



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE

CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE

UNIDADE ACADÊMICA DE EDUCAÇÃO

CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA DO  
SISAL (*Agave sisalana*) PARA PRODUÇÃO DE ETANOL

CUITÉ – PB

JUNHO/2013

CLEBSON SIDNEY SABINO LIMA

CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA DO  
SISAL (*Agave sisalana*) PARA PRODUÇÃO DE ETANOL

Monografia apresentada ao curso de  
Licenciatura em Química da  
Universidade Federal de Campina  
Grande Campus Cuité, como parte  
dos requisitos para obtenção do  
Grau de Licenciado em Química.

Orientadora: Profa. Dra. Marta Maria da Conceição

CUITÉ – PB

JUNHO/2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE  
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

L732c Lima, Clebson Sidney Sabino.

Caracterização da composição Lignocelulósica do sisal (*Agave sisalana*) para produção de etanol. / Clebson Sidney Sabino Lima – Cuité: CES, 2013.

46 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCG, 2013.

Orientadora: Dra. Marta Maria da Conceição.

1. Sisal. 2. Lignocelulósicos. 3. Etanol – caracterização físico-química. I. Título.

CDU 633.526.2

CLEBSON SIDNEY SABINO LIMA

CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA DO  
SISAL (*Agave sisalana*) PARA PRODUÇÃO DE ETANOL

Monografia apresentada ao curso de Licenciatura em Química da  
Universidade Federal de Campina Grande Campus Cuité, como parte dos  
requisitos para obtenção do Grau de Licenciado em Química.

Aprovada em 20/06/2013

BANCA EXAMINADORA

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Marta Maria da Conceição (Orientadora)

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Denise Domingos da Silva – CES/UFCG

---

Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup>. Cláudia Patrícia Fernandes dos Santos – CES/UFCG

CUITÉ – PB

JUNHO/2013

Dedico esse trabalho ao povo valente do nordeste Brasileiro que apesar das secas e das dificuldades nunca desistem de lutar.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço Deus, pela força que me deu durante a realização desse trabalho, pois sem ele nada disso seria possível.

A toda minha família que me incentivou durante todo o curso.

Aos meus colegas e professores e funcionário da UFCG, que de forma direta e indireta proporcionaram momentos enriquecedores durante a graduação.

Aos agricultores do município de Nova Floresta que cederam as amostras do sisal para a realização desse trabalho.

A equipe do Laboratório de Biocombustíveis e Química Ambiental pela contribuição na realização das análises.

Ao professor Carlos por ter realizado a identificação botânica do sisal.

A minha orientadora, Professora Dra. Marta Maria da Conceição, pela orientação desse trabalho.

"Os poderosos podem matar uma,  
duas até três rosas, mas nunca  
deterão a primavera inteira."

Che Guevara

## RESUMO

O sisal (*Agave sisalana*) é uma planta cultivada em regiões semidesérticas e adaptou-se bem ao clima e ao solo do nordeste do Brasil, sendo hoje o maior produtor e exportador do mundo. O presente trabalho teve como objetivo analisar a composição lignocelulósica do sisal (*Agave Sisalana*) para produção de etanol. As amostras de sisal (fibra, folha e bagaço) foram gentilmente cedidas por agricultores do município de Nova Floresta-PB. As amostras passaram por processo de secagem e foram moídas em moinho de facas. Realizou-se então análise da composição lignocelulósica do sisal determinando-se o teor de umidade, cinzas, celulose, hemicelulose, lignina e extrativos para fibra, folha e bagaço do sisal. A fibra do sisal apresentou maior teor de celulose que a folha e o bagaço, e valores próximos de hemicelulose, cujos resultados dos experimentos foram próximos aos encontrados na literatura. Os difratogramas da Fibra, Bagaço e Folha de Sisal indicaram os picos referentes aos planos cristalinos (plano 101, plano 002 e plano 040) característicos dos materiais lignocelulósicos. Considerando a segunda etapa de perda de massa das amostras, atribuída à decomposição de hemicelulose e celulose, os dados termogravimétricos indicaram ser a fibra de sisal a amostra mais estável. O sisal apresentou-se como matéria prima interessante para a produção de etanol, por apresentar elevado teor de celulose (52,17%) e hemicelulose (20,59%) que após a hidrólise pode ser fermentado para a produção de etanol.

Palavras-chave: Sisal, Material Lignocelulósico, Caracterização Físico-Química, Etanol.



## ABSTRACT

The sisal (*Agave sisalana*) is a plant grown in semi-desert regions and adapted well to the climate and soil of northeastern Brazil, is today the largest producer and exporter in the world. This study aimed to analyze the composition of sisal (*Agave sisalana*) for ethanol production. The samples of sisal (fiber, sheet and bagasse) were kindly provided by farmers in the municipality of Nova Foresta-PB. The samples underwent drying process and were ground in a Wiley mill. Was then performed analysis of the composition of sisal determining the moisture content, ashes, cellulose, hemicellulose, lignin and extractives for fiber, leaf and sisal bagasse. The sisal fiber showed higher cellulose content than the leaf and bagasse, and values near hemicellulose, The results of the experiments were similar to those found in the literature. The XRD patterns of the fiber, Bagasse and Sheet Sisal indicated peaks associated to crystalline planes (plan 101, plan 002 and plan 040) characteristic of lignocellulosic materials. Considering the second stage of mass loss of the samples, attributed to the decomposition of cellulose and hemicellulose, the TG data indicated that the sisal fiber sample more stable. Sisal presented as interesting feedstock for ethanol production, because of its high cellulose content (52.17%) and hemicellulose (20.59%) which after hydrolysis can be fermented to produce ethanol.

Keywords: Sisal, lignocellulose, Physical Chemistry Characterization, Ethanol.

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento.

TG - Termogravimetria.

DTG - Derivada da Termogravimetria.

DRX - Difração de Raios x.

A.O.A.C - Association of Official Analytical Chemists

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Plantio de Sisal. ....	17
Figura 2 - Agricultores preparando máquina para desfibrar o sisal. ....	21
Figura 3 - Agricultores desfibrando o sisal. ....	22
Figura 4 - Etapa de moagem das amostras do sisal. ....	23
Figura 5 - Curva de secagem do sisal. ....	29
Figura 6 - Amostras de Bagaço, Folha e Fibra do sisal após a secagem. ....	29
Figura 7 - Percentual de holocelulose nas amostras analisadas.....	31
Figura 8 - Processo de análise da holocelulose. ....	32
Figura 9 - Holocelulose da fibra folha e bagaço respectivamente.....	32
Figura 10 - Análise de celulose alfa. ....	33
Figura 11 - Análise de lignina. ....	34
Figura 12 - Lignina da folha do sisal.....	34
Figura 13 - Sistema montado para as análises dos extrativos.....	35
Figura 14 - Difratogramas da fibra, bagaço e folha de sisal.....	37
Figura 15 - Curvas TG/DTG da fibra de sisal. ....	38
Figura 16 - Curvas TG/DTG do bagaço de sisal. ....	39
Figura 17 - Curvas TG/DTG da Folha de Sisal.....	40

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Variação de massa das amostras em relação ao tempo de pesagem. ....	28
Tabela 2 - Composição lignocelulósica do sisal.....	36

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>15</b>
2.1. OBJETIVO GERAL.....	15
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
<b>3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>16</b>
<b>4. MATERIAIS E METODOS .....</b>	<b>21</b>
4.1. MATÉRIA PRIMA .....	21
4.2. IDENTIFICAÇÃO BOTÂNICA.....	22
4.3. CURVA DE SECAGEM .....	23
4.4. COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA.....	23
4.4.1. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE.....	23
4.4.2. DETERMINAÇÃO DE MATERIAL MINERAL (CINZAS).....	24
4.4.3. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HOLOCELULOSE.....	24
4.4.4. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CELULOSE E HEMICELULOSE .....	25
4.4.5. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE LIGNINA .....	26
4.4.6. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE EXTRATIVOS .....	26
4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	27
4.6. ESTUDO TÉRMICO.....	27
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>27</b>
5.1. CURVA DE SECAGEM DO SISAL.....	27
5.2. COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA.....	30
5.2.1. TEOR DE UMIDADE .....	30
5.2.2. TEOR DE CINZAS .....	30
5.2.3. TEOR DE HOLOCELULOSE .....	31
5.2.4. TEOR DE CELULOSE E HEMICELULOSE.....	33
5.2.5. TEOR DE LIGNINA .....	34
5.2.6. TEOR DE EXTRATIVOS.....	35
5.3. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	36
5.4. ESTUDO TÉRMICO.....	37

<b>6. CONCLUSÃO.....</b>	<b>41</b>
<b>7. REFERÊNCIAS .....</b>	<b>42</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O sisal é uma fibra vegetal abundante no país, muito resistente e usada para confecção de cordas, vassouras e peças artesanais. Um aspecto vantajoso no cultivo do sisal é o fato de ele apresentar elevado teor de celulose e não ser usado como fonte de alimento e, podendo ser utilizado na produção de etanol.

O cultivo do sisal é feito de maneira bem simples por ser uma cultura pouco exigente. Trata-se de uma planta de rápido crescimento e resistente a climas quentes, além da fibra o resíduo de desfibramento do sisal possui em sua composição celulose e hemicelulose.

A principal operação pós-colheita é o desfibramento do sisal, processo pelo qual se elimina a polpa das fibras, mediante uma raspagem mecânica, o que torna esta prática complexa e de custo elevado. No Brasil, a extração da fibra era feita, por meio de um instrumento simples, chamado farracho ou alicate, cujo processo, bastante rudimentar, baseava-se na raspagem da folha para a retirada da polpa ou da mucilagem que envolve a fibra, por meio de lâminas de ferro. Atualmente é utilizado para o desfibramento do sisal uma máquina denominada paraibana ou motor de agave. Após o batimento, as fibras são selecionadas de acordo com os padrões de classificação vigentes no país produtor (SILVA et al., 2008).

Segundo dados da CONAB, as exportações do complexo do sisal no primeiro semestre de 2012 foram de 39,1 mil toneladas. Este volume é 8,5% inferior as 42,7 mil toneladas exportadas em igual período de 2011. As menores exportações de fibra beneficiada e de fios foram os responsáveis por tal desempenho. Todavia, o total das receitas de R\$ 48,1 milhões é 5% superior aos R\$ 45,8 milhões obtidos em igual período de 2010. Os EUA são os maiores compradores de cabos, cordas e cordéis e do complexo em geral. No primeiro semestre de 2012 as exportações para os EUA foram de 12 mil toneladas. A se manter tal volume no

segundo semestre, as exportações para aquele país em 2012 totalizarão 24 mil toneladas e, portanto, 8% inferior as 26 mil toneladas exportadas em 2011.

Apesar da sua importância para o país, nos últimos anos tem-se observado declínio da cultura do sisal, verificando-se redução da área cultivada, produção e produtividade. Vários fatores têm contribuído para esta decadência, dentre os quais o baixo índice de aproveitamento da planta de sisal (somente 4% das folhas colhidas se convertem em produto vendável); a concorrência com as fibras duras sintéticas; o elevado custo inicial para a produção da monocultura sisaleira; a falta de variedades adaptadas às regiões produtoras; doenças e o manejo deficitário da fertilidade dos solos (EMBRAPA, 2006).

Pela grande importância social e econômica que o sisal já teve para a o desenvolvimento da região Nordeste, em especial da Paraíba, buscou-se com a realização desse trabalho caracterizar a composição lignocelulósica do sisal visando seu aproveitamento para a produção de etanol.



## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. OBJETIVO GERAL**

- Caracterizar a composição lignocelulósica do sisal (*Agave Sisalana*) para produção de etanol.

### **2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Realizar pré tratamento do sisal (fibra, bagaço e folha do sisal);
- Avaliar a secagem do sisal;
- Determinar a composição lignocelulósica da fibra, bagaço e folha do sisal, analisando o teor de umidade, cinzas, celulose, hemicelulose, lignina e extrativos;
- Caracterizar fibra, bagaço e folha do sisal por Difração de Raios X;
- Caracterizar fibra, bagaço e folha do sisal por Termogravimetria.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Entre as poucas culturas agrícolas que se adequam as características do semiárido brasileiro está o sisal (*Agave sisalana*) que se adaptou bem as condições de clima e solo, tendo a capacidade de suportar secas prolongadas e temperaturas elevadas. É responsável pela permanência de milhares de pessoas no meio rural, sendo o alicerce econômico de alguns territórios, como o Território do Sisal na Bahia (Silva, 2009).

A palavra agave tem sua origem na expressão grega "*agaus*", que quer dizer magnífico. Pela sua beleza e rusticidade, a agave também é muito utilizada como planta ornamental. O seu principal emprego, porém, reside no aproveitamento integral das fibras estruturais contidas nas suas folhas, de ampla utilização na indústria de cordoalha (OASHI, 1999).

A agave é uma planta originária do continente norte-americano e das Ilhas Caraíbas. Suas propriedades são conhecidas desde as épocas mais remotas pelos primitivos habitantes do México, que não só se utilizavam de suas preciosas fibras para fabricação de diversos utensílios como tapetes, redes, cordas, etc., mais também, e principalmente, como fonte natural de alimentos. Dada a sua facilidade de aclimatação, a agave foi levada do México para outras partes do mundo, passando a ser comercialmente cultivada. A agave é uma planta herbácea (Figura 1), quase acaulescente. Tem folhas grandes, que variam de 1,2 a 2,0m de comprimento, dispostas em espiral, em geral carnosas, duras, de coloração verde-lustrosa, convexas e canaliculadas na parte superior, apresentando ápice pungente, margem irregularmente acauleada e pendão floral de aproximadamente 6 a 9 metros de altura por 15 cm de diâmetro. Suas folhas fornecem fibras têxteis de boa qualidade, muito utilizadas nas indústrias de cordoalha em geral (OASHI, 1999).

Figura 1 - Plantio de Sisal.



O gênero pertence à família *agavaceae* e abrange um grupo de quase trezentas espécies vegetais que ocupam posição de destaque entre as plantas características das regiões semidesérticas (OASHI, 1999).

No Brasil as plantações estão concentradas nos estados da Paraíba e da Bahia. A cultura do sisal tem uma área plantada de 154 mil hectares no país, com produtividade próxima a 800 quilos por hectare (FAPESP, 2009). No período de 1943 até 1976, o Estado da Paraíba era o maior produtor e exportador de sisal, perdendo essa liderança posteriormente para a Bahia. Os Estados da Bahia e Paraíba são os dois maiores produtores dessa cultura no Nordeste. Por sua adaptabilidade climática, o sisal ajustou-se perfeitamente a essa região, onde predomina o clima semiárido. É um componente importantíssimo na economia agrícola do Estado da Paraíba, por tratar-se de produto de exportação, gerador de divisas. Destaca-se, também, pela capacidade de geração de empregos, por meio de uma cadeia de serviços que abrange desde os trabalhos de manutenção das lavouras (baseados na mão de obra familiar), extração e

processamento da fibra para o beneficiamento, até as atividades de industrialização de diversos produtos, bem como seu uso para fins artesanais (OASHI, 1999).

O Brasil é o maior produtor de sisal do mundo. Apesar da importância do sisal para o País, o Brasil ainda é carente de publicações que tratem o assunto de forma abrangente e sistemática. Segundo dados da CONAB, a produção brasileira de fibra seca de sisal no ano de 2004 foi de 139,7 mil toneladas, representando o percentual de apenas 4% da folha. Por sua vez, os resíduos sólidos do desfibramento obtidos para este quantitativo de fibra, que correspondem a 14% da folha, foram da ordem de 489,0 mil toneladas, quantidade bastante significativa. No Brasil, esses resíduos são chamados bagaço e, na maioria das vezes, abandonados no campo, sendo poucos os produtores que os utilizam como adubo ou alimento para ruminantes (ANDRADE, 2012).

Materiais lignocelulósicos são constituídos basicamente de celulose, hemicelulose, lignina e extrativos. A maior porção de carboidratos dos materiais lignocelulósicos é composta por polímeros de celulose e hemicelulose, com menor quantidade de outros açúcares. A combinação de celulose e hemicelulose se dá o nome de holocelulose. (SANTOS, 2008).

A maioria dos carboidratos encontrados na natureza ocorre como polissacarídeos, que são polímeros de média e até alta massa molecular. Os polissacarídeos diferem entre si na identidade das suas unidades monossacarídicas, que podem ser compostos por um, dois ou vários monossacarídeos diferentes, nos tipos de ligação que os unem, no comprimento das suas cadeias e no grau de ramificação destas. Suas cadeias podem ser lineares ou ramificados de comprimento variado. Os polissacarídeos podem ser homopolissacarídeos e heteropolissacarídeos, os homopolissacarídeos contêm apenas um único tipo de unidade monomérica; já os heteropolissacarídeos contêm dois ou mais tipos diferentes de unidades monoméricas um exemplo de homopolissacarídeo

é a celulose que é utilizada como elemento estrutural das paredes celulares vegetais (LEHNINGER, 2006).

A celulose é um homopolissacarídeo de cadeia longa composta de um só monômero a glicose, de peso molecular variável e com fórmula empírica  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , com um valor mínimo de  $n=200$ . A estrutura da celulose forma-se pela união de moléculas de  $\beta$ -glicose, através de ligações glicosídicas do tipo  $(\beta 1 \rightarrow 4)$ , o que a torna insolúvel em água. Possui uma estrutura linear, fibrosa e resistente, na qual se estabelecem múltiplas pontes de hidrogênio entre seus grupos hidroxilas, que correspondem a ligações, intramoleculares, entre moléculas de glicose e intermoleculares entre as distintas cadeias justapostas de glicose (CARDOSO, 2008).

Hemiceluloses também são polissacarídeos, mas diferem da celulose por serem constituídas por vários tipos de unidades de açúcares, além de serem ramificados e presentes em menor grau de polimerização (SANTOS, 2008).

A lignina é um polímero fenólico, derivado de álcoois aromáticos, que tem por função conferir rigidez, impermeabilidade à água e resistência mecânica e microbiológica aos tecidos vegetais. É um heteropolímero tridimensional, reticular de base fenólica, composta de três tipos de unidades de fenilpropano interligadas via sete tipos de ligações C-C ou C-O-C e grupos metoxila (CARDOSO, 2008).

Extrativos são substâncias químicas de baixo peso molecular que podem ser extraídos usando solventes orgânicos, geralmente formados a partir de graxas, ácidos graxos, álcoois, fenóis, terpenos, esteróides, resinas, ceras e alguns outros tipos de compostos orgânicos (SANTOS, 2008).

A queima de combustíveis fósseis representa aproximadamente 82% de emissões dos gases causadores do efeito estufa. Assim a utilização de renováveis, seja pela questão ambiental global, ou redução da dependência externa de energia apresenta indicadores positivos.

A dependência de fontes de energia não renováveis e altamente poluentes, como o petróleo e seus derivados, tem levado a sociedade atual a buscar alternativas para a utilização de combustíveis renováveis. Neste sentido as pesquisas sinalizam a produção de etanol combustível a partir de biomassa de composição lignocelulósica.

A glicose pode ser transformada em álcool etílico via fermentação, podendo a mesma ser obtida da celulose por processo de hidrólise (CAMPOS, 2011).

Por se tratar de um material proveniente de fonte de rápido ciclo de crescimento e resistência a climas secos, possuir elevado teor de celulose, aliado ao fato de o Brasil ser o maior produtor mundial, faz do sisal matéria prima interessante para a produção de etanol.

## 4. MATERIAIS E METODOS

### 4.1. MATÉRIA PRIMA

As amostras de sisal foram fornecidas por agricultores do município de Nova Floresta, no estado da Paraíba. A coleta da fibra, folha e bagaço do sisal foi realizada de acordo com as seguintes coordenadas: S 06°27'13.9", W 036°12'52.6" e elevação 687 metros em relação ao nível do mar.

A colheita do sisal foi realizada manualmente, por trabalhadores utilizando uma faca. Em seguida as folhas de sisal foram transportadas até o local onde se encontra o motor desfibrador ou “motor paraibano”, como é conhecido. No desfibramento remove-se a parte verde da folha (Figuras 2 a 3).

Figura 2 - Agricultores preparando máquina para desfibrar o sisal.





Figura 3 - Agricultores desfibrando o sisal.



#### 4.2. IDENTIFICAÇÃO BOTÂNICA

A identificação botânica do sisal foi realizada e o sisal coletado foi identificado como da espécie *Agave sisalana*. Após a tomada das medidas de comprimento estimado da planta, comprimento e largura das folhas e comprimento da inflorescência de cinco indivíduos da população da espécie em questão, para a caracterização botânica do material, foi coletado um ramo da inflorescência e o quarto superior da folha de três indivíduos. O material foi prensado e colocado em estufa de secagem durante três dias para desidratação a 60°C.

Após esse procedimento foi feita a montagem da exsicata, recebendo a etiqueta com os dados informativos referentes à morfologia e localização do exemplar. Esse material encontra-se depositado no herbário da Universidade Federal de Campina Grande, Campus de Cuité, Paraíba. Esta metodologia segue o protocolo apresentado por Rota et al. (2008). Para identificação da espécie foi feita com base nos caracteres vegetativos e reprodutivos da planta utilizando-se a chave de Gentry (1982).



### 4.3. CURVA DE SECAGEM

As amostras de sisal passaram por processo de limpeza e as folhas de sisal foram cortadas em pedaços pequenos.

Em seguida, as amostras de fibra, folha e bagaço de sisal passaram por processo de secagem na temperatura de 75°C em estufa de circulação de ar. A cada 8 horas as amostras foram pesadas até que a massa se tornou constante, em seguida foram moídas em moinho de facas TECNAL MARCONI, Mod-TE 340.

Figura 4 - Etapa de moagem das amostras do sisal.



## 4.4. COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA

### 4.4.1. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE

O teor de umidade foi determinado pelo método A.O.A.C., 1997, de acordo com o seguinte procedimento: Três cadinhos de porcelana foram colocados na estufa de secagem à 105°C. Após 24 horas, os cadinhos foram resfriados em dessecador e pesados. Em seguida cerca de 5,000 g das amostras foram adicionadas em cada cadinho e foram então

colocados na estufa a 105°C por 24 horas. Os cadinhos foram então retirados da estufa, resfriados em dessecador e pesados. O teor de umidade (%) foi obtido pela Equação 1:

$$Umidade, \% = \frac{(peso\ inicial - peso\ final\ da\ amostra)}{peso\ inicial\ da\ amostra} \times 100 \quad (1)$$

#### 4.4.2. DETERMINAÇÃO DE MATERIAL MINERAL (CINZAS)

O teor de cinzas foi determinado por meio de calcinação de 2,000g de material seco em forno mufla a 700 °C durante o período de 12 horas e pesagem por 12 horas após resfriamento em dessecador, A concentração de cinzas foi determinada pela diferença entre a massa inicial e a massa final (Farmacopéia Brasileira, 1988).

#### 4.4.3. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HOLOCELULOSE

Para a determinação do teor de holocelulose foi adicionado a massa de 5,000 g de amostra: 0,75 g de clorito de sódio; 0,5 mL de ácido acético concentrado e 100 mL de água destilada. A mistura permaneceu sob agitação em agitador magnético até que o clorito fosse dissolvido. O erlenmeyer foi coberto com um vidro relógio e a mistura foi mantida sob agitação à temperatura de 75°C por 1 hora. A mesma quantidade de reagentes foi adicionada ao erlenmeyer a cada hora, totalizando um período de digestão de 3 horas. O sistema foi resfriado, e depois filtrado, através de filtração a vácuo. O resíduo foi lavado com água destilada e seco em estufa a 60°C até massa constante. O teor de holocelulose foi determinado através da diferença entre massa inicial e final (Rose et al, 2006).

#### 4.4.4. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CELULOSE E HEMICELULOSE

Os métodos químicos de separação da celulose e hemicelulose foram baseados nas metodologias propostas por (Xu et al, 2006). A uma massa de amostra de 2,000g de sisal foram adicionadas 4,1 mL de água destilada; 14,5 mL de ácido acético e 1,37 mL de ácido nítrico, o erlenmeyer foi coberto com um vidro de relógio e as amostras foram digeridas por 20 minutos a 60°C sob agitação. Após esse tempo, foi adicionado 200 mL de água destilada e a solução foi digerida por mais 40 minutos. Após o resfriamento, as amostras foram filtradas a vácuo e o precipitado foi separado e determinado gravimetricamente, como celulose total.

A celulose alfa foi determinada transferindo-se o resíduo remanescente do procedimento anterior a um erlenmeyer de 250 mL. Em seguida adicionou-se 100 mL de hidróxido de sódio a 17,5%, e a mistura permanece sob agitação a temperatura ambiente, durante 30 minutos. Após esse tempo adicionou-se 100 mL de água destilada e permaneceu mais 30 minutos em repouso. O material foi então filtrado através de um sistema da bomba de vácuo. O filtrado foi separado para determinação da celulose beta, e o resíduo foi lavado com água destilada e seco a 60°C por 24 horas e pesado para quantificação da celulose alfa.

Para determinação da celulose beta o filtrado foi transferido para um erlenmeyer de 500 mL e adicionou-se 200 mL da solução de ácido sulfúrico 1,5 mol/L. A solução foi mantida em repouso por 24 horas à temperatura de 7°C para que ocorresse a precipitação da celulose beta. Após esse período, as amostras foram filtradas à vácuo e secas em estufa a 60°C por 24 horas e determinadas pelo método gravimétrico. O teor de celulose foi obtido pela soma das celuloses alfa e beta e o teor de hemicelulose foi obtido a partir da diferença entre holocelulose e celulose.

#### **4.4.5. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE LIGNINA**

O teor de lignina foi determinado pelo método Klason de lignina insolúvel em ácido sulfúrico 75%. Uma massa de 2,000 gramas de amostra livre de extrativos foi transferida para erlenmeyer de 250 mL adicionando-se 15 mL de ácido sulfúrico. A amostra foi mantida sob agitação à temperatura ambiente por 2 horas. Posteriormente, o sistema foi aquecido sob refluxo, até a sua temperatura ebulição, adicionando-se água destilada para diluir o ácido. Em seguida, o sistema foi deixado em repouso para sedimentar o resíduo insolúvel. A mistura reacional foi filtrada, o resíduo foi seco em estufa a 60 °C até massa constante e pesado (Rose et al, 2006).

#### **4.4.6. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE EXTRATIVOS**

Para a determinação do teor de extrativos foi empregado o aparelho do tipo Soxhlet sendo utilizados 30,00 gramas de amostra e 250mL de n-hexano e etanol na proporção de 1:1 (n-hexano/etanol). As amostras foram adicionadas em um cartucho confeccionado com papel de filtro e colocadas no extrator Soxhlet. O solvente foi colocado em um balão de 500 mL, o material foi extraído durante um período de 6 horas. Após a extração, os cartuchos foram secos em estufa à temperatura de 60°C durante um período de 24 horas, através da diferença entre massa inicial e final, calculou-se o teor de extrativos em %.

#### **4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**

As análises de DRX foram realizadas em Difratorômetro Shimadzu, modelo XRD 600 com fonte de radiação  $\text{CuK}\alpha$ , tensão de 40KV e corrente de 30mA. A velocidade de  $2^\circ \text{ min}^{-1}$  e faixa de varredura de  $2\theta = 10$  a  $50^\circ$ .

#### **4.6. ESTUDO TÉRMICO**

As curvas termogravimétricas (TG) foram obtidas em Analisador Térmico Shimadzu, em atmosfera de ar sintético, fluxo 50mL/min, utilizando cadinho de alumina e 10mg de amostra, razão de aquecimento de  $10^\circ \text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ , no intervalo de temperatura de ambiente até  $700^\circ \text{C}$ .

### **5. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### **5.1. CURVA DE SECAGEM DO SISAL**

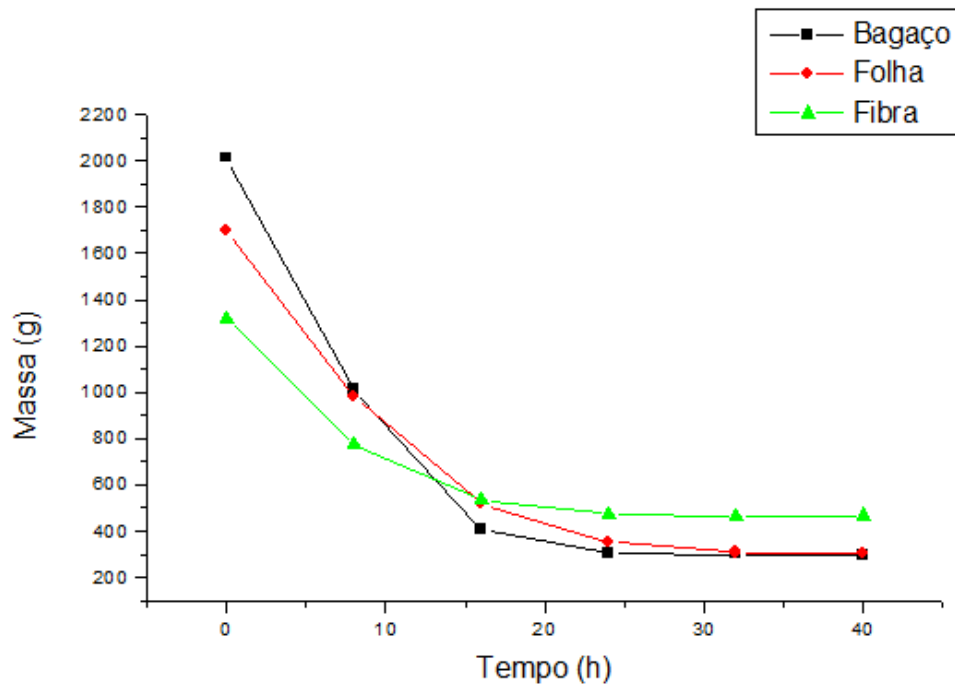
A secagem foi realizada em estufa de circulação de ar, a uma temperatura de  $75^\circ \text{C}$ . A cada 8 horas de secagem as amostras foram resfriadas e pesadas. Ao chegar no tempo de 40 horas do referido procedimento, observou-se massa constante. A Tabela 1 apresenta a variação de massa em relação ao tempo. Verifica-se que após 24 horas de secagem a variação de massa se torna muito pequena e após 40 horas a massa se torna constante.

Tabela 1 - Variação de massa das amostras em relação ao tempo de pesagem.

TEMPO(h)	MASSA DO BAGAÇO (g)	MASSA DA FOLHA (g)	MASSA DA FIBRA (g)
0h	2013,72g	1698,28g	1318,84g
8h	1011,68g	982,62g	775,08g
16h	407,65g	517,64g	533,94g
24h	303,77g	352,56g	474,16g
32h	300,82g	308,91g	465,47g
40h	300,05g	307,49g	467,01g

A secagem foi realizada monitorando-se o decréscimo da massa em função do tempo e em intervalos pré-determinados. A curva da perda de umidade em função do tempo (Figura 5) mostra que o bagaço e a folha perdem mais umidade que a fibra, chegando a uma perda de 85% para o bagaço e 81,9% para a folha, enquanto que a fibra perdeu 64,8% de umidade, com a curva praticamente linear a partir das 32 horas de secagem. A curva de secagem das três amostras foi obtida através do software Origin 5.

Figura 5 - Curva de secagem do sisal.



Após a secagem do sisal observa-se claramente a mudança do material, principalmente a mudança de coloração. Na Figura 6 observa-se as diferentes amostras do sisal (bagaço, folha e fibra) após o processo de secagem.

Figura 6 - Amostras de Bagaço, Folha e Fibra do sisal após a secagem.



## **5.2. COMPOSIÇÃO LIGNOCELULÓSICA**

### **5.2.1. TEOR DE UMIDADE**

De acordo com as metodologias citadas anteriormente, os teores de umidade, cinzas, celulose, hemicelulose, lignina e extrativos, foram determinados em todas as amostras (Figuras 7 a 13). O teor de umidade corresponde à quantidade de água que o material contém. Os valores encontrados foram: 6,92% para a fibra; 11,71% para a folha e 12,82% para o bagaço de sisal. Estes valores foram próximos aos obtidos nos dados termogravimétricos (Figuras 14 a 17).

### **5.2.2. TEOR DE CINZAS**

O teor de cinzas da fibra do sisal encontra-se próximo ao mencionado em algumas literaturas, entretanto os teores de cinzas da folha e do bagaço apresentaram valores elevados: 2,1% para a fibra, 7,5% para a folha e 8,5% para o bagaço do sisal. Todos os valores foram corroborados pelos dados termogravimétricos (Figuras 14 a 17).



### 5.2.3. TEOR DE HOLOCELULOSE

O percentual de carboidratos totais dos materiais lignocelulósicos é chamado de holocelulose. O teor de holocelulose pode ser calculado somando os valores de celulose mais hemicelulose. Neste trabalho, os valores de holocelulose obtidos no sisal foram: 72,08% para a fibra; 49,72% para a folha e 48,19% para o bagaço de sisal. Desta forma, verificou-se que a fibra de sisal apresentou maior percentual de holocelulose.

Figura 7 - Percentual de holocelulose nas amostras analisadas.

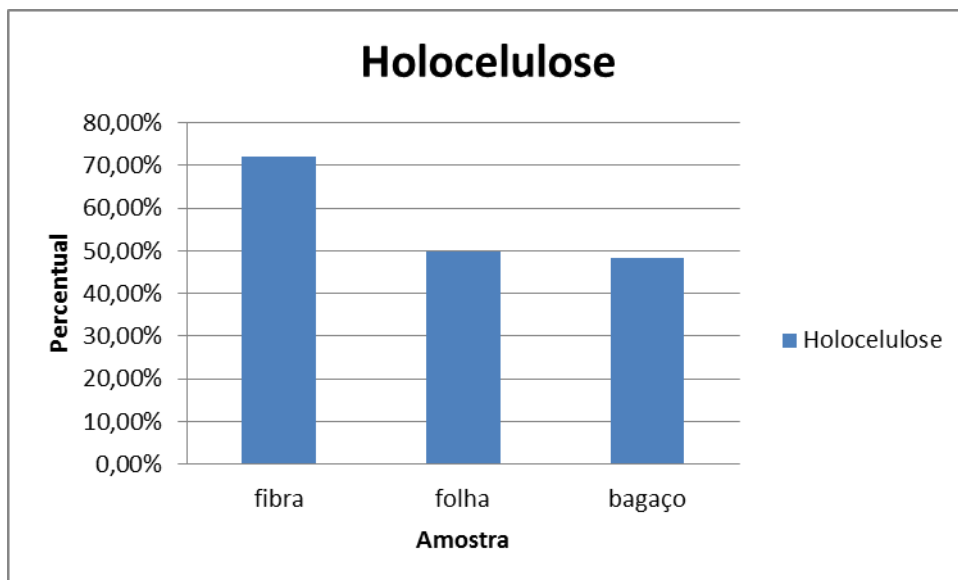


Figura 8 - Processo de análise da holocelulose.

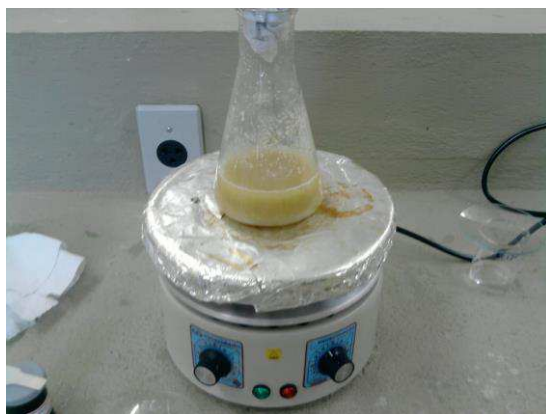


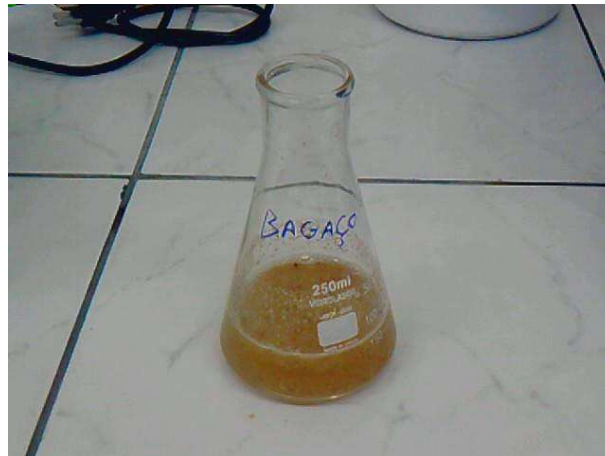
Figura 9 - Holocelulose da fibra folha e bagaço respectivamente.



#### 5.2.4. TEOR DE CELULOSE E HEMICELULOSE

No presente trabalho, o teor de celulose encontrado foi obtido pela soma da celulose alfa mais a celulose beta (52,17%), MARTIN et al. (2009) estudaram a composição química de diferentes partes da fibra do sisal e encontraram valores de celulose que variam de 77,3% até 84,4%. uma diferença significativa, porém os teores de lignina e de celulose variam com a idade da planta. Além disso, MOCHNACZ, (2003) informa que lotes distintos de fibra podem apresentar diferentes propriedades.

Figura 10 - Análise de celulose alfa.



### 5.2.5. TEOR DE LIGNINA

No presente trabalho, o valor encontrado para a lignina da fibra foi próximo 13,5%. Já para a folha e para o bagaço, os valores encontrados foram 21,3% e 22,63% respectivamente. Martin et al. (2009) encontraram valores de lignina para diferentes partes da fibra do sisal que vão de 7,4% a 11,4%. Segundo SILVA. (2012), a lignina ocupa entre 20% e 30% da massa seca da biomassa nesse aspecto os valores de lignina encontram-se próximos aos da literatura.

Figura 11 - Análise de lignina.

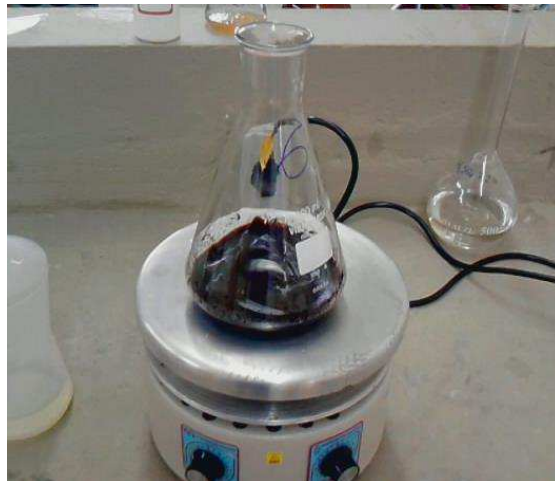


Figura 12 - Lignina da folha do sisal.

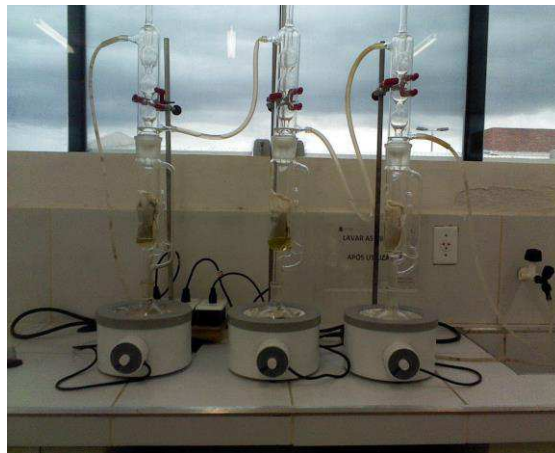


### 5.2.6. TEOR DE EXTRATIVOS

Os valores encontrados para o teor de extrativos da folha e do bagaço de sisal foram menores, possivelmente devido o solvente utilizado.

MOCHNACZ (2003), ao estudar a composição química da fibra do sisal, encontrou um valor de 6% de extrativos utilizando etanol/tolueno como solvente. O valor encontrado é próximo ao encontrado no presente trabalho que foram 5,8% para a fibra, 8% para a folha e 6,7% para o bagaço.

Figura 13 - Sistema montado para as análises dos extrativos.



A composição química do sisal varia de acordo com a região de cultivo, tipo de solo e condições climáticas. Os dados da composição lignocelulósica do sisal (fibra, folha e bagaço) obtidos neste trabalho estão resumidos na Tabela 2.

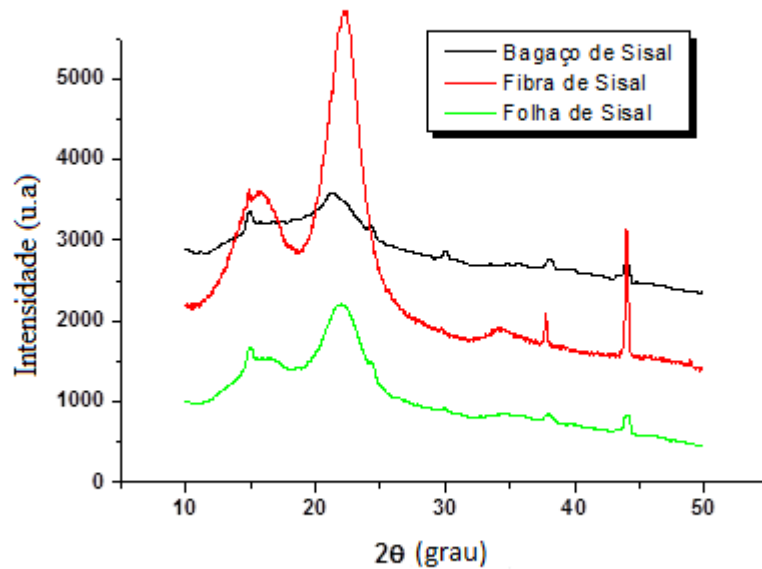
Tabela 2 - Composição lignocelulósica do sisal.

<b>ANÁLISES</b>	<b>FIBRA</b>	<b>FOLHA</b>	<b>BAGAÇO</b>
Umidade (%)	6,92	11,71	12,82
Cinzas (%)	2,10	7,50	8,50
Celulose alfa (%)	48,17	27,95	26,30
Celulose beta (%)	4,00	4,21	1,30
Hemicelulose (%)	19,91	17,43	20,59
Lignina (%)	13,50	21,30	22,63
Extrativos (%)	5,80	8,0	6,70

### 5.3. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os difratogramas da fibra, bagaço e folha de sisal (Figura 14) indicaram os picos referentes aos planos cristalinos característicos dos materiais lignocelulósicos: 15° (plano 101), 23° (plano 002) e 34° (plano 040). A fibra de sisal é constituída basicamente de lignina, hemicelulose e celulose, sendo que a lignina e a hemicelulose são macromoléculas amorfas, e as moléculas de celulose são orientadas aleatoriamente tendo a tendência de formar ligações de hidrogênio intra e intermoleculares (MARTIN, 2009).

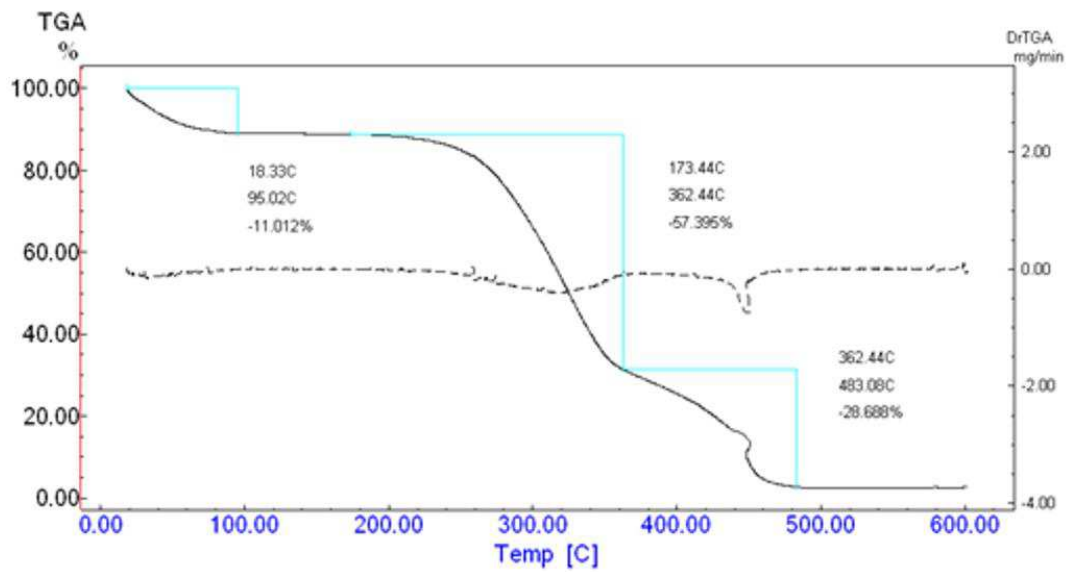
Figura 14 - Difratomogramas da fibra, bagaço e folha de sisal.



#### 5.4. ESTUDO TÉRMICO

As curvas termogravimétricas (TG/DTG) da fibra de sisal (Figura 15) apresentaram três etapas de perda de massa e teor de cinzas de 2,9%. A primeira etapa, atribuída a desidratação, ocorreu no intervalo de 18-95 °C, com perda de massa de 11,01%. A segunda etapa, atribuída à decomposição de hemicelulose e celulose, ocorreu no intervalo de temperatura de 173-362 °C, apresentando 57,4% de perda de massa. A terceira etapa, associada com a decomposição da celulose e lignina, ocorreu no intervalo de temperatura de 362 a 483°C, com perda de massa de 28,69%.

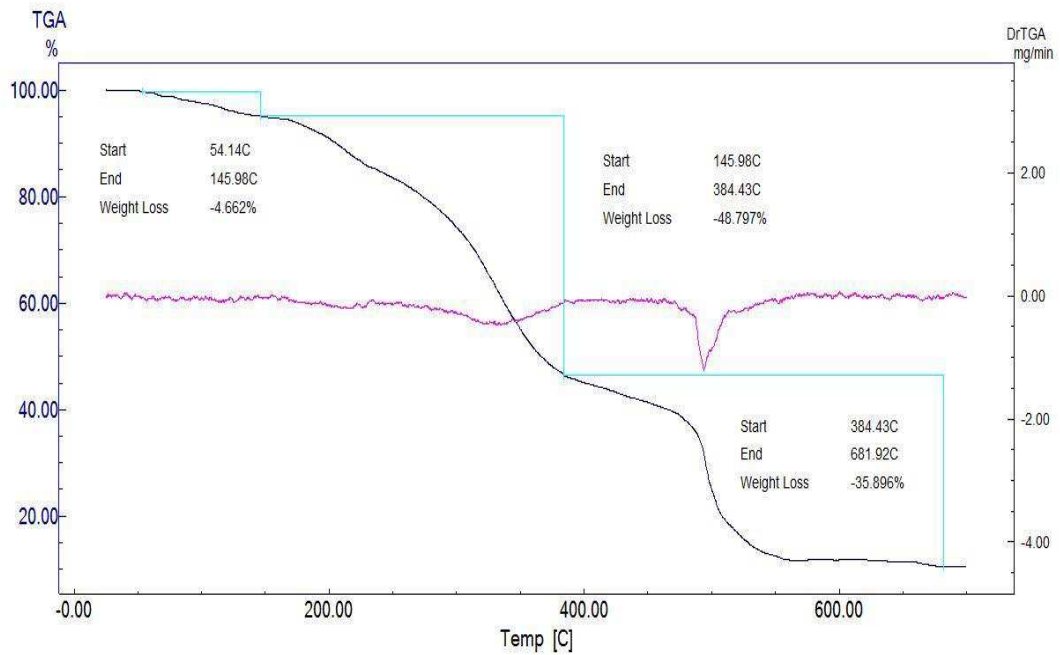
Figura 15 - Curvas TG/DTG da fibra de sisal.



As curvas termogravimétricas (TG/DTG) do bagaço de sisal (Figura 16) apresentaram três etapas de perda de massa e teor de cinzas de 10,64%. A primeira etapa, atribuída a desidratação, ocorreu no intervalo de 54-145 °C, com perda de massa de 4,66%. A segunda etapa, atribuída à decomposição de hemicelulose e celulose, ocorreu no intervalo de temperatura de 145-384°C, apresentando 48,8% de perda de massa. A terceira etapa, associada com a decomposição da celulose e lignina, ocorreu no intervalo de temperatura de 384 a 681°C, com perda de massa de 35,9%.

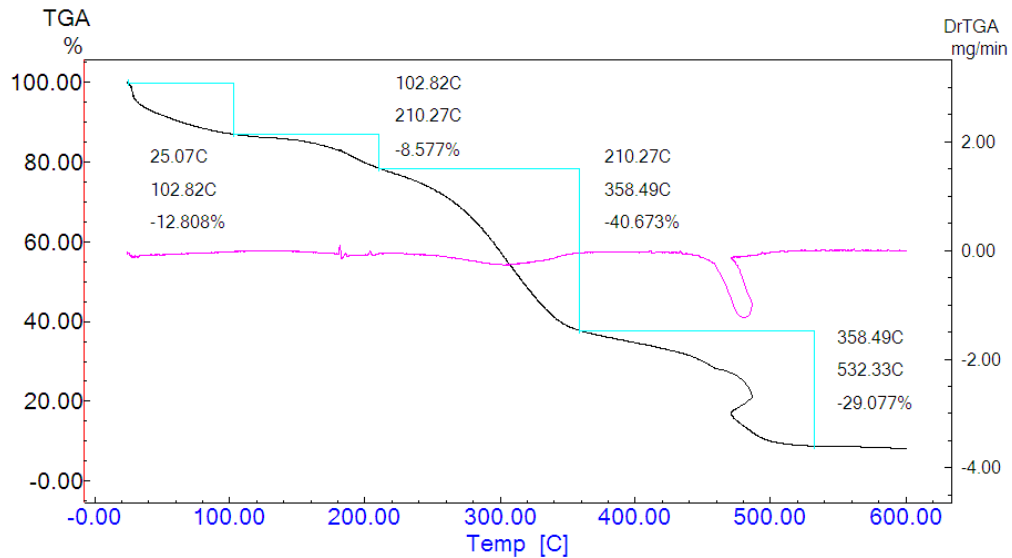


Figura 16 - Curvas TG/DTG do bagaço de sisal.



As curvas termogravimétricas (TG/DTG) da folha de sisal (Figura 17) apresentaram quatro etapas de perda de massa e teor de cinzas de 8,86%. A primeira etapa, atribuída a desidratação, ocorreu no intervalo de 25-102°C, com perda de massa de 12,81%. A segunda e terceira etapas, atribuídas à decomposição de hemicelulose e celulose, ocorreram nos intervalos de temperatura de 102-210 e 210-358°C, apresentando 8,58 e 40,67% de perda de massa, respectivamente. A quarta etapa, associada com a decomposição da celulose e lignina, ocorreu no intervalo de temperatura de 358 a 532°C, com perda de massa de 29,08%.

Figura 17 - Curvas TG/DTG da Folha de Sisal.



Verificou-se também que os teores de cinzas, de todas as amostras, obtidos pelo método termogravimétrico foram próximos aos valores determinados na composição físico-química. Os teores de lignina foram maiores no bagaço de sisal. E os teores de celulose e hemicelulose foram maiores na fibra e próximos ao bagaço e folha de sisal.

Corradini et al. (2009) em um estudo de estabilidade térmica de fibras de algodão, mencionaram que a hemicelulose degrada entre 240-310 °C, a celulose no intervalo de temperatura de 310-360 °C, enquanto a lignina entre 200 e 550 °C. Também informaram que em muitos casos não é possível diferenciar os processos de degradação dos componentes das fibras lignocelulósicas, devido as reações serem complexas e ocorrer sobreposição no intervalo entre 220 a 360 °C.

Kim et al. (2005) investigaram a adição de componentes lignocelulósicos a polímeros, dado que a decomposição da celulose ocorre a temperaturas inferiores a 350°C pela quebra de ligações glicosídicas entre os carbonos 1 e 4 dos seus monômeros. Eles apontaram que acima de 400°C ocorre a quebra de ligações C-O de celulose e compostos voláteis tais como: CO e CH<sub>4</sub>. Na lignina os pesquisadores

indicaram maior estabilidade térmica em função de seu elevado grau de condensação, deixando como resíduo principalmente compostos fenólicos.

## 6. CONCLUSÃO

O sisal é uma planta promissora no que diz respeito à utilização de celulose e hemicelulose, a fibra do sisal apresentou maior percentual de celulose, com um valor de 52,17%. A folha e o bagaço de sisal apresentaram percentual baixo de celulose (32,16% e 27,6% respectivamente) e teor considerável de hemicelulose. Tanto a celulose quanto a hemicelulose podem ser convertidas em etanol após o processo de hidrólise.

Os difratogramas da Fibra, Bagaço e Folha de Sisal indicaram os picos referentes aos planos cristalinos característicos dos materiais lignocelulósicos.

Os dados termogravimétricos indicaram que, considerando a segunda etapa de perda de massa das amostras, atribuída à decomposição de hemicelulose e celulose, a fibra de sisal é mais estável termicamente do que a folha e o bagaço de sisal.

## 7. REFERÊNCIAS

ANDRADE, WILSON -O Sisal do Brasil- disponível em;  
[http://www.brazilianfibres.com.br/?page\\_id=17&lang=pt](http://www.brazilianfibres.com.br/?page_id=17&lang=pt). Acesso em;  
20/02/2012.

A.O.A.C. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists: edited Ig W. Horwitz 16<sup>a</sup> ed. Washington, 850p. v.2. 1997.

CAMPOS, Daniel Baracuy da Cunha. Hidrólise enzimática do bagaço deslignificado do Pedúnculo do caju (*anarcadiumorcidentallelineu*) para Produção de bioetanol. Dissertação (mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Campina Grande, Campina grande-PB, 2011.

CARDOSO, Vanessa M. Aplicação da radiação de feixe de elétrons como pré-tratamento do bagaço da cana-de-açúcar para hidrólise enzimática da celulose. Dissertação de mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Aplicações SÃO PAULO 2008.

CONAB. Sisal – safra 2012/2013 : comercialização – proposta de ações. Brasília-DF, 01 de outubro de 2012

CORRADINI E, Teixeira EM, Paladin PD, Agnelli JA, Silva ORRF, Mattoso LHC. J. Therm. Anal. Cal. 2009;97: 415.

EMBRAPA. Algodão. *Cultivo do Sisal*. Campina Grande- PB: CNPA, 2006. (Sistemas de Produção, n. 5). Disponível em;

<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Sisal/Cultivo doSisal/importancia.html>. Data de acesso; 27/06/2013

Farmacopéia Brasileira 4<sup>a</sup>. Ed. São Paulo: Atheneu, 1988.

Gentry, H. S. 1982. *Agaves of Continental North America*. Tucson.

KIM HS, Yang HS, Kim HJ, Lee BJ, Hwang TS.J. *Therm. Anal. Cal.* 2005; 81:299.

LEHNINGER, Albert Lester, *Princípios de Bioquímica*. In \_\_; ed 4, São Paulo, SARVER, 2006, p. 245-247.

MARTIN, A. R. et al. - Caracterização química e estrutural de fibra de sisal da variedade *Agave sisalana*. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 19, nº 1, 2009, p. 40-46.

MOCHNACZ, Sandro. *Preparação e caracterização de fibras de sisal (agave sisalana) para utilização em compósitos poliméricos*. Dissertação (mestrado em engenharia). Programa de pós-graduação em engenharia. Universidade federal do Paraná. Curitiba, 2003.

OASHI, M. C. G. *Estudo da cadeia produtiva como subsídio para pesquisa e desenvolvimento do agronegócio do sisal na Paraíba*. Tese (doutorado em engenharia de produção). Programa de pós-graduação em engenharia de produção. Universidade federal de Santa

Catarina. Florianópolis. SC, 1999. Disponível em; [www.eps.ufsc.br/teses99/oashi/cap4.html](http://www.eps.ufsc.br/teses99/oashi/cap4.html) data de acesso; 12/06/13.

RAMOS, Luiz Pereira. Aproveitamento Integral de Resíduos Agrícolas e Agroindustriais. Disponível em: [http://blog.cca.ufscar.br/lamam/files/2010/07/artigo\\_pretratamento.pdf](http://blog.cca.ufscar.br/lamam/files/2010/07/artigo_pretratamento.pdf)

Acesso em: 01 mar. 2013

Rose G. P. V. et. al. *Synthesis and characterization of methyl cellulose from sugar cane bagasse cellulose*. Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia. Carbohydrate Polymers, v. 67, p. 182-189. Jan, 2007.

Rotta, E. Carvalho, L. C. Zonta, B. M. Manual de prática de coleta e herborização de material botânico [recurso eletrônico] / - Dados eletrônicos. - Colombo: Embrapa Florestas. 2008.

SANTOS, IRIS D. Influência dos teores de lignina, holocelulose e extrativos na densidade básica, contração da madeira e nos rendimentos e densidade do carvão vegetal de cinco espécies lenhosas do cerrado. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) Departamento de Engenharia Florestal, Universidade de Brasília. Brasília. Distrito Federal, 2008.

SILVA, Fabrícia Vieira. Panorama e perspectivas do etanol lignocelulósico. Revista Liberato, Novo Hamburgo, v. 13, n. 20, p. 01-134, jul./dez. 2012.

SILVA, Giovani Ferreira da et al. Estratégias para inserção do território do sisal no programa de biodiesel. In: \_\_\_\_\_. **Bahia Análise & Dados**. Salvador, BA: SEI, 2009. p. 671-686.

SILVA, O.R.R.F. COUTINHO, W. M. CARTAXO, W. V. SOFIATTI, V. SILVA FILHO, J. L. CARVALHO, O. S. COSTA, L. B. Cultivo do Sisal no Nordeste Brasileiro. Campina Grande, PB. Julho, 2008.