

Obtenção de micro e nanocelulose a partir de biomassa lignocelulósica de resíduo do ingá-cipó (*Inga edulis* Mart.) via tratamento químico

Obtaining micro and nanocellulose from lignocellulosic biomass of ingá-cipó (*Inga edulis* Mart.) residue via chemical treatment

Thiago Lourenço Gomes¹, Margarida Carmo de Souza^{1*}, Isabela Cavalcante do Nascimento¹, Lindomar Cordeiro Antunes de Araújo¹, Luiz Pereira da Costa^{1,2}

RESUMO

A busca por novos materiais sustentáveis ocasiona um aumento gradativo de estudos direcionados à utilização de matéria-prima renovável, visando gerar produtos não agressivos ao meio ambiente, mantendo sua qualidade e desempenho. Os frutos do ingá-cipó geram resíduos que são ótimas fontes de biomassa lignocelulósica. Nesse sentido, o objetivo deste trabalho foi obter micro e nanocelulose cristalina a partir da biomassa lignocelulósica da casca do fruto do ingá-cipó via tratamento químico, assim como realizar sua caracterização físico-química e morfológica. As cascas foram submetidas a uma extração sequencial de hemicelulose e lignina, seguindo da síntese de micro e nanocelulose por hidrólise ácida. O material obtido foi caracterizado através de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Através das análises de FTIR foi possível constatar a presença dos grupos funcionais típicos de celulose. As imagens provenientes do MET, auxiliaram a visualização de micro e nanocelulose cristalina, que poderão ser utilizadas na geração de novos materiais com melhor valor agregado.

Palavras-chave: Tratamento alcalino; Hidrólise ácida; MEV; FTIR.

ABSTRACT

The search for new sustainable materials causes a gradual increase in studies aimed at the use of renewable raw materials, aiming to generate non-harmful products for the environment, maintaining their quality and performance. The fruits of the ingá-vine generate residues that are excellent sources of lignocellulosic biomass. In this sense, the objective of this work was to obtain crystalline micro and nanocellulose from the lignocellulosic biomass of the shell of the ingá-cipó fruit via chemical treatment, as well as to carry out its physical-chemical and morphological characterization. The peels were submitted to a sequential extraction of hemicellulose and lignin, followed by the synthesis of micro and nanocellulose by acid hydrolysis. The material obtained was characterized by Fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR) and transmission electron microscopy (TEM). Through the FTIR analysis, it was possible to verify the presence of the typical functional groups of cellulose. The images from the TEM helped the visualization of crystalline micro and nanocellulose, which could be used in the generation of new materials with better value added.

Keywords: Alkaline treatment; Acid hydrolysis; TEM; FTIR.

¹ Universidade Federal do Amazonas

*E-mail: mcsouza@ufam.edu.br

² Universidade Federal de Sergipe

INTRODUÇÃO

O bioma Amazônia ostenta a maior biodiversidade no mundo, tanto em fauna quanto em flora (BRASIL, 2021). Dentro de sua vasta biodiversidade, encontra-se o Ingá-cipó (*Inga edulis* Mart.) uma árvore frutífera perene, pertencente à família Fabaceae (Leguminosae). Esta espécie pode ser encontrada em diversos biomas do Brasil, como Mata Atlântica, Caatinga, Cerrado e Amazônia, sendo o estado do Amazonas o principal produtor nacional (FREITAS *et al.*, 2018; PIREDÁ *et al.*, 2018). A árvore de Ingá-cipó, em sua fase adulta, possui uma altura de 15 a 40 m, com o diâmetro de tronco de 30 a 60 cm e uma copa densa. Seu fruto é constituído por casca (vagem), sementes e polpa, sendo a casca o componente majoritário, uma vez que constitui cerca de 53% de sua massa (FALCÃO; CLEMENT, 2000). Ele possui uma coloração esverdeada e um formato cilíndrico e geralmente contém cerca de 8 a 15 sementes envolvidas por um arilo algodonoso branco, macio e adocicado, sendo essa a parte comestível (FREITAS *et al.*, 2018).

As vagens oriundas dos frutos de *I. edulis* são fonte de biomassa lignocelulósica (BLC). Sabe-se que a BLC é a maior fonte de carbono renovável. Estima-se que sejam gerados cerca de 181,5 bilhões de toneladas do material seco anualmente que pode ser proveniente de resíduos agrícolas e florestais, sendo que esses apresentam menor teor de lignina em relação aos florestais (CHEN *et al.*, 2022; DU *et al.*, 2022; HAQ *et al.*, 2021). Essa biomassa é constituída principalmente por três polímeros: celulose (25-50%), hemicelulose (8-50%) e lignina (10-35%), além de outros extrativos como pectina e glicoproteínas em quantidades menores (BIMESTRE *et al.*, 2022; BISWAL *et al.*, 2022; LI *et al.*, 2022).

A celulose, um dos polímeros principais de BLC, é considerado o polímero orgânico biodegradável mais abundante no mundo: estima-se que sejam geradas aproximadamente 10^{11} a 10^{12} toneladas ao ano (CHU *et al.*, 2020). A celulose em nano escala tem sido cada vez mais utilizada como reforço em materiais, pois apresenta boas propriedades mecânicas, rigidez e alta cristalinidade (BHAT *et al.*, 2019; DONGRE; SURYAWANSHI, 2021). Esse polímero é constituído por dímeros de glicose, cujos monômeros se ligam de forma linear com orientação de 180° , unidos por ligações glicosídicas β -1-4 (LIU, Y *et al.*, 2022; MOKHENA; JOHN, 2020; WU; HE, 2019);

A celulose pode ser classificada de duas formas: cristalina e não cristalina. A celulose não cristalina apresenta uma estrutura desorganizada que a torna mais suscetível

à degradação por reagentes químicos e/ou enzimas, enquanto a cristalina possui características, como hidrofiliabilidade, grande área superficial e biodegradabilidade, que a tornam mais atrativa para aplicações em biomateriais (WANG *et al.*, 2021). Nesse contexto, na incessante busca por novos materiais poliméricos que possuam alta disponibilidade, baixo custo e fácil degradação em comparação aos polímeros derivados do petróleo faz com que a celulose e seus derivados sejam cada vez mais utilizados em diversos ramos (KOUADRI; SATHA, 2018; MAHMUD; ROSENTRATER, 2019).

A celulose nanocristalina (NCC) apresenta diversas propriedades funcionais de grande interesse industrial, como fortes propriedades mecânicas, transparência, biodegradabilidade e flexibilidade, que a destacam como fonte alternativa aos polímeros comumente utilizados em indústrias. A NCC é uma estrutura alongada como uma haste de forma cilíndrica similar a uma agulha. Seus cristais têm um diâmetro de 5 a 20 nm e comprimento de 100 a 500 nm. Possui grande área de superfície ($\sim 150 \text{ m}^2/\text{g}$), alto índice de cristalinidade ($>70\%$), alta resistência à tração (7500 MPa) e baixa densidade ($\sim 1,6 \text{ g/cm}$) (MIYASHIRO *et al.*, 2020; NAZ *et al.*, 2019; PRADHAN *et al.*, 2022).

PIRES *et al.*(2022) extraíram micro e nanocelulose cristalina de três biomassas diferentes (cana gigante, kenaf e miscanthus) e as utilizaram como reforço em filmes de quitosana, nas proporções de 1,5%, 2% e 2,5%, e observaram uma melhora considerável na resistência e rigidez dos filmes. ROSA *et al.*(2022) produziram uma bioresina com adição de micro e nanocelulose cristalina, para utilização em impressoras 3D. Eles notaram que a incorporação da celulose cristalina em nanoescala proporciona elevação da resistência à tração e módulo de Young das peças impressas, comprovando seu potencial como agente de reforço. A nanocelulose cristalina também pode ser aplicada na produção de fármacos, conforme os estudos de Colturato e Goveia (2022). Esses autores utilizaram nanocelulose cristalina extraída de linter de algodão para a produção de membranas ricas em vitamina D3 com o objetivo de viabilizar a liberação transdérmica da vitamina de forma sustentada.

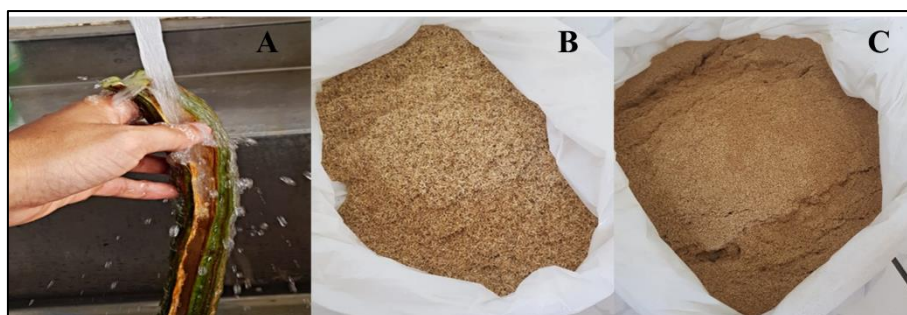
Diante do exposto, o presente trabalho teve como objetivo a extração de micro e nanocelulose cristalina de resíduos da casca do fruto do Ingá-cipó utilizando hidrólise ácida, assim como realizar sua caracterização físico-química e morfológica através de análises de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).

METODOLOGIA

Coleta e preparo da amostra

Frutos de Ingá-cipó foram adquiridos em feiras do município de Itacoatiara, Amazonas, Brasil. Após a retirada de sementes e arilos, usando metodologia adaptada de Avinash *et al.* (2021), para obtenção de pequenas partículas, as cascas dos frutos foram lavadas com água corrente (Figura 1A) e secadas em estufa a 60 ± 2 °C durante 24 horas. Após a secagem, as cascas foram trituradas em moinho de facas do tipo Willey, resultando em um pó (Figura 1B). O material triturado foi peneirado usando peneiras granulométricas de malha de 60 mesh (250 μ m) (Figura 1C).

Figura 1. Alterações impostas ao material de partida para adequação à hidrólise ácida. a) Material in natura; b) Material triturado; c) Material peneirado

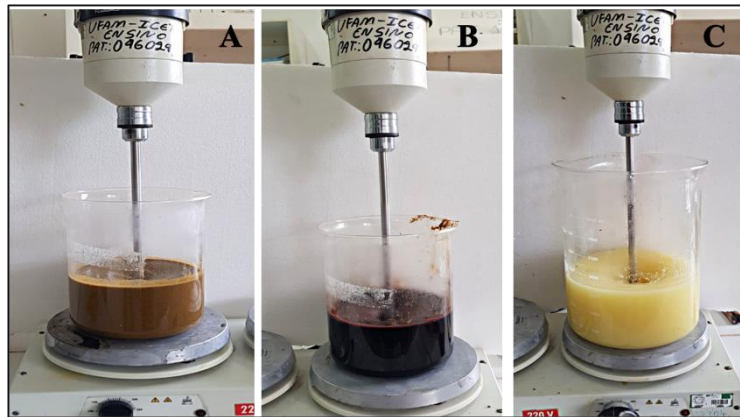


Fonte: Autores, 2022.

Pré-tratamento da amostra

O material peneirado foi submetido a uma extração sequencial de hemicelulose e lignina, seguindo a metodologia de Bongao *et al.* (2018). Para tanto, 100 g do material peneirado foi dispersado em 1 L de água destilada e aquecido a temperatura de 100 °C durante 20 min, sob agitação mecânica. Em seguida, foi realizado tratamento alcalino, em duplicata, utilizando hidróxido de sódio (NaOH) 1 mol.L⁻¹, durante 1 hora cada, à 80 °C, sob agitação mecânica constante. Após tratamento alcalino, a amostra foi lavada com água destilada quente e levada à estufa a 50 °C por 12 horas. Posteriormente, foi realizado o branqueamento com solução de hipoclorito de sódio (NaClO) na proporção de 1:20 (m/v – massa da amostra / volume de NaClO), à 70 °C sob agitação mecânica por 1 hora. As etapas de pré-tratamento estão apresentadas na Figura 2.

Figura 2. Etapas do pré-tratamento da casca do fruto do ingá-cipó. A) Tratamento aquoso; B) Tratamento alcalino; C) Branqueamento



Fonte: Autores, 2022.

Hidrólise ácida

Adotando metodologia adaptada de Bongao *et al.* (2018), a celulose obtida através do pré-tratamento foi submetida a hidrólise ácida utilizando ácido sulfúrico 64%, na proporção de 10 mL de solução ácida para cada 1 g de amostra (10:1). Para realizar esse procedimento foi montado um sistema de banho de óleo com chapa magnética. As condições de hidrólise foram variadas a fim de avaliar o efeito da temperatura e tempo de hidrólise. Foram adotadas as temperaturas de 45 e 60 ± 3 °C, com os tempos de 30, 45, 60 min. Após a hidrólise, dobrou-se o volume com água destilada para cessar a reação. Em seguida, a solução foi filtrada e centrifugada a 4000 rpm.

Caracterização

O material obtido nas hidrólises foi submetido à caracterização físico-química e morfológica.

Os grupos funcionais do material foram investigados aplicando FTIR (AGILENT, Modelo: Cary 630) equipado com um dispositivo ATR (Refletância Total Atenuada). As amostras foram misturadas com KBr para produzir os comprimidos. Os espectros foram registrados em uma faixa de varredura de 650 a 4000 cm⁻¹, com uma resolução de 8 cm⁻¹ e 128 varreduras.

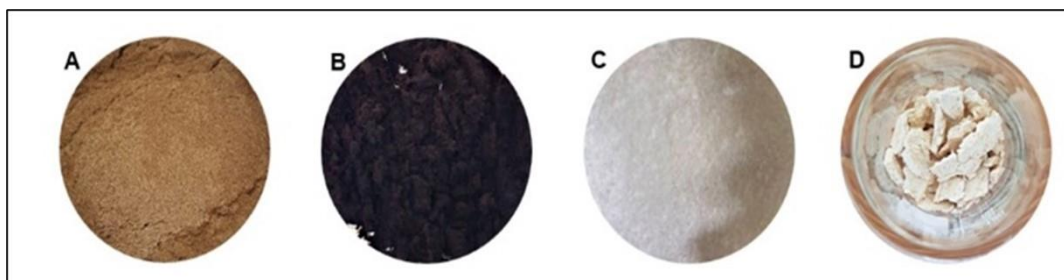
O tamanho e forma da NCC foram examinados usando MET (JEOL, Modelo: JEM 1400 Plus) a uma tensão de aceleração de 120kV.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Aspectos visual das amostras

As mudanças de aspecto físico ocorridas durante cada etapa de tratamento da casca do ingá-cipó estão apresentadas na Figura 3.

Figura 3. Aspectos físicos da casca do ingá-cipó durante as etapas de pré-tratamento A) in natura B) Pós-tratamento alcalino C) Pós branqueamento D) Material seco pós branqueamento



Fonte: Autores, 2022.

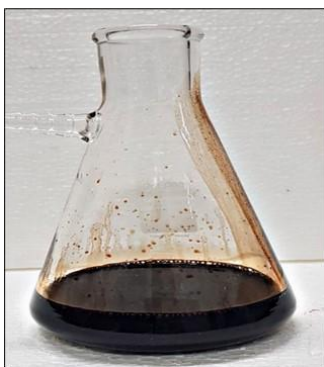
Após o tratamento alcalino (Figura 3B) observou-se um escurecimento da amostra devido à solubilização de parte da lignina e hemicelulose presentes no material in natura (Figura 3A). Iniciou-se assim o processo de dissociação da biomassa lignocelulósica, por meio da quebra de ligações lignina-hemicelulose-celulose (RAHMANI *et al.*, 2022). A solução de NaOH promove a clivagem de ligações dos éteres nos grupos fenol tipo α -aril e β -aril e β -arílicos do tipo não fenólico, resultando em um aumento da hidrofiliabilidade da lignina (PRAJAPATI; KANGO, 2022). O tratamento alcalino é muito utilizado nessa etapa de deslignificação por três fatores principais: (i) alta eficiência na remoção de lignina; (ii) remoção efetiva de grupos acetil e substituições urônicas da hemicelulose e (iii) o baixo custo. Esse tratamento ocasiona uma redução da polimerização e o aumento da área superficial da biomassa lignocelulósica. Por outro lado, tem-se uma leve redução na cristalinidade da celulose (LUKAJTIS *et al.*, 2018; STANLEY *et al.*, 2022).

Nas Figura 3C e 3D pode-se observar amostras brancas, que foram obtidas após branqueamento e secagem, respectivamente. Aparentemente a realização de um único branqueamento mostrou-se eficiente. Entretanto, durante a hidrólise ácida, foi constatado um novo escurecimento da amostra, que pode estar associado à presença de lignina residual no material, pois sendo ela insolúvel em meio ácido, precipita-se durante o processo de hidrólise (TANG *et al.*, 2020).

Licor negro (subproduto)

O licor negro (Figura 4) é um sub-produto do tratamento alcalino de material lignocelulósico e apresenta alto teor de lignina. Essa tem potencial para aplicação em biocombustíveis e em outros produtos de maior valor agregado devido à presença de grupos funcionais em sua estrutura, tais como metóxi, fenólico, alcoólico, carbonil e aldeído (FERNÁNDEZ-RODRÍGUEZ *et al.*, 2017; JI *et al.*, 2022).

Figura 4. Licor negro proveniente do tratamento alcalino



Fonte: Autores, 2022.

O licor negro proveniente do pré-tratamento de material lignocelulósico lenhoso pode apresentar até 42% de lignina em sua composição (MORYA *et al.*; 2022). Quando submetido a um processo de acidificação, de modo a ajustar o pH para próximo de 3, ocorre a precipitação de lignina. Entretanto, pode gerar a formação de sais que acaba dificultado sua posterior separação (LIU, X *et al.*, 2022). No estudo de Curmi *et al.* (2022) foi realizado a despolimerização de lignina presente em um licor negro oriundo de cavaco de madeira dura, por meio da gaseificação supercrítica da água, e extração de compostos fenólicos da fase líquida do licor negro utilizando acetato de etila.

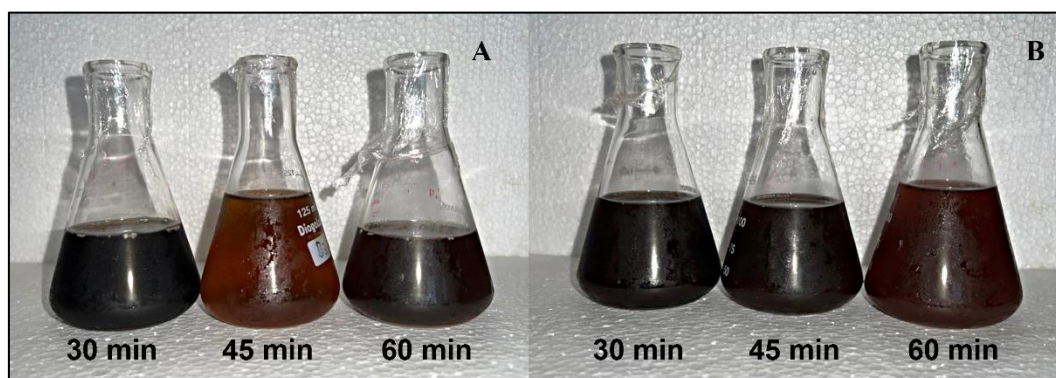
A lignina proveniente de biomassa tem sido amplamente utilizada em diversos meios. Wang, Y *et al.* (2022) utilizaram nanofibras de carbono derivada de lignina alcalina na produção de eletrocatalisador livre de metal. Yi *et al.*; (2022) adicionaram lignina a um hidrogel a base de carboximetil xilano e notaram que sua presença melhorou as propriedades mecânicas do hidrogel, como tensão de compressão e tenacidade.

Diante disso, vislumbra-se a possibilidade de utilização do licor negro obtido no presente trabalho em futuros estudos visando sua aplicação.

Hidrólise

A hidrólise ácida resultou em soluções turvas, o que pode acusar a presença de material micro e nano celulósico suspenso em solução. Segundo Salas *et al.* (2014), soluções com alta concentração de nanocelulose cristalina dispersas formam um ordenamento helicoidal e, conforme sua caracterização reológica, formam um cristal líquido que assume propriedades de um fluido. A estrutura formada pelos cristais em suspensão pode ser mantida através da evaporação lenta da água, resultando em um filme sólido (AKATAN *et al.*, 2022). Os filtrados pós hidrólise ácida estão apresentados na Figura 5.

Figura 5. Soluções hidrolisadas em diferentes tempos e temperaturas. A) 45 °C B) 60 °C



Fonte: Autores, 2022.

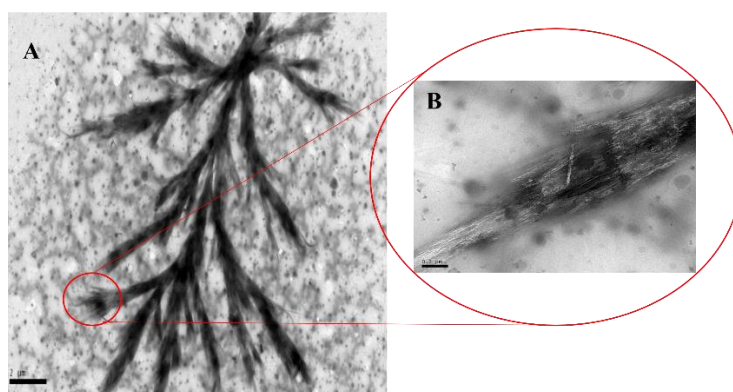
As soluções coloidais foram centrifugadas a 4000 rpm, para a obtenção dos cristais suspensos, entretanto esse processo não foi eficaz em ambas temperaturas, pois observou-se a sedimentação apenas nas soluções hidrolisadas à 45 °C (Figura 5A). Isso pode ter ocorrido devido a influência da temperatura de hidrólise sob o tamanho do material obtido, visto que temperaturas maiores tendem a diminuir o tamanho da celulose cristalina, segundo Wang, L *et al.* (2022).

Microscopia eletrônica de transmissão

O MET é uma técnica bastante conhecida e utilizada para analisar a morfologia em escala nanométrica das NCCs, tanto em suspensão quanto em estado sólido. Na Figura 6A é possível notar uma grande fibra de celulose junto a vários pontos pequenos em formato de esferas. Essas pequenas esferas apresentam características semelhantes a lignina em nanoescala. Tang *et al.* (2020) citam vários métodos de extração de

nanopartículas de lignina e destacam que os métodos de auto-montagem e precipitação ácida apresentam lignina em forma esférica em suas análises de MET. Desse modo, o escurecimento da amostra durante a hidrólise ácida pode estar ligado à presença de partículas de lignina em nanoescala, pois as mesmas podem ter precipitado em pH ácido e apareceram nas imagens do MET. Quando essas fibras são ampliadas (Figura 6B), tornam-se visíveis inúmeros feixes de celulose em nanoescala que apresentam um formato alongado e fino como agulhas alinhadas lado a lado. A ligação glicosídica β -1-4 orientada em 180° , que é característica da molécula de celulose, faz com que ocorra organização, algo que já foi notado por outros pesquisadores como Chu *et al.* (2020) e Sainorudin *et al.* (2022).

Figura 6. A) Imagem MET da fibra de celulose na escala de $2\ \mu\text{m}$ B) Ampliação de um feixe de celulose da figura 2a na escala de $0,2\ \mu\text{m}$



Fonte: Autores, 2022.

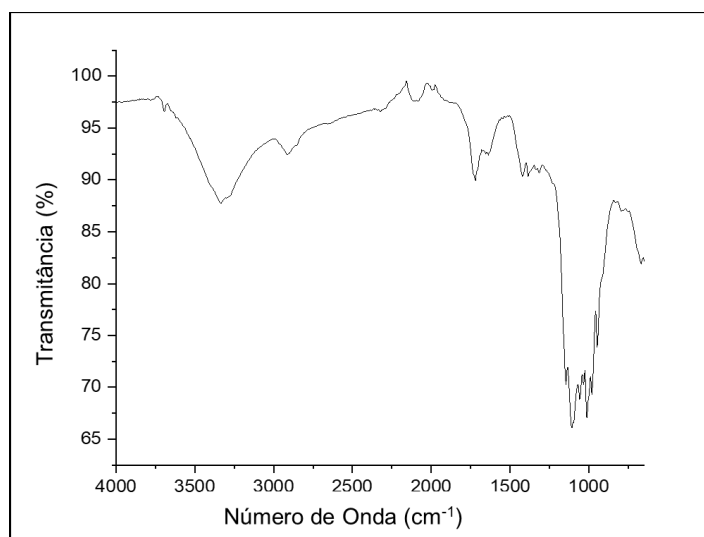
Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

O espectro FTIR foi utilizado para observar os grupos funcionais presentes na estrutura e demonstrar se o material obtido apresentou bandas características de nanocelulose.

Na Figura 7 pode-se observar o espectro FTIR do material obtido através das hidrólises. Uma banda larga na faixa de 3200 a $3500\ \text{cm}^{-1}$, corresponde a vibração de alongamento de O-H, enquanto a banda em torno de $2900\ \text{cm}^{-1}$ equivale ao estiramento das ligações C-H típicas de carbono sp^3 (SQUINCA *et al.*, 2022). A banda que se encontra entre 1650 e $1700\ \text{cm}^{-1}$ é atribuída a curvatura de grupos OH, provenientes de H_2O adsorvida em espaços vagos deixados pela remoção de hemicelulose e lignina. Os sinais em aproximadamente 1350 e $1400\ \text{cm}^{-1}$ são típicos de flexão das ligações C-H e movimento de tesoura do grupo C-H₂ (NAIR *et al.*, 2019). As bandas na faixa de 1000 a

1125 cm^{-1} , podem ser atribuídos a vibrações das ligações C-O-C e estiramento das ligações C-OH presentes no anel piranose e glicose, enquanto a última banda que está em aproximadamente 900 cm^{-1} é referente a vibração de balanço da ligação C-H. A alta intensidade desses picos demonstra certa cristalinidade do material e pode ser devido as ligações β -glicosídicas dos monômeros de glicose da celulose, mostrando assim que a região amorfa foi removida (CHENG *et al.*, 2020; KHAN *et al.*, 2021; ILYAS *et al.*, 2021). Portanto, a partir do FTIR é possível afirmar que o material obtido apresenta características e grupos funcionais típicos de celulose, semelhantes àqueles observados por Rashid *et al.* (2022) ao extrair nanocelulose de resíduos da casca de amêndoa e por Akatan *et al.* (2022) ao extrair micro e nanocelulose cristalina de resíduo da semente de girassol.

Figura 7. Análise FTIR da amostra hidrolisada a 60 °C e 30 min



Fonte: Autores, 2022.

CONCLUSÕES

A partir do estudo realizado foi verificado que é possível extrair micro e nanocelulose cristalina da casca do fruto do ingá-cipó via hidrólise ácida, o que pode ser confirmado pelas imagens do MET. Os pré-tratamentos realizados antecedendo o processo de hidrólise mostraram-se eficientes. Através da espectroscopia de FTIR pode-se observar a presença dos grupos funcionais característicos de molécula de celulose. Por fim, o licor negro, um subproduto gerado em grande quantidade durante o pré-tratamento, pode ser reaproveitado em novos estudos para a obtenção de lignina.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Amazonas (FAPEAM) pelo apoio financeiro, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq pelo suporte financeiro para Luiz Pereira da Costa (311002/2020-0) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

REFERÊNCIAS

- AKATAN, K.; KABDRAKHMANOVA, S.; KUANYSHBEKOV, T.; IBRAEVA, Z.; BATTALOVA, A.; JOSHY, K. S.; THOMAS, S. Highly-efficient isolation of microcrystalline cellulose and nanocellulose from sunflower seed waste via environmentally benign method. *Cellulose*, v. 29, n. 7, p. 3787 – 3802, 2022. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4>
- BHAT, A. H.; KHAN, I.; USMANI, M. A.; UMAPATHI, R.; AL-KINDY, S. M. Z. Cellulose an ageless renewable green nanomaterial for medical applications: An overview of ionic liquids in extraction, separation and dissolution of cellulose. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 129, p. 750 – 777, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.190>
- BIMESTRE, T. A.; JÚNIOR, J. A. M.; CANETTIERI, E. V.; TUNA, C. E. Hydrodynamic cavitation for lignocellulosic biomass pretreatment: a review of recent developments and future perspectives. *Bioresources and Bioprocessing*, v. 9, n. 1, 2022. <https://doi.org/10.1186/s40643-022-00499-2>
- BISWAL, A. K.; HENGGE, N. N.; BLACK, I. M.; ATMODOJO, M. A.; MOHANTY, S. S.; RYNO, D.; HIMMEL, M. E.; AZADI, P.; BOMBLE, Y. J.; MOHNEN, D. Composition and yield of non-cellulosic and cellulosic sugars in soluble and particulate fractions during consolidated bioprocessing of poplar biomass by *Clostridium thermocellum*. *Biotechnology for Biofuels and Bioproducts*, v. 15, n. 1, 2022. <https://doi.org/10.1186/s13068-022-02119-9>
- BONGAO, H. C.; GABATINO, R. R. A.; ARIAS, C. F. H.; MAGDALUYO, E. R. Micro/nanocellulose from waste Pili (*Canarium ovatum*) pulp as a potential anti-ageing ingredient for cosmetic formulations. *Materials Today: Proceedings*, v. 22, p. 275 – 280, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.117>
- BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. *Amazônia*, 2021. Disponível em: <https://www.gov.br/mma/pt-br/assuntos/ecossistemas-1/biomas/amazonia#:~:text=O%20bioma%20amaz%C3%B4nico%20abrange%20mais,maior%20diversidade%20biol%C3%B3gica%20do%20mundo.%20Acesso%20em%2030%20de%20out.%202022>. Acessado em 30 de out 2022.

CHEN, X.; HE, D.; HOU, T.; LU, M.; MOSIER, N. S.; HAN, L.; XIAO, W. Structure–property–degradability relationships of varisized lignocellulosic biomass induced by ball milling on enzymatic hydrolysis and alcoholysis. *Biotechnology for Biofuels and Bioproducts*, v. 15, n. 1, 2022. <https://doi.org/10.1186/s13068-022-02133-x>

CHENG, M.; QIN, Z.; HU, J.; LIU, Q.; WEI, T.; LI, W.; LING, Y.; LIU, B. Facile and rapid one–step extraction of carboxylated cellulose nanocrystals by H₂SO₄/HNO₃ mixed acid hydrolysis. *Carbohydrate Polymers*, v. 231, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115701>

CHU, Y.; SUN, Y.; WU, W.; XIAO, H. Dispersion Properties of Nanocellulose: A Review. *Carbohydrate Polymers*, v. 250, p. 1 – 17, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116892>

COLTURATO, P. L.; GOVEIA, D. Controlled release of vitamin D₃ using a nanocellulose-based membrane. *Scientific Reports*, v. 12, n. 1, 2022. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-16179-2>

CURMI, H.; CHIRAT, C.; ROUBAUD, A.; PEYROT, M.; HAARLEMMER, G.; LACHENAL, D. Extraction of phenolic compounds from sulfur-free black liquor thanks to hydrothermal treatment before the production of syngas for biofuels. *Journal of Supercritical Fluids*, v. 181, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2021.105489>

DONGRE, M.; SURYAWANSHI, V. B. Analysis of cellulose-based nanocomposites & amp; potential applications. *Materials Today: Proceedings*, v. 45, p. 3476 – 3482, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.943>

DU, Z.; LI, F.; LIU, Z.; TAN, Y.; NIU, K.; FANG, X. Driving an in vitro multienzymatic cascade of laminaribiose biosynthesis from non-food cellulose with balancing the precursor supply. *Industrial Crops and Products*, v. 182, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114878>

FALCÃO, M. A.; CLEMENT, C. R. Fenologia e produtividade do Infá-Cipó (*Inga edulis*) na Amazônia Central. *Acta Amazonica*, v. 30, n. 2, p. 173–180, 2000. <https://doi.org/10.1590/1809-43922000302180>

FERNÁNDEZ-RODRÍGUEZ, J.; ERDOCIA, X.; SÁNCHEZ, C.; GONZÁLEZ ALRIOLS, M.; LABIDI, J. Lignin depolymerization for phenolic monomers production by sustainable processes. *Journal of Energy Chemistry*, v. 26, n. 4, p. 622 – 631, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2017.02.007>

FREITAS, F. A.; ARAÚJO, R. C.; SOARES, E. R.; NUNOMURA, R. C. S.; SILVA, F. M. A.; SILVA, S. R. S.; SOUZA, A. Q. L.; SOUZA, A. D. L.; FRANCO-MONTALBÁN, F.; ACHO, L. D. R.; LIMA, E. S.; BATAGLION, G. A.; KOOLEN, H. H. F. Biological evaluation and quantitative analysis of antioxidant compounds in pulps of the Amazonian fruits bacuri (*Platonia insignis* Mart.), ingá (*Inga edulis* Mart.), and uchi (*Sacoglottis uchi* Huber) by UHPLC-ESI-MS/MS. *Journal of Food Biochemistry*, v. 42, n. 1, 2018. <https://doi.org/10.1111/jfbc.12455>

HAQ, I.; QAISAR, K.; NAWAZ, A.; AKRAM, F.; MUKHTAR, H.; ZOHU, X.; XU, Y.; MUMTAZ, M.; RASHID, U.; GHANI, W.; CHOONG, T. Advances in Valorization of Lignocellulosic Biomass towards Energy Generation. *Catalysts*, v. 11, n. 3, p. 309, 2021. <https://doi.org/10.3390/catal11030309>

ILYAS, R.; SAPUAN, S.; ATIKAH, M.; ASYRAF, M.; RAFIQAH, S. A.; AISYAH, H.; NURAZZI, N. M.; NORRAHIM, M. Effect of hydrolysis time on the morphological, physical, chemical, and thermal behavior of sugar palm nanocrystalline cellulose (*Arenga pinnata* (Wurmb.) Merr). *Textile Research Journal*. v. 91, p. 152 – 167, 2020. <https://doi.org/10.1177/0040517520932393>

JI, H.; WANG, L.; TAO, F.; YAO, Z.; LI, X.; DONG, C.; PANG, Z. A Hydrotrope Pretreatment for Stabilized Lignin Extraction and High Titer Ethanol Production. *Bioresources and Bioprocessing*, v. 9, n. 40. 2022. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1205162/v1>

KHAN, A.; JAWAID, M.; KIAN, L. K.; KHAN, A. A. P.; ASIRI, A. M. Isolation and Production of Nanocrystalline Cellulose from *Conocarpus* Fiber. *Polymers*, v. 13, n. 11, 2021. <https://doi.org/10.3390/polym13111835>

KOUADRI, I.; SATHA, H. Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from *Citrullus colocynthis* seeds. *Industrial Crops and Products*, v. 124, p. 787–796, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.08.051>

LI, B.; LIU, N.; ZHAO, X. Response mechanisms of *Saccharomyces cerevisiae* to the stress factors present in lignocellulose hydrolysate and strategies for constructing robust strains. *Biotechnology for Biofuels and Bioproducts*, v. 15, n. 1, 2022. <https://doi.org/10.1186/s13068-022-02127-9>

LIU, X.; LU, J.; FU, M.; ZHENG, H.; CHEN, Q. Activated carbon induced hydrothermal carbonization for the treatment of cotton pulp black liquor. *Journal of Water Process Engineering*, v. 47, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102733>

LIU, Y.; LI, S.; WANG, Z.; WANG, L. Ultrasound in cellulose-based hydrogel for biomedical use: From extraction to preparation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 212, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2022.112368>

LUKAJTIS, R.; RYBARCZYK, P.; KUCHARSKA, K.; KONOPACKA-ŁYSKAWA, D.; SŁUPEK, E.; WYCHODNIK, K.; KAMIŃSKI, M. Optimization of Saccharification Conditions of Lignocellulosic Biomass under Alkaline Pre-Treatment and Enzymatic Hydrolysis. *Energies*, v. 11, n. 4, 2018. <https://doi.org/10.3390/en11040886>

MAHMUD, N.; ROSENTRATER, K. A. Life-Cycle Assessment (LCA) of Different Pretreatment and Product Separation Technologies for Butanol Bioprocessing from Oil Palm Frond. *Energies*, v. 13, n. 1, 2019. <https://doi.org/10.3390/en13010155>

- MIYASHIRO, D.; HAMANO, R.; UMEMURA, K. A Review of Applications Using Mixed Materials of Cellulose, Nanocellulose and Carbon Nanotubes. *Nanomaterials*, v. 10, n. 2, 2020. <https://doi.org/10.3390/nano10020186>
- MOKHENA, T. C.; JOHN, M. J. Cellulose nanomaterials: new generation materials for solving global issues. *Cellulose*, v. 27, n 3, p. 1149 – 1194, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02889-w>
- MORYA, R.; KUMAR, M.; TYAGI, I.; KUMAR PANDEY, A.; PARK, J.; RAJ, T.; SIROHI, R.; KUMAR, V.; KIM, S. H. Recent advances in black liquor valorization. *Bioresource Technology*, v. 350, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2022.126916>
- NAIR, A. R.; SAMBHUDEVAN, S.; SHANKAR, B. Synthesis, characterization and dye removal properties of cellulose nanocrystals embedded natural rubber latex composite. *Cellulose Chemistry and Technology*, v. 53, p. 263 – 270, 2019. <https://doi.org/10.35812/cellulosechemtechnol.2019.53.26>
- NAZ, S.; ALI, J. S.; ZIA, M. Nanocellulose isolation characterization and applications: a journey from non-remedial to biomedical claims. *Bio-Design and Manufacturing*, v. 2, n. 3, p. 187 – 212, 2019. <https://doi.org/10.1007/s42242-019-00049-4>
- ROSA, R.; ROSACE, G.; ARRIGO, R.; MALUCELLI, G. Preparation and characterization of 3D-Printed Biobased Composites Containing Micro- or Nanocrystalline Cellulose. *Polymers*, v. 14, n. 9, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14091886>
- PIREDA, S; MIGUEL, E. C. M.; XAVIER, V; CUNHA, M. Morpho-anatomical and ultrastructural analysis of extrafloral nectaries in *Inga edulis* (Vell.) Mart. (Leguminosae). *Nordic Journal of Botany*, v. 36, n. 7, 2018. <https://doi.org/10.1111/njb.01665>
- PIRES, J. R. A.; SOUZA, V. G. L.; GOMES, L. A.; COELHO, I. M.; GODINHO, M. H.; FERNANDO, A. L. Micro and nanocellulose extracted from energy crops as reinforcement agents in chitosan films. *Industrial Crops and Products*, v. 186, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115247>
- PRADHAN, D.; JAISWAL, A. K.; JAISWAL, S. Emerging technologies for the production of nanocellulose from lignocellulosic biomass. *Carbohydrate Polymers*, v. 285, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119258>
- PRAJAPATI, B. P.; KANGO, N. Evaluation of alkali black liquor recycling for rice straw delignification and its effect on enzymatic saccharification. *Industrial Crops and Products*, v. 180, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114709>
- RAHMANI, A.; GAHLOT, P.; MOUSTAKAS, K.; KAZMI, A. A; SHEKHAR, C.; TYAGI, V. K. (2022). Pretreatment methods to enhance solubilization and anaerobic biodegradability of lignocellulosic biomass (wheat straw): Progress and challenges. *Fuel*, v. 319, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2022.123726>
- RASHID, S; SHAHI, A. K.; DUTTA, H. Extraction and Characterization of Cellulose and Cellulose Nanowhiskers from Almond Shell Biomass, Metal Removal, and

Toxicity Analysis. *Biointerface Research in Applied Chemistry*, v. 12, n. 2, p. 1705 – 1720, 2022. <https://doi.org/10.33263/briac122.17051720>

SAINORUDIN, M. H.; ABDULLAH, N. A.; RANI, M. S. A.; MOHAMMAD, M.; KADIR, N. H.; RAZALI, H.; ASIM, N.; YAAKOB, Z. Investigation of the Structural, Thermal and Morphological Properties of Nanocellulose Synthesised from Pineapple Leaves and Sugarcane Bagasse. *Current Nanoscience*, v. 18, n. 1, p. 68 – 77, 2022. <https://doi.org/10.2174/1573413717666210216115609>

SALAS, C.; NYPELÖ, T.; RODRIGUEZ-ABREU, C.; CARRILLO, C.; ROJAS, O. J. Nanocellulose properties and applications in colloids and interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, v. 19, n. 5, p. 383 – 396. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2014.10.003>

SQUINCA, P.; BILATTO, S.; BADINO, A. C.; FARINAS, C. S. Nanocellulose Production in Future Biorefineries: An Integrated Approach Using Tailor-Made Enzymes. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, v. 8, n. 5, p. 2277 – 2286, 2020. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b06790>

STANLEY, J.; THANARASU, A.; KUMAR, P.; PERIYASAMY, K.; RAGHUNANDHAKUMAR, S.; PERIYARAMAN, P.; DEVARAJ, K.; DHANASEKARAN, A.; SUBRAMANIAN, S. Potential pre-treatment of lignocellulosic biomass for the enhancement of biomethane production through anaerobic digestion - A review. *Fuel*, v. 318, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2022.123593>

TANG, Q.; QIAN, Y.; YANG, D.; QIU, X.; QIN, Y.; ZHOU, M. Lignin-Based Nanoparticles: A Review on Their Preparations and Applications. *Polymers*, v. 12, n. 11, 2020. <https://doi.org/10.3390/polym12112471>

WANG, F.; OUYANG, D.; ZHOU, Z.; PAGE, S. J.; LIU, D.; ZHAO, X. Lignocellulosic biomass as sustainable feedstock and materials for power generation and energy storage. *Journal of Energy Chemistry*, v. 57, p. 247 – 280, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2020.08.060>

WANG, L.; ZHU, X.; CHEN, X.; ZHANG, Y.; YANG, H.; LI, Q.; JIANG, J. Isolation and characteristics of nanocellulose from hardwood pulp via phytic acid pretreatment. *Industrial Crops and Products*, v. 182, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114921>

WANG, Y.; GAN, R.; ZHAO, S.; MA, W.; ZHANG, X.; SONG, Y.; MA, C.; SHI, J. B., N, F tri-doped lignin-derived carbon nanofibers as an efficient metal-free bifunctional electrocatalyst for ORR and OER in rechargeable liquid/solid-state Zn-air batteries. *Applied Surface Science*, v. 598, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.153891>

WU, J. H.; HE, C. Y. Advances in Cellulose-Based Sorbents for Extraction of Pollutants in Environmental Samples. *Chromatographia*, v. 82, n. 8, p. 1151 – 1169, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10337-019-03708-x>

YI, Y.; WANG, X.; LIU, Z.; GAO, C.; FATEHI, P.; WANG, S.; KONG, F. A green composite hydrogel based on xylan and lignin with adjustable mechanical properties, high swelling, excellent <scp>UV</scp> shielding, and antioxidation properties. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 139, n. 28, 2022.
<https://doi.org/10.1002/app.52520>