °C, com taxas de aquecimento controlado e isothermas definidas ao longo do procedimento, determinando-se gravimetricamente pela massa residual o percentual relativo de cinzas (inorgânicos) inerentes à biomassa estudada. Tendo em vista a limitação mássica do presente trabalho, a determinação de cinzas das ligninas do presente trabalho utilizou uma adaptação das normas-padrão de cinzas em biomassa (ASTM E1755-01) e de cinzas por análise termogravimétrica em plásticos e compostos poliméricos (ASTM E1131 e ISO 11358). Tal método permite o uso de uma alíquota de 5 a 10 mg de massa para caracterização.

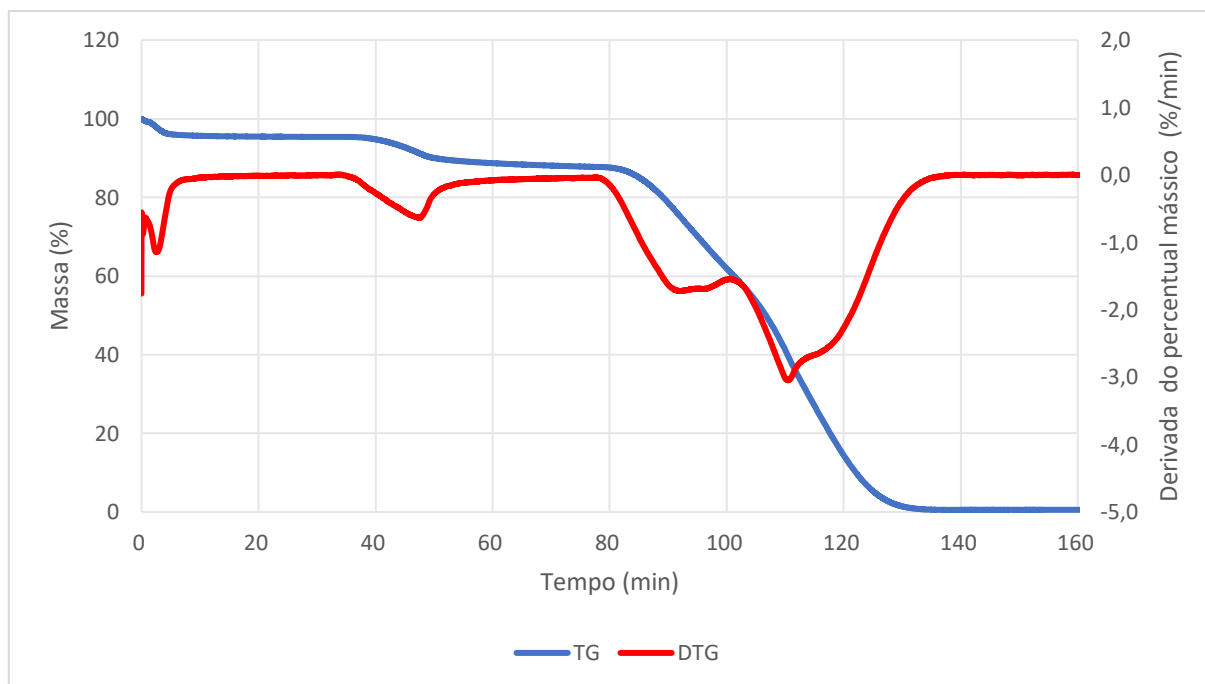
A análise termogravimétrica, conhecida como TGA, é uma técnica que permite observar a diminuição de massa de uma determinada substância à medida que a temperatura aumenta. O aquecimento da amostra ocorre segundo uma programação previamente definida e sob uma atmosfera controlada. Além disso, a derivada da curva resultante do TGA, chamada DTG, pode ser obtida por meio desse mesmo procedimento (Souto, 2014). A utilidade desse método possibilita determinar, por exemplo, a temperatura em que se inicia a decomposição do material. Sendo assim, é possível analisar diversas propriedades do material, incluindo estabilidade térmica e oxidativa, taxa de decomposição térmica, composição química, cinética de decomposição, estimativa da vida útil e percentual de voláteis (Rodrigues e Marchetto, 2002).

Análises térmicas das ligninas da fibra de coco foram realizadas para se verificarem os seus teores de cinzas. Para tanto, o processo utilizou atmosfera oxidativa (ar sintético) para simular o processo. As curvas termogravimétricas estão ilustradas nas Figuras 15, 16 e 17, em que o eixo das ordenadas indica a porcentagem de perda de massa e o eixo das abscissas representa o tempo.

As curvas de DTG aqui incluídas, foram apresentadas para se evidenciar as taxas de decomposição, bem como as inflexões de onde iniciam e encerram os eventos de decomposição mássicas.

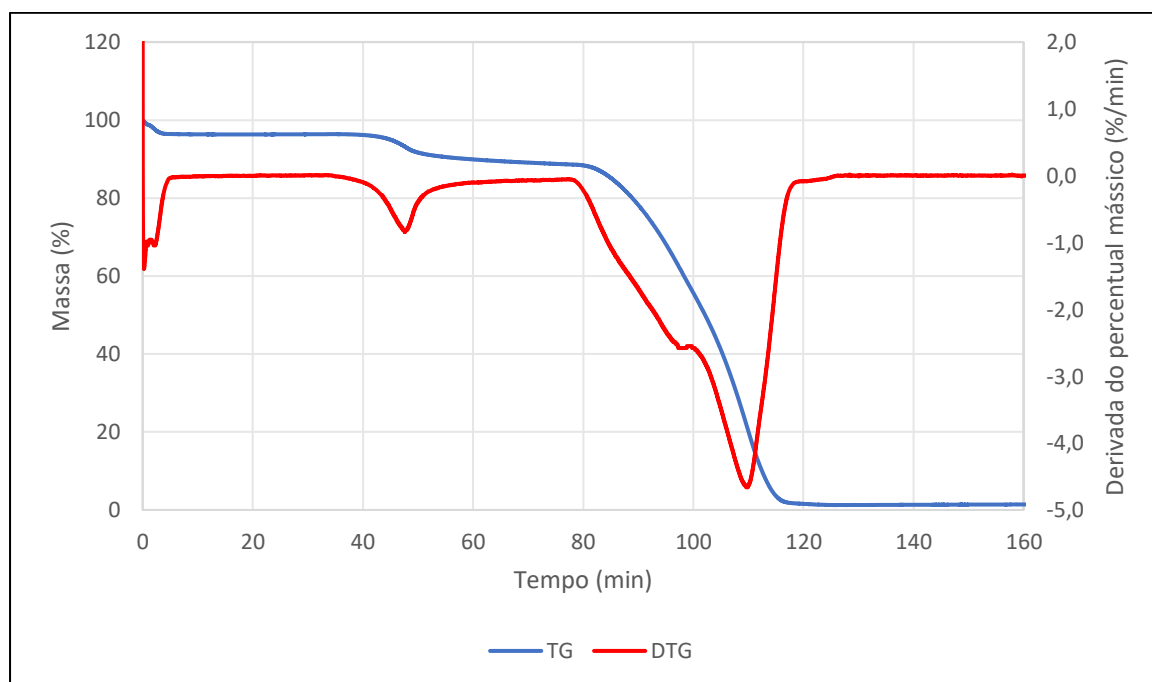
Essas análises foram realizadas em uma única determinação, em que a escolha da réplica analisada pelo TGA foi feita arbitrariamente.

Figura 15 - Análise térmica da lignina T2



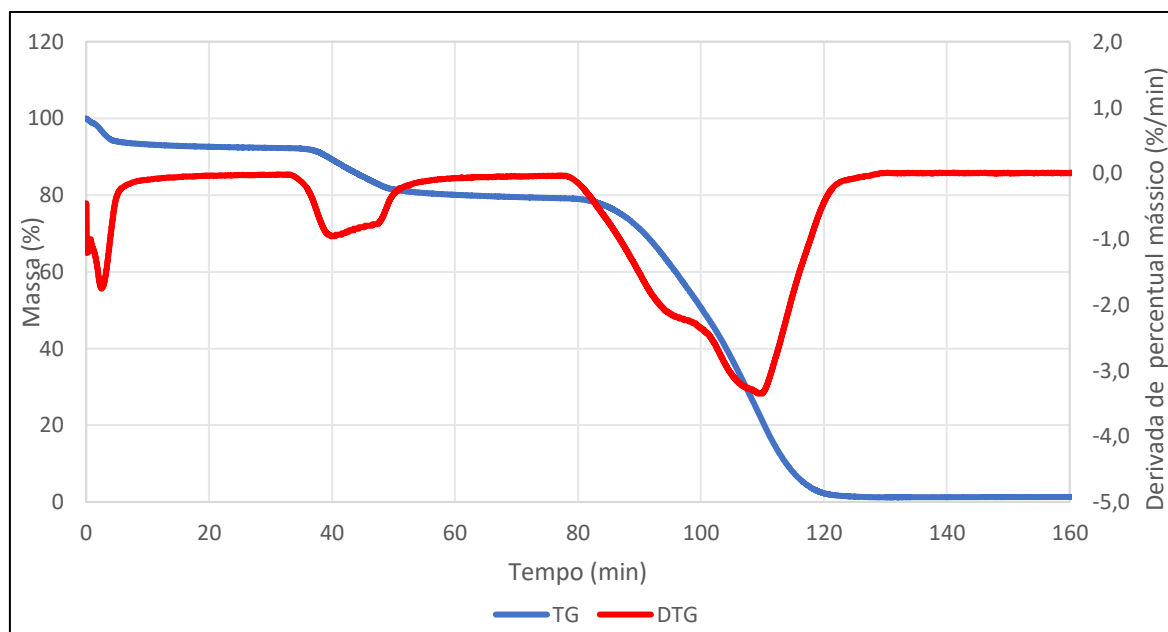
Fonte: Elaboração própria.

Figura 16 - Análise térmica da lignina L2



Fonte: Elaboração própria.

Figura 17 - Análise térmica da lignina S2



Fonte: Elaboração própria.

A Tabela 8 resume os resultados obtidos pelas análises de TGA. As massas foram obtidas em condições de massa constante, em que não foram evidenciadas variações na curva da TGA e da DTG. A massa inicial (M_{inicial}) corresponde à alíquota inicial da análise. A massa desumidificada ($M_{\text{desumidificada}}$) é aquela obtida à massa constante após uma isoterma de 105 °C. Essa massa é tida como referência para determinação das cinzas. A massa final (M_{final}) corresponde às cinzas da amostra, como resíduo após a exposição isotérmica de 575 °C e obtenção de massa constante.

Tabela 4.8 – Teor de cinzas das ligninas

	M_{inicial} (mg)	$M_{\text{desumidificada}}$ (mg)	M_{final} (mg)	Cinzas (%)
Org. Padrão	3,425	3,271	0,019	0,05
Org. Lifer	3,454	3,327	0,046	1,38
Soda	4,387	4,064	0,055	1,35

Fonte: Elaboração própria

Dentre as amostras analisadas, a Organossolve Padrão foi a que apresentou menor percentual de cinzas. Considerando que todas as amostras foram lavadas exaustivamente com água deionizada, até a obtenção de pH neutro na água de lavagem para todas as réplicas, pressupõem-se que as cinzas remanescentes pudessem ser sais aprisionados às partículas de

lignina precipitadas no processo de recuperação. Esses sais são mais evidentes nos processos Organossolve Lifer e Soda. No primeiro, a inserção de FeCl_3 no processo de isolamento da lignina a partir da fibra, pode ser uma justificativa. No processo soda, o $\text{Na}_2(\text{SO}_4)$ formado no processo de precipitação da lignina talvez se justifique. Neste, utiliza-se o ácido sulfúrico para precipitação da lignina por ajuste de pH. O ácido sulfúrico, no meio alcalino do licor negro (NaOH), forma como subproduto o $\text{Na}_2(\text{SO}_4)$.

Esse resultado apenas corrobora conclusões anteriores. A considerar as “contaminações” por sais junto às amostras, os percentuais aqui encontrados não mudariam as conclusões obtidas em torno das purezas das ligninas Organossolve Lifer e Padrão serem estatisticamente semelhantes, o que mantém essas duas ligninas como as mais puras entre os processos extrativo.

4.4 CARACTERIZAÇÃO QUALITATIVA DA LIGNINA

4.4.1 Análise Espectrométrica na Região do Infravermelho (IV)

A espectroscopia na região do infravermelho (IV) é uma metodologia amplamente empregada na análise de compostos orgânicos, tanto de fontes naturais quanto resultantes de processos de síntese e transformação. Essa técnica consiste em espectroscopia por absorção que opera na faixa de números de onda entre 14.290 e 200 cm^{-1} . Nesse processo, quando uma molécula intercepta radiação eletromagnética que possui a mesma frequência que uma de suas ligações químicas, ocorre a absorção da radiação proveniente da fonte (Lopes e Fascio, 2004; Silverstein, Webster e Kiemle, 2005; Souto, 2014).

A análise dos espectrogramas de infravermelho permitiu a investigação dos principais grupos funcionais presentes das ligninas obtidas. Foram realizadas análises espectroscópicas de IV nas réplicas de todas as amostras. Para um mesmo tipo de lignina, utilizou-se a função de comparação (*compare*) do software (SpectrumTM) do equipamento para avaliar as réplicas. Essa função faz uma análise de conformidade/similaridade entre os espectrogramas analisados. O critério definido para comparação espectral foi o limite de similaridade, que tem como algoritmo de implementação a correlação de Pearson entre os espectros. O critério de similaridade definido foi maior ou igual a 98 % de correspondência para aceitação. Todas as réplicas passaram no teste, apresentando similaridade igual ou superior a esse percentual. Dessa forma, as réplicas apresentaram funções orgânicas similares em suas composições.

Dadas as similaridades, escolheram-se arbitrariamente uma das réplicas de cada condição extrativa para apreciação das suas atribuições espectrais. As Figuras 18, 19 e 20 apresentam, respectivamente, os espectrogramas obtidos das réplicas T1 (Organossolve Padrão),

L1 (Organossolve Lifer) e S1 (soda). As designações das bandas nos espectros estão apresentadas na Tabela 9.

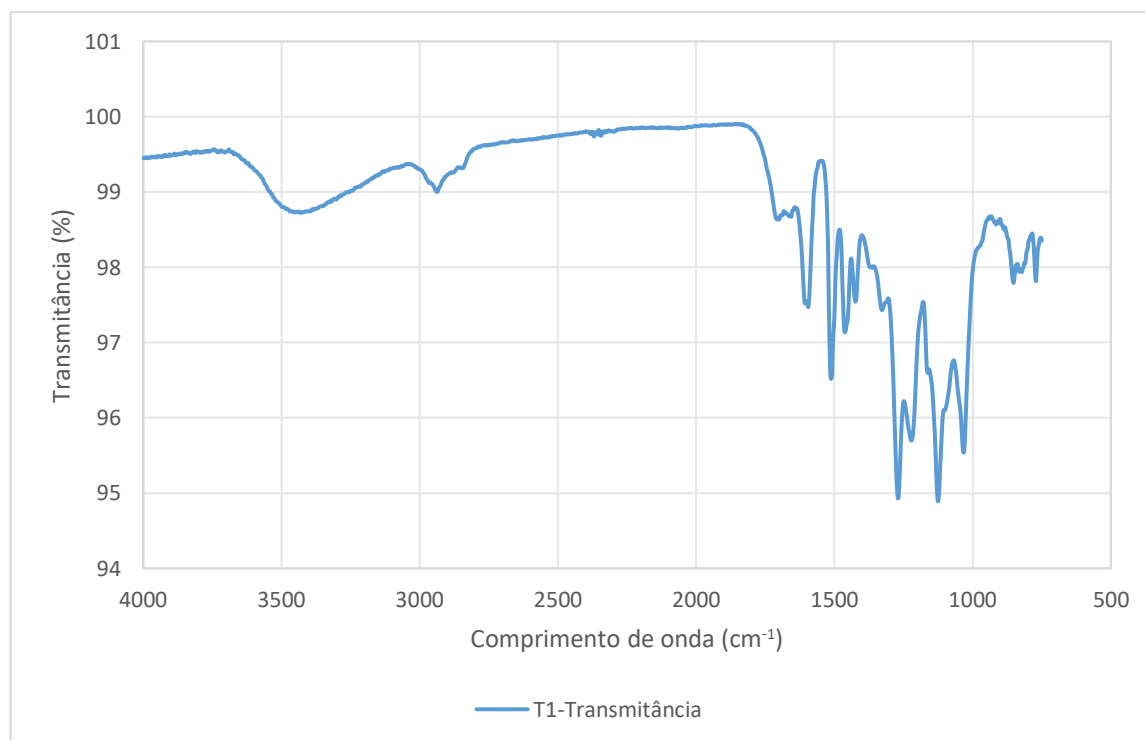
Tabela 9 - Atribuições das frequências no infravermelho para as ligninas

Comprimento de onda (cm^{-1})	Atribuições
3400	Grupos hidroxílicos
3000	C-H aromático
2936 – 2850	C-H alifático
1720 – 1690	C=O não conjugada
1675 – 1650	C=O conjugada
1656	C=O de cetonas conjugadas
1470 – 1460	C-H de grupos metílicos
1430 – 1415	C-C de anéis aromáticos
1275 – 1265	C-O de anéis guaiacílicos
1240 – 1230	C-O de anéis siringílicos
1140 – 1085	C-O de álcoois secundários
1035 – 1030	C-O de álcoois primários
915 – 815	C-H aromáticos

Fonte: Adaptado de Moraes, 1992 e Saliba *et al.*, 2001.

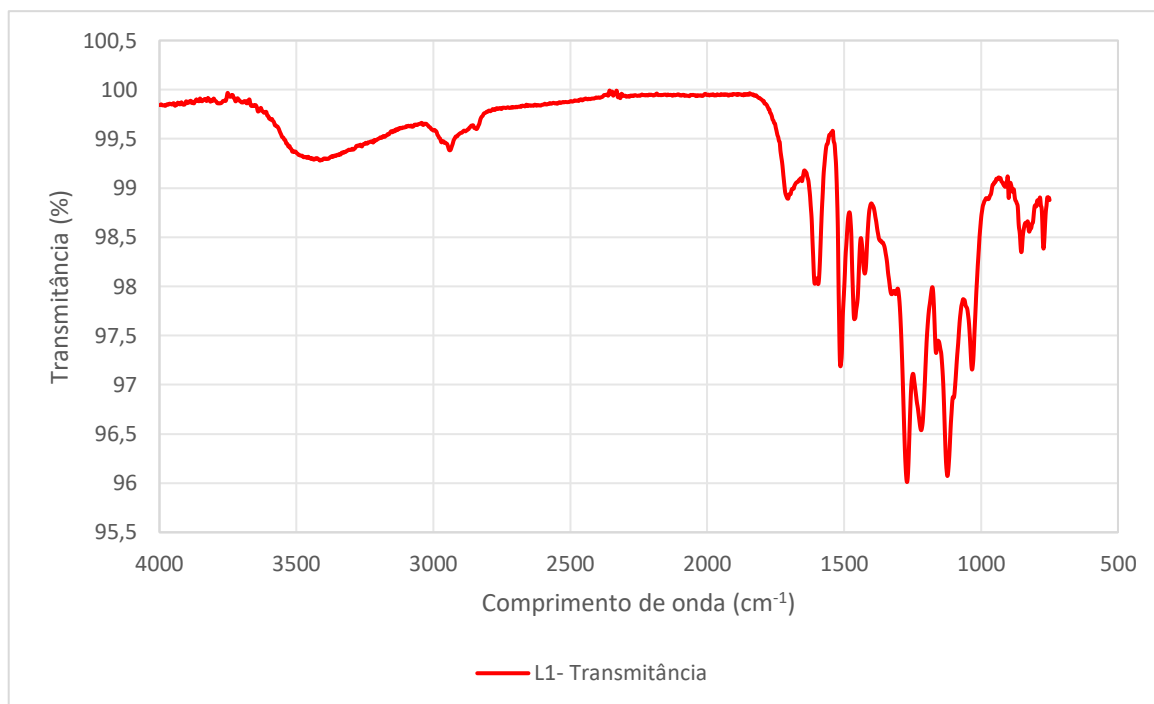
Foi possível notar nos espectrogramas que as amostras não mostraram alterações estruturais relevantes, o que sugere a preservação dos principais grupos de ligninas.

Figura 18 - Espectrograma de infravermelho da lignina T1



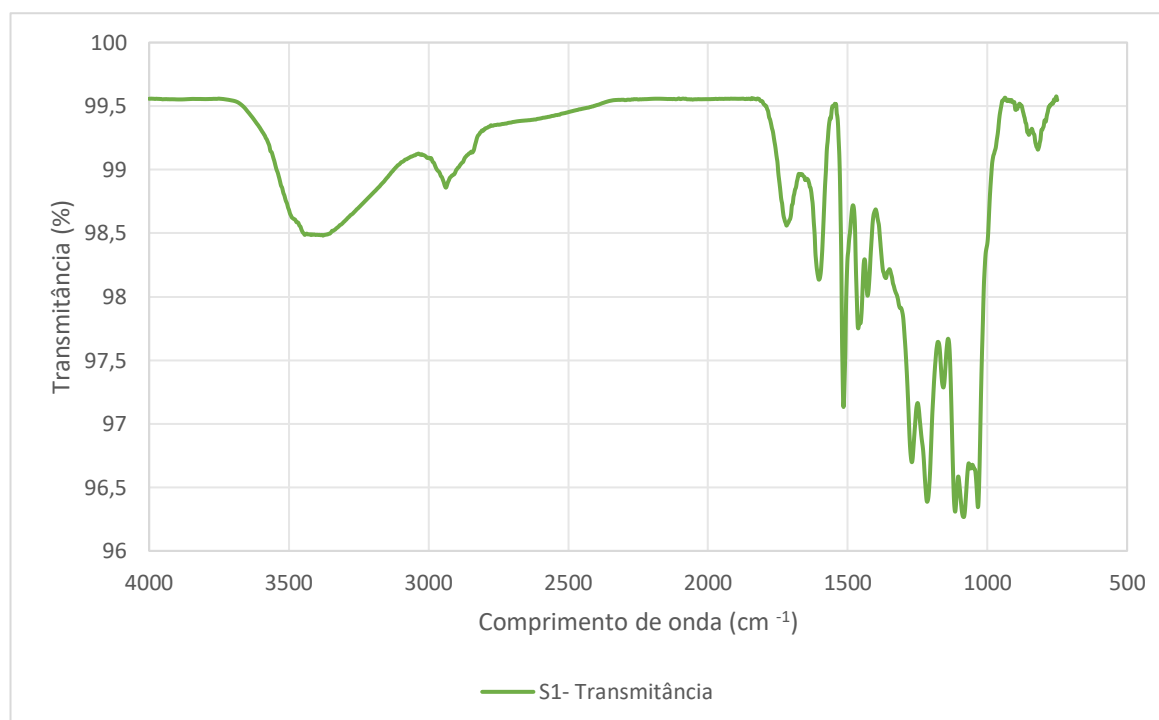
Fonte: Elaboração própria.

Figura 19 - Espectrograma de infravermelho da lignina L1



Fonte: Elaboração própria.

Figura 20 - Espectrograma de infravermelho da lignina S1



Fonte: Elaboração própria.

Foi possível identificar, em todos os espectrogramas obtidos, uma banda larga na região entre 3400 e 3200 cm^{-1} , que é geralmente atribuída a grupos hidroxílicos, como os encontrados em lignina, celulose e água. Essa banda pode indicar a presença de umidade residual ou grupos hidroxilas livres. Na faixa de 2915 até 2850 cm^{-1} , observam-se bandas médias associadas ao estiramento C–H de cadeias alifáticas presentes na celulose, hemicelulose e lignina.

Uma absorção significativa próxima de 1500 cm^{-1} está relacionada ao estiramento C=C de anéis aromáticos, característico da lignina, e também pode sugerir ligações C=O conjugadas. Por fim, a região complexa de 1230 até 1020 cm^{-1} abrange contribuições de C–O–C de éteres e ésteres, além de C–O de álcoois secundários, como os encontrados na celulose.

A análise de L1 revela um padrão nas bandas bem semelhante ao da amostra de T1, mas com absorções mais intensas, o que sugere uma maior concentração de grupos funcionais e uma menor transmitância geral, indicando maior absorção de luz. Os picos principais observados em L1 incluem uma banda entre 3300 e 3400 cm^{-1} , que é mais intensa do que em T1, indicando uma forte presença de grupos O–H (hidroxilas). Isso pode sugerir uma quantidade maior de umidade ou a presença de celulose exposta.

Em L1, na faixa de 2915 cm^{-1} , a absorção é moderada e está associada ao estiramento de C–H alifático. A banda em 1730 cm^{-1} é mais evidente em L1, correspondendo ao estiramento C=O, o que pode indicar uma maior presença de hemicelulose e sugere a presença de materiais oxigenados ou degradados.

Além disso, ainda para L1, a região entre 1240–1030 cm^{-1} é intensa e ampla, refletindo a presença de C–O–C e C–O, que estão associados a polissacarídeos estruturais, como celulose e hemicelulose, sugerindo uma riqueza em materiais estruturais na amostra L1.

Por fim, L1 tem maior intensidade de absorção, com, sutilmente, mais grupos funcionais detectáveis. Isso pode indicar maior grau de modificação química, maior hidratação ou menor pureza.

A análise de S1 revela um perfil semelhante ao observado em T1 e L1, mas com intensidades e definições de picos mais marcantes, especialmente nas regiões aromática e C–O. Isso sugere que S1 pode representar uma fração mais pura de lignina. Especificamente, na faixa de 1700 até 1600 cm^{-1} , observa-se um estiramento C=O, que corresponde a carbonilas conjugadas. Essa presença indica estruturas aromáticas conjugadas, como as encontradas na lignina guaiacil e siringil. Além disso, essa absorção também pode estar relacionada à oxidação parcial da lignina, evidenciando a complexidade e a pureza da fração analisada em S1.

Ainda sobre a amostra S1, a região entre 1500–1450 cm^{-1} revela deformações de anéis aromáticos (C=C), que estão fortemente associadas à estrutura aromática da lignina. Essa faixa

é crucial para entender a conformação e a estabilidade das estruturas aromáticas presentes. Na região de 1260–1000 cm^{-1} , observa-se uma intensidade significativa com múltiplos picos, refletindo a presença de diferentes grupos funcionais. Esses picos estão associados ao C–O de ésteres e compostos aromáticos, bem como ao C–O–C (éteres), que são encontrados nas ligações internas da lignina. Além disso, essa região também pode incluir contribuições de deformações C–H fora do plano dos anéis aromáticos, evidenciando a complexidade estrutural da lignina.

Na faixa de 890 a 800 cm^{-1} , os picos são relacionados a ligações C–H fora do plano, típicos de substituições no anel aromático, especialmente nas posições 1,3 ou 1,4. Essas características adicionais reforçam a ideia de que S1 é uma fração mais pura de lignina, com uma estrutura aromática bem definida e complexa.

Outra banda que distingue o espectrograma da amostra S1 das demais é o intenso pico associado aos grupos hidroxílicos em torno de 3400 cm^{-1} . Vale ressaltar novamente que há variações na transmitância de certos grupos em comparação com os espectrogramas anteriores, sendo essas diferenças proporcionais à presença dos elementos relacionados ao sinal correspondente.

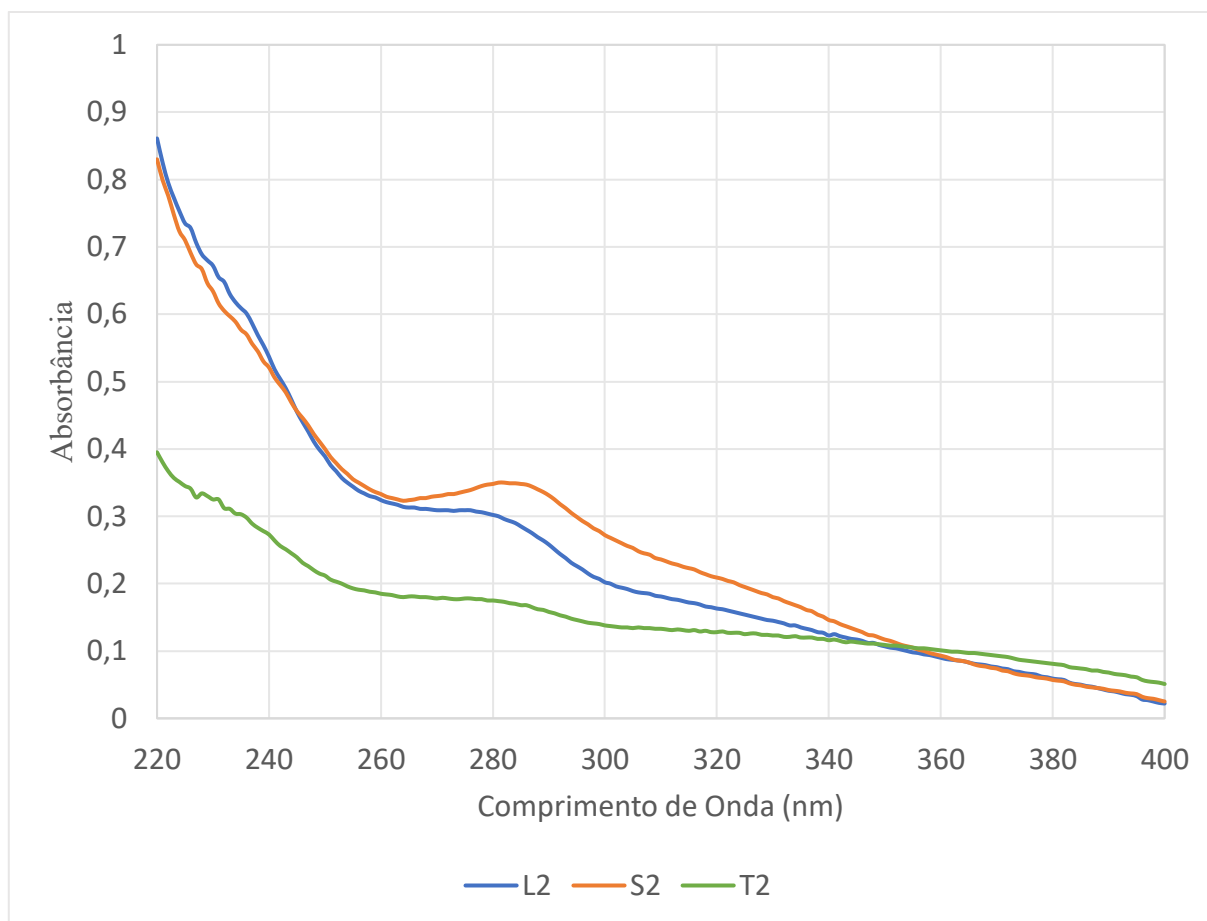
4.4.2 Análise Espectrométrica na Região do Ultravioleta- Visível (UV-Vis)

A técnica de espectroscopia na faixa do ultravioleta (UV) é aplicável tanto em análises qualitativas quanto quantitativas de ligninas em solução. Essa abordagem permite a caracterização das propriedades moleculares e as alterações estruturais que podem ocorrer. A região do UV abrange comprimentos de onda entre 100 e 400 nm, sendo que qualquer composto químico capaz de absorver radiação dentro desse intervalo pode ser identificado pelo equipamento (Souto, 2014).

De acordo com Marabezi (2009), a espectroscopia de UV-Vis é uma análise relevante para ligninas devido à sua estrutura aromática. Cada composto fenólico possui uma absorbância distinta, o que torna essa técnica útil na identificação das possíveis composições da lignina.

A intensidade do pico máximo de absorção e a respectiva posição são indicativos do tipo de lignina, das modificações químicas realizadas durante os processos de isolamento e do solvente utilizado nas medições fotométricas. Embora existam variações nos espectros UV para diferentes tipos de lignina, um perfil típico deve apresentar um pico máximo em torno dos 280 nm, além dos picos adicionais situados entre 200 e 208 nm. Ademais, compostos com grupos fenólicos não condensados tendem a exibir uma banda próxima aos 230 nm (Marabezi, 2009).

Figura 21 - Espectrograma de UV-Vis das Ligninas (T2, L2, S2)



Fonte: Elaboração própria.

Foi possível observar que os espectrogramas (Figura 21) apresentam comportamentos bastante semelhantes com pequenas diferenças podem estar associadas aos métodos extrativos ou modificações químicas. As três amostras apresentam espectros muito semelhantes, com curvas praticamente sobrepostas, indicando que essas ligninas compartilham características estruturais similares no que diz respeito à absorção de luz UV-Vis.

Observa-se um pico bastante acentuado exatamente nessa região inicial do espectrograma, em que as três amostras (T2, L2 e S2) apresentam valores elevados de absorbância. Isso confirma o resultado obtido por Fengel e Wegener (1984) que apontam a existência do máximo de absorção com um alto valor de absorvidade na região de 200 e 208 nm.

Os comprimentos de onda inferiores a 220 nm foram desconsiderados, pois estão sujeitos à interferência do dioxano na análise. A instabilidade na faixa de 200 nm pode ser atribuída à absorção do solvente dioxano, e essa interferência é conhecida como *cutoff* (MOHAMAD IBRAHIM *et al.*, 2004).

Visualmente, há uma curvatura ou inflexão leve ao redor de 230 nm para todas as amostras. Essa região não apresenta um pico definido como o anterior, mas sim uma mudança sutil na inclinação da curva, o que é típico de um ombro. Segundo Marabezi (2009), o pico observado em 230 nm é característico de grupos fenólicos não condensados.

Observa-se, de fato, um pico mais discreto entre 270 e 280 nm, visível nas três curvas, embora com intensidade bem menor comparada ao pico em 200–208 nm.

4.5 CARACTERIZAÇÃO COMPLEMENTAR

4.5.1 Análise Cromatográfica Líquida de Alto Desempenho (HPLC)

A técnica de cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC) foi empregada para quantificar os carboidratos contidos na lignina, revelando a presença de dois tipos específicos. Este achado é consistente com os métodos seletivos utilizados para extrair a lignina, que preservam tanto a celulose quanto a hemicelulose. Os dados obtidos indicam vestígios de açúcares que estão covalentemente ligados à estrutura da lignina.

O teor dos carboidratos presentes na fibra foi avaliado através da mesma técnica HPLC. Os carboidratos examinados incluíram celobiose, glicose, xilose, galactose e arabinose. A análise revelou apenas pequenas concentrações de xilose e glicose nas amostras testadas; por outro lado, não foram detectados celobiose, galactose ou arabinose em nenhuma das amostras analisadas. Essa distribuição sugere uma baixa prevalência desses determinados carboidratos na amostra estudada.

Sabe-se as massas iniciais das amostras recuperadas submetidas ao método Klason e também as concentrações individuais dos diferentes carboidratos; assim sendo possível calcular o percentual destes em relação à massa total das respectivas amostras.

A Tabela 10 apresenta os resultados da análise de glicose e xilose em três amostras diferentes (T2, L2 e S2), usando cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC). Para cada amostra, foram registradas as seguintes informações.

Tabela 10 - Resultados da análise de açúcares

	Concentração dos açúcares (mg/mL)	Massa da amostra (mg)	Massa de açúcar (mg)	% dos açúcares
Glicose T2	0,0335	30,136	0,29145	0,97
Glicose L2	0,1259	30,02	1,09533	3,65

Glicose S2	0,2037	30,046	1,77219	5,90
Xilose T2	0,0926	30,136	0,80562	2,67
Xilose S2	0,2075	30,046	1,80525	6,01

Fonte: Elaboração própria.

Na tabela acima, constam outras informações relevantes, entre elas o fato de que um volume constante de 8,7 mL foi utilizado para todas as amostras. A massa de açúcar obtida foi calculada com base na concentração de açúcar presente em cada amostra, aplicando a relação entre concentração e volume. Essa metodologia possibilitou a determinação da quantidade de açúcar em miligramas (mg) para cada uma das amostras analisadas.

A amostra T2 apresentou a menor concentração de glicose, com 0,0335 mg/mL, resultando em uma massa de 0,29145 mg do açúcar, o que representa, aproximadamente, 0,97% da amostra. L2 teve uma concentração intermediária (0,1259 g/mL), com 1,09533 mg de glicose, equivalente a 3,65% da amostra. Já a S2 possui a maior concentração de glicose (0,2037 mg/mL), resultando em 1,77219 mg, ou 5,90% da amostra.

Em relação à xilose, T2 apresentou uma concentração de 0,0926 mg/mL, resultando em 0,80562 mg do açúcar, o que representa 2,67% da amostra. Já a S2 teve a maior concentração entre as duas (0,2075 mg/mL), com 1,80525 mg de xilose, correspondente a 6,01% da amostra.

A amostra S2 apresentou os maiores valores tanto para glicose (5,90%) quanto para xilose (6,01%), indicando que esta amostra possui o maior teor total de açúcares entre todas. T2 teve os menores percentuais de glicose (0,97%) e xilose (2,67%), indicando baixo teor de açúcares. Amostra L2 foi analisada apenas para glicose, apresentando um valor intermediário (3,65%). Não há dados de xilose para essa amostra.

O somatório dos percentuais de glicose e xilose mostra que S2 tem, aproximadamente, 11,9% de açúcares, e T2 tem cerca de 3,64%. Já L2 tem apenas o valor de glicose (3,65%), enquanto a xilose não foi quantificada.

A xilose é um açúcar simples (um monossacarídeo) que é o principal bloco de construção da hemicelulose, um tipo de polissacarídeo encontrado nas paredes celulares das plantas. A hemicelulose, por sua vez, é uma mistura heterogênea de polímeros de açúcares, incluindo xilose, arabinose, galactose e outros.

Isso sugere que a amostra S2 foi a mais eficiente ou mais degradada em termos de liberação de açúcares, sendo um possível indicativo de um tratamento mais eficiente.

5 CONCLUSÕES

A lignina da fibra de coco (extraída do mesocarpo do fruto do coqueiro *Cocos nucifera*) apresenta uma composição química baseada nas unidades estruturais guaiacil (G), siringil (S) e p-hidroxifenil (H). O coqueiro, embora não seja uma gramínea no sentido botânico estrito, é uma monocotiledônea, assim como as gramíneas. Dessa forma, a lignina da fibra de coco compartilha características químicas e estruturais mais próximas da lignina de gramíneas do que das ligninas de madeiras folhosas (hardwoods) ou coníferas (softwoods). Portanto, na classificação da lignina por origem vegetal, a lignina da fibra de coco se enquadra entre as ligninas de gramíneas.

Os resultados obtidos na extração de lignina a partir da fibra de coco, por meio dos métodos Organossolve Padrão, Organossolve Lifer e Soda, revelaram diferenças significativas em rendimento, preservação estrutural e consistência. Entre os métodos analisados, o Organossolve Lifer se destacou como o mais eficiente, apresentando um rendimento médio de 44,27%. Esse resultado indica não apenas uma maior capacidade de extração de lignina, mas também a preservação de suas propriedades químicas e estruturais, fator essencial para sua aplicação industrial.

A baixa variação nos resultados do Organossolve Lifer, com desvio padrão de apenas 0,83 e coeficiente de variação de 1,89%, reforça sua reprodutibilidade e confiabilidade. Em contraste, o método Soda apresentou o menor rendimento médio (34,73%), indicando menor eficiência na extração e maior degradação da lignina. Essa degradação pode estar associada à quebra excessiva das ligações químicas durante o processo alcalino, comprometendo a integridade da lignina obtida.

O Organossolve Padrão, por sua vez, mostrou um rendimento intermediário, porém com maior variabilidade entre os testes, o que pode limitar sua aplicação em contextos industriais que demandam repetibilidade.

As análises térmicas e espectroscópicas confirmaram a preservação das propriedades da lignina nos métodos menos agressivos. A análise termogravimétrica indicou estabilidade térmica até cerca de 250–300 °C, enquanto a espectroscopia no infravermelho revelou a manutenção dos principais grupos funcionais.

Já a quantificação de carboidratos por HPLC evidenciou a ausência de xilose na amostra S2, o que sugere que o uso de FeCl_3 no Organossolve Lifer contribuiu para a remoção efetiva da hemicelulose durante a extração. A remoção seletiva desse componente pode ser vantajosa para aplicações que exigem uma lignina com menor contaminação de polissacarídeos.

As análises de cinzas e impurezas revelaram ainda valores de 3,27% para o Organossolve Padrão, 4,67% para o Organossolve Lifer e 11,95% para o método Soda, indicando uma variação expressiva na presença de resíduos não lignocelulósicos entre os métodos. Contudo, foi observada uma diferença significativa entre o teor de lignina Klason e o valor calculado de impurezas, o que pode ser atribuído a diversos fatores. Entre eles, destaca-se a carbonização parcial de carboidratos durante a hidrólise ácida, que pode levar à superestimação da lignina Klason. Além disso, a presença de lignina solúvel em ácido, não contabilizada pela metodologia de Klason, pode subestimar o valor real de lignina total. Outros fatores possíveis incluem resíduos de proteínas, ceras ou lipídeos, que não são removidos por lavagens convencionais e podem interferir nas análises gravimétricas, bem como umidade residual, que afeta diretamente os cálculos de rendimento e impurezas. Esses aspectos reforçam a necessidade de análises complementares para uma caracterização mais precisa da lignina extraída.

A valorização da lignina, portanto, não se limita ao seu uso como subproduto, mas emerge como uma alternativa promissora para reduzir impactos ambientais e fomentar a sustentabilidade da agroindústria. Métodos de extração que maximizam o rendimento e preservam a estrutura da lignina, como o Organossolve Lifer, oferecem potencial significativo para aplicações industriais e científicas. Sua eficiência, seletividade e reprodutibilidade o destacam como a abordagem mais promissora entre os métodos testados.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como os métodos de extração de lignina avaliados neste estudo demonstraram variações significativas em eficiência e na capacidade de preservação das características desejáveis do material, o método Organossolve Lifer se destacou como o mais eficaz. Tal resultado apresenta implicações relevantes não apenas para aplicações industriais, mas também para pesquisas científicas voltadas à extração e utilização da lignina como matéria-prima.

Futuros estudos devem se concentrar na otimização do processo Organossolve Lifer, investigando parâmetros operacionais como tempo, temperatura, concentração de solventes e tipo de catalisador, visando ao aumento do rendimento e à redução de impurezas. Além disso, a exploração das propriedades funcionais da lignina extraída — como potencial antioxidante, atividade antimicrobiana, capacidade de complexação e propriedades térmicas — poderá abrir caminho para aplicações específicas em áreas como biopolímeros, adesivos, cosméticos, embalagens e fármacos.

Outro aspecto crucial é a avaliação da viabilidade econômica em escala industrial, considerando fatores como custo de reagentes, reaproveitamento de solventes, eficiência energética e geração de resíduos. Essa análise permitirá estimar a competitividade do método frente a alternativas comerciais e sua aplicabilidade no contexto de biorrefinarias.

Sugestões de trabalhos futuros também envolvem o uso de planejamentos experimentais para entender melhor a influência dos fatores reacionais, além de aprofundar a compreensão dos mecanismos de extração. Do ponto de vista analítico, recomenda-se a realização de técnicas complementares como ressonância magnética nuclear (RMN), cromatografia de permeação em gel (GPC/SEC) e cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS), que podem contribuir significativamente para a elucidação estrutural da lignina obtida.

A integração dessas abordagens — otimização de processo, caracterização funcional, análise econômica e aprofundamento analítico — poderá ampliar a valorização da lignina como recurso estratégico para a bioeconomia, promovendo o uso sustentável de resíduos agroindustriais e contribuindo para o desenvolvimento de cadeias produtivas mais circulares e inovadoras.

7 REFERÊNCIAS

- AN, L. et al. Fractionation of enzymatic hydrolysis lignin by sequential extraction for enhancing antioxidant performance. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 99, p. 674-681, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S014181301632952X?via%3Dihub>. Acesso em: 23 out. 2024.
- ANWAR, Z.; GULFRAZ, M.; IRSHAD, M. Agro-industrial lignocellulosic biomass a key to unlock the future bio-energy: A brief review. **Journal of Radiation Research and Applied Sciences**, v.7, n.2, p.163-173, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1687850714000119?via%3Dihub>. Acesso em: 4 ago. 2024.
- ARAGÃO, W. M. **Coco: Pós-colheita**. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica, 2002. Disponível em: <https://livimagens.sct.embrapa.br/amostras/00070000.pdf>. Acesso em: 4 ago. 2024.
- AVELINO, F. et al. Microwave-assisted organosolv extraction of coconut shell lignin by Brønsted and Lewis acids catalysts. **Journal of Cleaner Production**, v. 189, p. 785-796, 2018. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/1097971/1/ART18067.pdf>. Acesso em: 3 set. 2024.
- AWAL, A.; SAIN, M. Characterization of Soda Hardwood Lignin and the Formation of Lignin Fibers by Melt Spinning. **Journal of applied polymer science**, p. 2765-2771, 2013. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/app.38911>. Acesso em: 3 set. 2024.
- BEHERA, B. C. *et al.* Microbial cellulases – Diversity and; biotechnology with reference to mangrove environment: A review. **Journal of Genetic Engineering and Biotechnology**, v. 15, n. 1, p. 197–210, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1687157X16300555?via%3Dihub>. Acesso em: 3 set. 2024.
- BENASSI, A. C. Ciclo do coco. **Wordpress**. Disponível em: <https://ciclodococo.wordpress.com/justificativas/>. Acesso em: 24 de junho de 2025.
- BRAS, J.; HASSAN, M. L.; BRUZESSE, C.; HASSAN, E. A.; EL-WAKIL, N. A., DUFRESNE, A. Mechanical, barrier, and biodegradability properties of bagasse cellulose whiskers reinforced natural rubber nanocomposites. **Ind. Crop. Prod.**, [Saint Louis], v.32, n.3, p. 627-633, 2010.
- BRASIL. **Lei nº 12.305**, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998, e dá outras providências. Brasília, DF, 2 ago. 2010. Disponível em: <https://www.jusbrasil.com.br/topicos/26259849/artigo-54-da-lei-n-12305-de-02-de-agosto-de-2010>. Acesso em: 15 out. 2024
- BRASIL. Ministério do Desenvolvimento Regional. Secretaria Nacional de Saneamento - SNIS. **Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento: Diagnóstico do Manejo de**

Resíduos Sólidos Urbanos – 2017. Brasília: MDR. SNS, p. 194. 2019. Disponível em: https://www.gov.br/mdr/pt-br/assuntos/saneamento/snis/diagnosticos-antecedentes-do-snis/residuos-solidos-1/2019/Diagnostico_RS2019.pdf. Acesso em: 7 set. 2024.

BRISTOW, J. A., KOLSERH, P. **Paper, structure and properties**. M. Dekker, New York, 1986.

CABRAL, M. M. S.; ABUD, A. K. S.; ROCHA, M. S. R. S, *et al.* Composição da fibra da casca de coco verde in natura e após pré-tratamentos químicos. **Engevista**, n. 19, p. 99-108. 2017. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/326798419_Composicao_da_fibra_da_casca_de_coco_verde_in_natura_e_apos_pre-tratamentos_quimicos. Acesso em: 3 jan. 2025.

CANILHA, L. *et al.* Sacarificação da biomassa lignocelulósica através de pré-hidrólise ácida seguida por hidrólise enzimática; uma estratégia de “desconstrução” da fibra vegetal. **Revista Analytica**, n. 44, p. 48-54, dez.2009/jan.2010. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/334329975_Sacarificacao_da_biomassa_lignocelulosica_atraves_de_pre-hidrolise_acida_seguida_por_hidrolise_enzimatica_Uma_estrategia_de_desconstrucao_da_fibra_vegetal. Acesso em: 7 jan. 2025.

CARRIJO, O. A.; LIZ, R. S.; MAKISHIMA, N. Fibra de casca de coco verde como substrato agrícola. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v.20, n. 4, p.533-535, 2002. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/hb/a/PQsvvcv3dgWRHGT9qsfML/?lang=pt>. Acesso em: 9 abr. 2025.

CAVALCANTE, L. V. Os circuitos espaciais da produção do coco no litoral oeste do Ceará. **Caminhos de Geografia**, v. 17, n.57, p.41-58, 2016. Disponível em: <https://seer.ufu.br/index.php/caminhosdegeografia/article/view/30673/17910>. Acesso em: 7 jan. 2025.

CORRADINI, E. *et al.* Composição Química, Propriedades Mecânicas e Térmica da fibra de frutos de cultivares de coco-verde. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 31, n. 3, p. 837-846, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbf/a/DQdC9ZVzgsndcvBjvGM4tNb/?lang=pt>. Acesso em: 7 jan. 2025.

CRAWSHAW, G. H. **Carpet manufacture**. New Zealand: Chaucer press Limited, 2002.

DEL RIO, J. C.; GUTIÉRREZ, A.; RODRÍGUEZ, I. M., *et al.* Composition of non-woody plant lignins and cinnamic acids by Py-GC/MS, Py/TMAH and FT-IR. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**. v. 79, p. 39-46, 2007. Disponível em: <https://cib.csic.es/sites/default/files/publication/file/publication-1344-2007-delRio-JAAP-79-39.pdf>. Acesso em: 4 dez. 2024.

DHILLON, G. S. **Agro-industrial wastes as feedstock for enzyme production**: apply and exploit the emerging and valuable use options of waste biomass. London: Nikki Levy, 2016.

DOHERTY, W. O. S., MOUSAVIOUN, P., & FELLOWS, C. M. Value-adding to cellulosic ethanol: Lignin polymers. **Industrial Crops and Products**, n. 33, v.2, p. 259–276. 2011. Disponível em: <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.10.022>. Acesso em: 24 jan. 2025.

DUVAL, A.; LAWOCO, M. A review on lignin-based polymeric, micro- and nano-structured materials. **Reactive and Functional Polymers**, v. 85, p. 78-96, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/266205392_A_review_on_lignin-based_polymeric_micro_and_nano-structured_materials. Acesso em: 30 jan. 2025

EFFLAND, M.J. Modified procedure to determine acid-insoluble lignin in wood and pulp. **TAPPI**, n. 19, v. 60, p. 143-144. 1977.

ESPINOZA-ACOSTA, J. L. *et al.* Lignin in storage and renewable energy applications: A review. **Journal of Energy Chemistry**, n.5, v. 27, p. 1-17, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2095495617309464?via%3Dihub>. Acesso em: 19 dez. 2024.

ESTEVES, M.R.L., ABUD, A.K.S.; BARCELLOS, K.M. Avaliação do potencial energético das cascas de coco verde para aproveitamento na produção de briquetes. **Scientia plena**, n. 3, v.11, p. 1-8. 2015. ISSN 1808-2793. Disponível em: <https://www.scienciaplenu.org.br/sp/article/view/2230>. Acesso em: 22 jan. 2025.

FARIAS, J. G. G. de. *et al.* Surface Lignin Removal on Coir Fibers by Plasma Treatment for Improved Adhesion in Thermoplastic Starch Composites. **Carbohydrate Polymers**, v. 165, p. 429-436, 2017. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/314257919_Surface_lignin_removal_on_coir_fibers_by_plasma_treatment_for_improved_adhesion_in_thermoplastic_starch_composites. Acesso em: 22 out. 2024.

FENGEL, D.; WEGENER, G.; Wood, Chemistry, Ultrastructure, Reactions.; Nova York: Waster & Grugter, p. 132-, 1984.

FERNANDES, A. S. MIGUEL, E. R. A importância da utilização do bagaço de cana-de-açúcar na geração de energia em termelétricas. In: III Encontro Científico E Simpósio De Educação Unisalesiano; Educação e Pesquisa: a produção do conhecimento e a formação de Pesquisadores, São Paulo, 2011. Disponível em: <http://www.unisalesiano.edu.br/simposio2011/publicado/artigo0034.pdf>. Acesso em: 20 set. 2024.

FERREIRA, A. B. H. **Mini Aurélio Século XXI Escolar**: O minidicionário da língua portuguesa. 4. ed. rev. ampliada. Rio de Janeiro: Nova Fronteira, 2001.

FIBRA DE COCO NA JARDINAGEM. **STIHL**, 17 mar. 2022. Disponível em: <https://www.jardimdasideias.com.br/fibra-de-coco-na-jardinagem/>. Acesso em 27 jun. 2025.

FOELKEL, C. E. B. **Qualidade da madeira**: teoria. 5. ed. Belo Oriente: [s.n.], 1977.

FURTADO, C.; GADELHA, M. A. **Os impactos ambientais do consumo do coco verde na praia do futuro em Fortaleza-CE**. In: Congresso Virtual Brasileiro – CONVIBRA, Brasília-DF, p. 14, 2012.

GARGULAK, J.D.; LEBO, S.E. **Commercial use of lignin-based materials**. In: GLASSER, W.G.; NORTHEY, R.A.; SCHULTZ, T.P. Lignin: historical, biological, and materials perspectives. ACS Symposium Series 742. Washington: American Chemical Society, 2000, p.305-320.

GHAFFAR, S. H.; FAN, M. Structural analysis for lignin characteristics in biomass straw. **Biomass and Bioenergy**, v. 57, p. 264–279, out. 2013. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/256369739_Structural_analysis_for_lignin_characteristics_in_biomass_straw. Acesso em: 13 jan. 2025.

GILLET, S.; AGUEDO, M.; PETITJEAN, L., *et. al.* Lignin transformations for high value applications: towards targeted modifications using green chemistry. **Green Chemistry**, v. 19, n. 18, p. 4200-4233, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/C7GC01479A>. Acesso em: 23 fev. 2025.

GOMIDE, J.L.; DEMUNER, B.J. Determinação do teor de lignina em material lenhoso: Método Klason modificado. **O Papel**, v. 47, n. 8 p. 36-38, 1986. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/284128446_Determinacao_do_teor_de_lignina_em_material_lenhoso_Metodo_Klason_modificado. Acesso em: 22 jan. 2025

HASUNUMA, T. *et al.* A review of enzymes and microbes for lignocellulosic biorefinery and the possibility of their application to consolidated bioprocessing technology. **Bioresourcetechnology**, v. 135, p. 513–22, 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960852412015490?via%3Dihub>. Acesso em: 28 jan. 2025.

IBRAHIM, M. N. M.; ZAKARIA, N.; SIPAUT, C. S., *et. al.* Chemical and thermal properties of lignin's from oil palm biomass as a substitute for phenol in a phenol formaldehyde resin production. **Carbohydrate Polymers**, v. 86, n.1, 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/251510726_Chemical_and_thermal_properties_of_lignins_from_oil_palm_biomass_as_a_substitute_for_phenol_in_a_phenol_formaldehyde_resin_production. Acesso em: 4 abril 2025

JOHNSON, T.L, KEITH, D.W. Fossil electricity and CO2 sequestration: how natural gas prices, initial conditions and retrofits determine the cost of controlling CO2 emissions. **Energy Policy**, v. 32, p. 367-382, 2004. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/222520015_Fossil_electricity_and_CO2_sequestration_How_natural_gas_prices_initial_conditions_and_retrofits_determine_the_cost_of_controlling_CO2_emissions. Acesso em: 9 set. 2024

KUBO, S., KADLA, J. F., Lignin-based Carbon Fibers: Effect of Synthetic Polymer Blending on Fiber Properties, **Journal of Polymers and the Environment**, v. 13, n. 2, p. 97-105, 2005. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/226625687_Lignin-based_Carbon_Fibers_Effect_of_Synthetic_Polymer_Blending_on_Fiber_Properties. Acesso em: 8 maio 2025.

KUHAD, R. C. *et al.* Revisiting cellulase production and redefining current strategies based on major challenges. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 55, p. 249–272, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032115012113>. Acesso em: 9 mar. 2025.

KUN, D.; PUKÁNSZKY, B. Polymer/lignin blends: Interactions, properties, applications. **European Polymer Journal**, p. 618-641, 2017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0014305716317529>. Acesso em: 2 fev. 2025

LATIF, N. H. A.; *et al.* A Comparison of Alkaline and Organosolv Lignin Extraction Methods from Coconut Husks as an Alternative Material for Green Applications. **BioResources**, v. 17, n. 1, p. 469-491, 2021. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/356520647_A_Comparison_of_Alkaline_and_Organosolv_Lignin_Extraction_Methods_from_Coconut_Husks_as_an_Alternative_Material_for_Green_Applications. Acesso em: 20 set. 2024.

LAURICHESSE, S.; AVÉROUS, L. Chemical modification of lignins: Towards biobased polymers. **Progress in Polymer Science**, v. 39, n. 7, p. 1266–1290. 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0079670013001421?via%3Dihub>. Acesso em: 2 fev. 2025.

LECHTENBERG, D. Coconut shells as an alternative fuel. **Global Cement Magazine**, n. October, p. 12–13, 2012.

LOPES, W. A.; FASCIO, M. Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho. **Química Nova**, v. 27, n. 4, p. 670-673, 2004. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422004000400025>. Acesso em: 11 maio 2025.

LU, Q.; LIU, W.; YANG, L.; ZU, Y.; ZU, B.; ZHU, M.; HUANG, J. Investigation of the effects of different organosolv pulping methods on antioxidant capacity and extraction efficiency of lignin. **Food Chem**, [Saint Louis], v. 131, p. 313-317, 2012.

LUO, J. Lignin-based carbon fiber, Theses (Doctos of Philosophy – PhD, Chemical Engineering) – University of Maine, Maine, 2010.

MARABEZI, K. **Estudo sistemático das reações envolvidas na determinação dos teores de lignina e holocelulose em amostras de bagaço e palha de cana-de-açúcar**. Dissertação (Mestrado em Ciências Físico-Químicas) - Universidade de São Carlos, São Paulo. 2009. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75131/tde-07102009-100309/pt-br.php>. Acesso em: 24 maio 2025.

MARTINS, A. P.; SILVA, P. L. R.; WATANABE, Toshiko, *et al.* O problema do pós-consumo do coco no Brasil: alternativas e sustentabilidade. **Sustentabilidade em Debate**, Brasília, v. 7, n. 1, p. 44–57, jan./abr. 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.18472/SustDeb.v7n1.2016.16566> . Acesso em: 25 set. 2025.

MARÍA, L.; MILLÁN, R. Kinetic analysis of tropical lignocellulosic agrowaste pyrolysis. **Bioenergy Res.** v. 1, p. 1-14, 2017. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/317769406_Kinetic_Analysis_of_Tropical_Lignocellulosic_Agrowaste_Pyrolysis. Acesso em: 8 nov. 2024.

MATSUSHITA, Y. Conversion of technical lignins to functional materials with retained polymeric properties. **J Wood Sci**, v. 61, p. 230-250, 2015. Disponível em:

https://www.researchgate.net/publication/274739264_Conversion_of_technical_lignins_to_functional_materials_with_retained_polymeric_properties. Acesso em: 29 out. 2024.

MATTOS, A.L.A., *et al.* **Beneficiamento da casca de coco verde**. Embrapa Agroindústria Tropical, 2012. Disponível: http://www.ceinfo.cnpat.embrapa.br/arquivos/artigo_3830.pdf. Acesso em: 21 dez. 2024.

MELO, L. F. L.. **Extração, caracterização e utilização da lignina da casca do coco verde em poliuretano**. 2013. 90 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.

MOHAMAD IBRAHIM, M. N.; CHUAH, S. B.; DAUD, W. R. W. Characterization of Lignin Precipitated From The Soda Black Liquor of Oil Palm Empty Fruit Bunch Fibers by Various Mineral Acids. **Journal on Science and Technology for Development**, v. 21, n. 1, p. 57-67, 2004. Disponível em: <https://ajstd.ubd.edu.bn/journal/vol21/iss1/7> Acesso em: 21 dez. 2024.

MORAIS, S.A.L. **Contribuição ao estudo químico de Ligninas de Eucalyptus grandis**. Belo Horizonte. 1987. Dissertação (Mestrado em Química) - UFMG/ICEx, Minas Gerais, 1987.

MORAIS, S.A.L. **Contribuição ao estudo químico e espectroscópico da lignina de madeira moída do Eucalyptus grandis: Isolamento, quantificação e análise estrutural**. Belo Horizonte. 1992. Tese (Doutorado em Química) -UFMG/ICEx, Minas Gerais, 1992.

OLIVEIRA, S. L. de. **Aproveitamento da casca de coco-verde (Cocos Nucifera. L) para fabricação de celulose**. 2010. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.5902/1980509821126>. Acesso em: 11 set. 2024

PARK, S. Y. *et al.* Fractionation of lignin macromolecules by sequential organic solvents systems and their characterization for further valuable applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 793-802, 2018. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/319119320_Fractionation_of_lignin_macromolecules_by_sequential_organic_solvents_systems_and_their_characterization_for_further_valuable_applications. Acesso em: 2 set. 2024.

PAROT, M.; RODRIGUE, D.; STEVANOVIC, T. High purity softwood lignin obtained by an eco-friendly organosolv process. **Bioresource Technology Reports**, v. 17, p. 100880, fev. 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2021.100880>. Acesso em: 15 dez. 2024.

PASSOS, P. R. A. **Destinação Sustentável de Cascas de Coco (Cocos nucifera) Verde: Obtenção de Telhas e Chapas de Partículas**. 2005. Tese (Doutorado em Ciências e Planejamento Energético), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

PEREIRA, A. A, MARTINS, G. F, ANTUNES, P. A., CONRRADO, R., PASQUINI, D., JOB, A. E., Lignin from sugar cane bagasse: extraction, fabrication of nanostructured films, and application. **Langmuir**, v. 23, n. 12, p. 6652–6659, 2007. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/entities/publication/9a6eeab1-a25e-4049-9063-3d01fba6d86> Acesso em: 2 março 2025.

POMPEU, G. C. S. **Estudo do conteúdo calorífico de ligninas extraídas de diferentes fontes de biomassa vegetal**. 2019. Dissertação (Mestrado em Biocombustíveis) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2019.1276>. Acesso em: 2 março 2025.

RAGAUSKAS, A. J.; LI, M.; PU, Y. Current Understanding of the Correlation of Lignin Structure with Biomass Recalcitrance. **Frontiers in Chemistry**, v. 4, n. 45. 2016. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/journals/chemistry/articles/10.3389/fchem.2016.00045/full>. Acesso em: 2 março 2025.

RIO DE JANEIRO (Estado). **Projeto de Lei nº 295.2011, de 23 de abril de 2011**. Institui o Programa de reciclagem de coco-verde no âmbito do estado do Rio de Janeiro. Alerj, Rio de Janeiro, RJ, 12 abr. 2011. Disponível em: <http://alerjln1.alerj.rj.gov.br/scpro1115.nsf/e00a7c3c8652b69a83256cca00646ee5/17a232b605e5fd0283257870005d5926?OpenDocument>. Acesso em: 11 março 2025.

ROCHA, A.M., *et al.* **Aproveitamento de Fibra de Coco para Fins Energéticos**: Revisão e Perspectivas. Congresso Sobre Geração Distribuída E Energia No Meio Rural, São Paulo: Universidade Federal de São Paulo. 2015. Disponível em: https://periodicos.ufes.br/bjpe/article/view/V05N03_13/pdf. Acesso em: 3 set. 2024.

RODRIGUES, G. V.; MARCHETTO, O. **Análises térmicas** [Material didático da disciplina Caracterização de Materiais III]. Universidade Federal de Santa Catarina. Santa Catarina. 2002.

ROSA, M. F.; BEZERRA, F. C.; CORREIA, D., *et al.* **Utilização da casca de coco como substrato agrícola**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2002. 24 p. (Documentos, 52). Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/300907330_Utilizacao_da_casca_de_coco_como_substrato_agricola. Acesso em: 10 set. 2024.

ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S. S., *et al.* The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. **Composites Science and Technology**, Barking, v.61, n.9, p.1303-1310, 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-29452009000300030>. Acesso em: 11 abr. 2025.

ROZMAN, H. D.; TAN, K. W.; KUMAR, R.N., *et al.* The effect of lignin as a compatibilizer on the physical properties of coconut fiber-polypropylene composites. **European Polymer**, New York, v. 36, n. 7, p. 1483-1494, 2000. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/229136065_Effect_of_lignin_as_a_compatibilizer_on_the_physical_properties_of_coconut_fiber-polypropylene_composites. Acesso em: 2 dez. 2024.

SAHOO, S. *et al.* Characterization of industrial lignins for their utilization in future value added application. **Biomass and bioenergy**, v. 35, p. 4230-4237, 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/241104443_Characterization_of_industrial_lignins_for_their_utilization_in_future_value_added_applications. Acesso em: 11 nov. 2024.

SALIBA, E.O.S.; RODRIGUEZ, N.M.; MORAIS, S.A.L., *et al.* Ligninas – Métodos de obtenção e caracterização química. **Ciência Rural**, v. 31, n. 5, p. 917-928, 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0103-84782001000500031>. Acesso em: 11 dez. 2024.

SANTOS, A. M. **Estudo de Compósitos Híbridos Polipropileno / Fibras de Vidro e Coco para Aplicações em Engenharia**. 2005. 90 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

SARKAR, N.; GHOSH, S. K.; BANNERJEE, S.; AIKAT, K. Bioethanol production from agricultural wastes: An overview. **Renewable Energy**, v. 37, p. 19-27, 2012. Disponível em: <https://citeseerx.ist.psu.edu/document?repid=rep1&type=pdf&doi=1b6daf7e16353317c39c84c9155556f1db1c2976>. Acesso em: 24 maio 2025.

SARKI, J. *et al.* Potential of using coconut shell particle fillers in eco-composite materials. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, n. 5, p. 2381–2385, 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/232403455_Potential_of_using_coconut_shell_particle_fillers_in_eco-composite_materials. Acesso em: 18 nov. 2024.

SCHULTZ, E. L.; BELÉM, D. L.; BRAGA, M. **Mapa de rotas tecnológicas da conversão da lignina em intermediários químicos, combustíveis e materiais**. Brasília, DF: Embrapa Agroenergia, 2022. 83 p. (Documentos / Embrapa Agroenergia, ISSN 2177_x001e_4439; 45). Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/1146185/1/Mapa-de-rotas-tecnologicas.pdf>. Acesso em: 9 abr. 2025.

SHAHZADI, T.; MEHMOOD, S.; IRSHAD, M. *et al.* Advances in lignocellulosic biotechnology: A brief review on lignocellulosic biomass and cellulases. **Advances in Bioscience and Biotechnology**, v. 5, n. 3, p. 246-251, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/273433182_Advances_in_lignocellulosic_biotechnology_A_brief_review_on_lignocellulosic_biomass_and_cellulases. Acesso em: 17 out. 2024.

SILVA, A.C. Reaproveitamento Da Casca De Coco Verde. **Revista Monografias Ambientais**, v. 13, n. 5, p. 4077–4086. 2014. ISSN 2236-1308. Disponível em: <https://periodicos.ufsm.br/remoa/article/view/15186/pdf>. Acesso em: 17 out. 2024

SILVA, C. O. G.; FILHO, E. X. F. A Review of Holocellulase Production using pretreated lignocellulosic substrates. **Bioenerg. Res.**, v. 10, p. 592–602, 2017. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/313443496_A_Review_of_Holocellulase_Production_Using_Pretreated_Lignocellulosic_Substrates. Acesso em: 21 jan. 2025.

SILVA, G. O.; JERÔNIMO, C. E. Estudo de Alternativas para o Aproveitamento de Resíduos Sólidos da Industrialização do Coco. **Revista Monografias Ambientais [online] – REMOA**, v. 10, n. 10, p. 2193 –2208, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.5902/223613086935> . Acesso em: 6 out. 2024.

SILVA, R. V.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. W., *et al.* Fracture toughness of natural fibers/castor oil polyurethane composites. **Composites Science Technology**, Barking, v. 66, n. 10, p.1328-1335, 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0266353805003751>. Acesso em: 26 set. 2024.

SILVEIRA, M. S. **Aproveitamento das cascas de coco-verde para produção de briquete em Salvador – BA**. 2008. 167 p. Dissertação (Mestrado em Gerenciamento e Tecnologias Ambientais no Processo Produtivo – Ênfase em Produção Limpa). Escola Politécnica Federal

da Bahia, Salvador, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S1413-4152202020180029>. Acesso em: 21 set. 2024

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Spectrometric identification of organic compounds**. 7^a. ed. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2005.

SIMONE, M.; PEREIRA, D. E. C. Produção de coco: o nordeste é destaque nacional. **Caderno Setorial ETENE**, Fortaleza, v. 3, n. 61, p. 1–25, 2018.

SIQUEIRA, J. O.; FRANCO, A. A. **Biotecnologia do solo: fundamentos e perspectivas**. Brasília, DF: MEC/ABEAS/ESAL/FAEPE, 1988. 236 p.

SKOOG, D. A. *et al.* Cromatografia Líquida de Alta Eficiência *In*: SKOOG, D. A. *et al.* **Fundamentos de Química Analítica**. 8^a Edição. ed., Rio de Janeiro: Cengage Learning, 2006. p. 924 - 945.

SOBRINHO, F. A. A. F. **Poliuretanos à base de lignina do endocarpo do coco seco como potencial sistema de liberação controlada de fertilizantes**. 2017. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2017. Disponível em: <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/23667>. Acesso em: 13 nov. 2024.

SOMERVILLE C.; YOUNGS, H.; TAYLOR, C.; DAVIS, S. C.; LONG, S. P. Feedstocks for lignocellulosic biofuels. **Science** **329**, p. 790–792, 2010. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/45640323_Feedstocks_for_Lignocellulosic_Fuels. Acesso em: 14 nov. 2024.

SOUTO, F.; CALADO, V.; PEREIRA JR., N. Fibras de carbono a partir da lignina: uma revisão da literatura. **Materia**, v. 20, n. 4, 2015. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/276119356_Fibras_de_carbono_a_partir_de_lignina_uma_revisao_da_literatura. Acesso em 18 jan. 2025.

SOUTO, F. **Obtenção de fibra de carbono a partir da lignina do bagaço de cana-de-açúcar**. 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Rio de Janeiro, 2014. Disponível em: <http://tpqb.eq.ufrj.br/download/obtencao-de-fibra-de-carbono-a-partir-da-lignina-do-bagaco-de-cana-de-acucar.pdf>. Acesso em: 2 set. 2024.

TEJADO, A.; PEÑA, C.; LABIDI, J.; ECHEVERRIA, J.M.; MONDRAGON, I. Physicochemical characterization of lignins from different sources for use in phenol-formaldehyde resin synthesis. **Bioresource Technology**, v. 98, p. 1655-1663, 2007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960852406002513>. Acesso em: 9 nov. 2024.

TORRE, Kristian Andrade Paz de la. **Aplicação de lignina no solo para obtenção de benefícios ambientais**. 2017. 147 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Rio de Janeiro, 2017.

VARMA, D. S.; VARMA, M.; VARMA, K. Coir fibers: Part I: Effect of physical and chemical treatments on properties. **Textile Research Journal**, n. 54, p. 827-832, 1984.

WAGNER, G. H.; WOLF, D. C. Carbon transformations and soil organic matter formation. In: SYLVIA, D. M.; FUHRMANN, J. J.; HARTEL, P. G.; ZUBERER, D. A. **Principles and applications of soil microbiology**. New Jersey: Prentice Hall, 1999. p. 218-256. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B9780128202029000137?via%3Dihub>.

Acesso em: 17 dez. 2024.

WATKINS, D. *et al.* Extraction and characterization of lignin from different biomass resources. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 4, n. 1, p. 26–32, 2015.

Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785414000982>.

Acesso em: 7 jan. 2025.

WEINWURM, F. *et al.* Lignin concentration and fractionation from ethanol organosolv liquors by ultra and nanofiltration. **Journal of Cleaner Production**, v. 136, p. 62-71, 2016.

Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S095965261630316X>.

Acesso em: 15 nov. 2024.

WOLF, L. D. **Pré-tratamento organossolve do bagaço da cana-de-açúcar para a produção de etanol e obtenção de xilooligômeros**. 2011. 147f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química na área de Pesquisa e Desenvolvimento de Processos Químicos) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2011. Disponível em:

<https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/24678>. Acesso em: 3 dez. 2024.

ZANINE, A. M.; SANTOS, E. M.; FERREIRA, D. J., *et al.* Características fermentativas de composição químico-bromatológica de silagens de capim elefante com ou sem *Lactobacillus plantarum* e farelo de trigo isoladamente ou em combinação. **Ciência Animal Brasileira**, v. 8, n. 4, p. 621-628, 2007. Disponível em: <https://revistas.ufg.br/vet/article/view/2682>. Acesso em: 25 jan. 2025.