



Hidrólise ácida do línter do algodão para produção de açúcares fermentescíveis

Gleycielle Cavalcante Pinheiro¹, Francisca Gleyciara Cavalcante Pinheiro², Alessandro Viana Freitas³, Ana Cassales Ribeiro⁴, Renato Carrhá Leitão⁵, Adriana Guimarães Costa⁶.

¹Graduanda do Curso de Tecnologia em Gestão Ambiental – IFCE. Bolsista do IFCE. e-mail: gleyciellecavalcante@gmail.com

²Graduada - IFCE. Bolsista do CNPq. e-mail: gleyciaracavalcante@gmail.com

³Graduando do Curso de Tecnologia em Processos Químicos – IFCE. Bolsista da Embrapa Agroindústria Tropical. e-mail: alex_vfreitas@yahoo.com.br

⁴Analista da Embrapa Agroindústria Tropical; Fortaleza -CE, CEP: 60511-110. e-mail:ana.cassales@embrapa.br;

⁵Pesquisador da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza -CE, CEP: 60511-110. e-mail:renato@cnpat.embrapa.br;

⁶Professora do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará, Fortaleza – CE, CEP: 60040-531. e-mail: adrianagc@ifce.edu.br

Resumo: O línter de algodão é constituído por uma camada de fibras curtas que ficam aderidas à superfície das sementes de algodão. Após a retirada das fibras longas, estas possuem larga aplicabilidade, como na fabricação de papel moeda e, em geral, para a produção de algodão hidrófilo e tecidos cirúrgicos (DA MOTA, 2009). O línter é um resíduo lignocelulósico, logo, constitui-se de três grupos de polímeros: celulose, hemicelulose e lignina. Em virtude do alto teor de celulose (cerca de 98%), o línter pode ser convertido a açúcares fermentescíveis por meio de um pré-tratamento termoquímico, sendo estes açúcares convertidos em energia. Nesta pesquisa foi utilizado o pré-tratamento termoquímico (hidrólise ácida) do línter de algodão tipo 4 utilizando o ácido clorídrico diluído, com o objetivo de solubilizar grande parte da hemicelulose evitando a degradação de seus monossacarídeos formados, que, se hidrolisados posteriormente, formam compostos inibitórios da ação microbiana (furfural e 5-HMF).

Palavras-chave: açúcares fermentescíveis, hidrólise ácida, línter de algodão

1. INTRODUÇÃO

O acúmulo de resíduos agroindustriais na natureza gera problemas ambientais devido à sua difícil decomposição. Diante disso, várias pesquisas têm sido desenvolvidas visando o aproveitamento eficiente de materiais lignocelulósicos, convertendo-os em fonte de energia e fonte de polímeros e monômeros. Porém, um dos fatores limitantes para a produção de energia é o pré-tratamento visando à hidrólise deste material (CANETTIERI, 2004).

Dentre os resíduos lignocelulósicos está o línter de algodão que é um subproduto da cotonicultura constituído por uma camada de fibras curtas do algodão. O línter de algodão é rico em complexos orgânicos de carbono constituído, principalmente, de três componentes: celulose, hemicelulose e lignina. Em virtude de sua composição, este resíduo pode ser convertido em açúcares fermentescíveis por meio de um pré-tratamento termoquímico.

Segundo estimativas da Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB, 2012), uma produção de $3,28 \times 10^6$ t de algodão em caroço para a safra 2011/2012, admitindo-se um teor de línter de 4%, e que metade do caroço de algodão produzido possua línter na semente, há um total de $65,6 \times 10^3$ t de línter disponível para aproveitamento pela indústria.

Na semente do algodão, 40% de sua massa são fibras, enquanto os 60% restantes são de caroço. O teor de línter, no caroço de algodão, pode variar de 4% a 8% em massa (ARAÚJO et. al., 2003) que, em geral, é prensado juntamente com o caroço para extração de óleo e produção da torta de algodão. A Tabela 1 apresenta a composição química do línter (SILVA; SILVA JR, 2003).

Tabela 1 - Composição química do línter.

Componente (%)	Silva e Silva Jr. (2003)	Sun e Cheng (2002)	Sczostak (2009)
Teor de extrativos totais	7,52		5,0
Teor de Lignina klason total (solúvel + insolúvel)	3,65	0	0
Teor de holocelulose	87,43		



Teor de Celulose		80–95	80,0
Teor de Hemicelulose		5–20	2,0
Teor de Cinzas	1,40		3,0
Teor de óleo extraído em hexano	2,05		
Extrativos em diclorometano	1,27		

Conforme a Portaria N° 55 do Ministério da Agricultura (BRASIL, 1990) em seu Artigo 33, o línter é dividido em 4 tipos (1 a 4), onde o tipo 1 é superior (de perfeito estado, seco e de coloração clara) e o tipo 4 é de bom estado (seco e de coloração mais escura). O línter deve ser descartado quando úmido e em estado de fermentação. Os línters tipo 1 a 3 já são utilizados na indústria, logo, não representam problemas ambientais.

Um dos pré-tratamentos mais utilizados é a hidrólise ácida, o qual consiste no aquecimento da biomassa juntamente com uma solução ácida em um reator operado com temperaturas entre 120 e 240°C (BARBOSA; CÂNDIDO; SILVA, 2005; BEVILAQUA, 2010). O produto da hidrólise ácida dos materiais lignocelulósicos são os açúcares fermentescíveis, como a glicose, proveniente da celulose, e xilose, manose, galactose, glicose e arabinose, provenientes da hemicelulose. No entanto, dependendo da severidade do pré-tratamento (SAITO et. al., 2006; PEDERSEN; MEYER, 2010), os açúcares formados podem ser degradados, formando furfural e HMF.

O pré-tratamento ácido pode ser realizado tanto com tempo de reação curto (por exemplo, 5 min.) em altas temperaturas (por exemplo, 180°C), ou com tempo de retenção relativamente longo (por exemplo, 90 min.) em temperaturas mais baixas (por exemplo, 120°C). A solução de ácido pode ser altamente concentrada, usando H₂SO₄ e HCl com concentração entre 30 e 70%, e temperaturas na ordem de 40°C (BARBOSA, CÂNDIDO; SILVA, 2005; TAHERZADEH; KARIMI, 2008), porém são tóxicos, corrosivos e perigosos, os quais requerem reatores que sejam resistentes à corrosão (SUN; CHENG, 2002); ou diluída (concentração), sendo usualmente empregados como catalisadores o ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico ou ácido fosfórico. A hidrólise ácida é um processo rápido, tem baixo consumo de energia e um alto rendimento em termos de grupos redutores totais (GRT) (TAHERZADEH; KARIMI, 2008).

Nesta pesquisa foi utilizado o pré-tratamento termoquímico do línter de algodão tipo 4 utilizando o ácido clorídrico diluído com o objetivo de solubilizar grande parte da hemicelulose evitando a degradação de seus monossacarídeos formados, que, se hidrolisados posteriormente, formam compostos inibitórios da ação microbiana (furfural e HMF). Podendo assim, prejudicar o rendimento da hidrólise.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Determinações físico-químicas

O línter utilizado foi fornecido pela Delta Opal do cerrado baiano. A caracterização do material lignocelulósico foi feita em termos de umidade, cinzas, extrativos, lignina (insolúvel + solúvel), holocelulose e alfacelulose, cujas determinações foram realizadas segundo a metodologia de MORAIS et al. (2010), baseada nas normas TAPPI T211 om-02, T412 om-02, T204 cm-97, T222 om-02, T203 cm-09 e Yokoyama et al. (2002).

2.2 Planejamento Experimental

Foi utilizado o programa *statistic 7.0*, onde foi estudada a variável de resposta (%) de solubilização de açúcares da fibra pré-tratada mediante planejamento experimental multivariado 2² com pontos centrais (PC). Os fatores e níveis são apresentados na Tabela 2.

2.3 Pré-tratamento físico

A moagem do línter tipo 4, procedeu-se em um moinho de facas (Tecnal-TE 058) com uma peneira de 10 mesh (2 mm) para melhor homogeneização da amostra.



2.4 Pré-tratamento físico-químico

Após a moagem da fibra, realizou-se a hidrólise ácida com HCl em mini reatores de alta pressão. As variáveis trabalhadas foram concentração de ácido e temperatura, sendo o primeiro variando entre 1 e 3M e o segundo variando entre 90 e 160°C, como demonstrado na tabela 2. De acordo com experimentos preliminares encontrou-se um tempo ótimo de 20 minutos e uma razão massa de substrato/volume ótima de 1:20, os quais foram fixados.

Tabela 2 - Variáveis independentes estudadas com HCl para o línter de algodão.

Variável Independente	- α	-1	0	+1	+ α
Temperatura (°C)	90	100	125	150	160
[HCl] (M)	1	1,3	2,0	2,7	3

2.5 Determinações de açúcares

Após a submissão das amostras ao pré-tratamento, as mesmas foram separadas em fração solúvel em água, composta pelo hidrolisado das hemiceluloses e fração insolúvel em água, formada por celulose, lignina e hemicelulose residual.

Foi utilizado o método DNS (ácido 3,5-dinitrossalicílico) descrito por Miller (1959) para a determinação de GRT.

2.6 Cálculo da eficiência de hidrólise

A fim de avaliar o pré-tratamento ácido, levou-se em conta a massa de celulose e hemicelulose do material bruto e a posterior % de celulose e hemicelulose que foram convertidas em açúcares nos diferentes hidrolisados. A taxa de conversão de açúcares (YS) e a eficiência de hidrólise (n) foram calculadas pelas seguintes Equações 1 e 2:

$$YS = \frac{(CV) * 100}{M} \quad (\text{Eq. 1})$$

$$n = \frac{(YS) * 100}{Y \text{ max}} \quad (\text{Eq. 2})$$

Onde: C = concentração dos componentes da fase líquida (g/L); V = volume da solução líquida após hidrólise (L); M = massa de biomassa utilizada no experimento (g); Ymax = taxa máxima de açúcares recuperados (g/g de matéria seca).

Neste trabalho foi adotado um fator de conversão de 0,9 para a celulose e 0,88 para a hemicelulose (IRICK et. al., 1988) conforme descrito na Equação 3:

$$Y_{\text{max}} = \text{cel} * 0,9 + \text{hem} * 0,88 \quad (\text{Eq. 3})$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Composição química do línter bruto

A composição do línter estudado neste trabalho difere em termos de alfacelulose e hemicelulose do línter utilizado por Sczostak (2009) e Cassales et. al. (2011), conforme a tabela 3.

Tabela 3 - Caracterização do línter de algodão estudado.

Componente	Conteúdo (% m/m)		
	Este trabalho	Sczostak (2009)	Cassales et. al. (2011)
Umidade	3,2	-	6,33
Cinzas	8,95	3,0	2,32

Extrativos	9,60	5,0	5,59
Lignina (insolúvel+solúvel)	10,88	0,0	0,68
Holocelulose	63,41	82,0	81,51
Alfacelulose	43,20	80,0	76,91
Hemicelulose	20,21	2,0	4,60

A variação da composição química do línter se dá em função de que os trabalhos encontrados estudaram línter tipo 1 e neste trabalho foi tipo 4. O línter tipo 4 apresenta pouca aplicação e pode ser utilizado como fonte de energia (DA MOTA, 2009). Vale ressaltar que não foram encontrados na literatura dados referentes a este tipo de línter.

A fração holocelulósica encontrada está próxima àquela encontrada para a palha do sorgo (celulose 35%, hemicelulose 24%, lignina 25%) (HERRERA, 2003) e palha de canola (celulose 36,6%, hemicelulose 24,1%, lignina 17,13%) (DÍAZ et al., 2010).

3.2 Hidrólise ácida

A tabela 4 apresenta os resultados experimentais obtidos após hidrólise do línter. É possível observar que há uma redução da produção de GRT com o aumento da concentração de ácido (adotando-se um tempo de reação de 20 minutos e razão massa/volume de 1:20). No entanto, o aumento da temperatura até 150°C promove uma maior solubilização de açúcares, porém temperaturas superiores a essa causam uma redução daqueles. Observa-se também que ao mesmo tempo em que a produção de GRT aumenta ocorre um crescimento na produção dos inibidores biológicos furfural e 5-HMF, e a 160°C há uma redução tanto das concentrações de GRT quanto desses inibidores. Isso, provavelmente, se deve ao fato de que em elevadas temperaturas grande parte dos açúcares são convertidos a furfural e 5-HMF (RODRIGUES, 2007), e estes, por sua vez, são degradados a ácido fórmico e levulínico (CANETTIERI, 2004). Segundo Bevilaqua (2010), em temperaturas próximas a 160°C e em meio ácido, as unidades de glicose liberadas pela hidrólise da celulose são desidratadas e se degradam a 5-HMF, o qual, em um segundo momento, é degradado a ácido fórmico e levulínico.

A maior eficiência de hidrólise foi de 64,97% no ensaio 2 (tabela 5), no qual foi possível obter 0,139g de GRT por 1g de línter conforme apresentado na tabela 4.

Tabela 4 - Concentração de açúcares dos hidrolisados.

Ensaio	Temp (°C)	[HCl] (M)	gGRT/glínter	HMF (ppm)	Furfural (ppm)	Glicose (g/L)	Xilose (g/L)	Arabinose (g/L)
1	100	1,3	0,052	37	14	0,6	1,1	1,0
2	150	1,3	0,139	231	963	9,9	0,1	0,0
3	100	2,7	0,074	36	106	1,8	1,6	0,5
4	150	2,7	0,092	164	75	3,6	0,6	0,0
5	125	2	0,112	99	724	6,9	0,9	0,4
6	125	2	0,118	108	745	6,2	0,8	0,3
7	125	2	0,116	101	753	5,2	0,1	0,4
8	90	2	0,049	28	7	0,3	1,2	0,9
9	160	2	0,022	23	42	0,0	0,0	0,0
10	125	1	0,111	97	484	7,5	0,2	0,8
11	125	3	0,126	140	487	8,1	0,6	0,0

Após a hidrólise ácida, foi obtido um hidrolisado hemicelulósico de línter rico em açúcares fermentescíveis, sobretudo de glicose. Observa-se na tabela 4 que a glicose (9,9 g/L) foi o açúcar predominante no hidrolisado. Segundo Hendriks e Zeeman (2008), a solubilidade dos compostos hemicelulósicos é diferente e em ordem decrescente: manose, xilose, glicose, arabinose e galactose. Nas condições estudadas nesta pesquisa, a concentração de xilose foi muito baixa variando entre 0-1,6 g/l ao mesmo tempo em que as concentrações de 5-HMF e furfural aumentaram, variando entre 23-231 e 7-963 ppm, respectivamente, evidenciando que grande parte da xilose foi degradada a furfural.



Provavelmente a manose, açúcar com maior capacidade de solubilização, foi degradada a 5-HMF juntamente com parte da glicose solubilizada.

A tabela 5 apresenta os percentuais de celulose e hemicelulose que foram hidrolisados bem como a eficiência de hidrólise, tendo como referência os principais açúcares derivados daqueles (glicose, xilose e arabinose).

Tabela 5 - Percentual de Celulose e Hemicelulose solubilizada e eficiência de hidrólise do línter.

Ensaio	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Eficiência (%)
1	2,59	9,06	17,92
2	41,59	0,64	64,97
3	7,78	9,64	26,81
4	15,23	2,74	27,64
5	29,10	5,65	53,45
6	26,36	5,17	48,51
7	22,01	2,14	37,15
8	1,26	9,16	16,03
9	0,00	0,07	0,12
10	31,61	4,39	55,38
11	34,28	2,89	57,19

Conforme apresentado na Tabela 6, através da análise de variância da concentração de açúcares fermentescíveis gerados nos hidrolisados, observa-se que a interação quadrática da temperatura foi significativa, demonstrando que o aumento da temperatura é benéfico até por volta de 150°C e que a partir de então passa a ser desfavorável. No entanto, as interações lineares e quadráticas da concentração do ácido clorídrico, assim como a interação linear da temperatura, não apresentaram variação significativa a um nível de significância de 95%. A Equação 4 foi obtida a partir da superfície de resposta na qual foi avaliada a variação dos GRT.

$$GRT=0,115+0,016*T-0,0737*T^2-0,0008*[HCl]+,009*[HCl]^2-0,034*T*[HCl] \quad (\text{Eq. 4})$$

Onde: GRT = Concentração de grupos redutores totais (açúcares fermentescíveis)
 T = Temperatura de reação em minutos
 [HCl] = Concentração de ácido clorídrico (M)

Tabela 6 - Resultado da análise estatística para razão gGRT/gLínter dos ensaios da hidrólise ácida.

Fatores	Efeito	Desvio Padrão	p
Intersecção	0,115391	0,014462	7,97872
Temperatura (Linear)	0,016336	0,017677	0,92414
Temperatura (Quadrático)	-0,073675	0,020966	-3,51398
[HCl] M (Linear)	-0,000825	0,017677	-0,04666
[HCl] M (Quadrático)	0,009243	0,020966	0,44086
T x [HCl]	-0,034051	0,025050	-1,35933

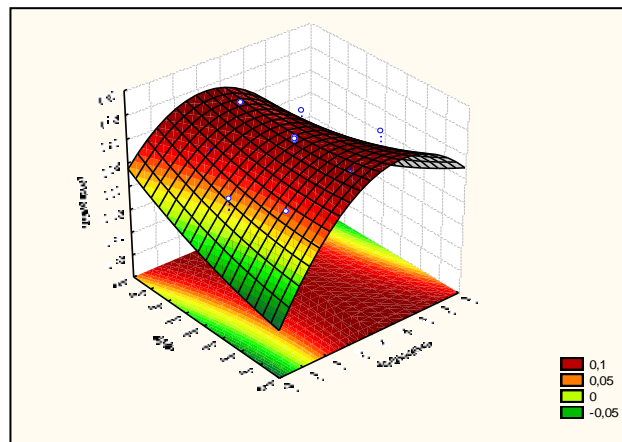


Figura 1 - Superfície de resposta para a razão gGRT/gLínter no hidrolisado de línter em pré-tratamento com HCl ($R^2=0,77$).

É possível observar a partir da Figura 1 que o aumento da concentração de HCl promove uma redução dos açúcares no hidrolisado apesar de não ter sido estatisticamente significativo. Isso implica dizer que qualquer uma das concentrações utilizadas apresenta o mesmo efeito, logo, adotar uma concentração menor pode garantir uma maior preservação dos açúcares, mesmo que não significativa, visando agora a economia do catalisador.

A Figura 2 apresenta a evolução da concentração de furfural e 5-HMF em função da variação da concentração de HCl e da temperatura. A interação quadrática da temperatura foi significativa para o furfural, demonstrando que o aumento desse parâmetro causou um crescimento da concentração de furfural. Já temperaturas superiores a 150°C promovem uma diminuição desses compostos inibitórios, isso provavelmente devido à decomposição deles a ácido levulínico e fórmico. Ainda os dados de concentração de furfural mostraram que houve variação significativa para interação da temperatura e do HCl, cujo efeito foi negativo, evidenciando que sob as condições de estudo o aumento da temperatura não deve ser acompanhado pelo crescimento da concentração de HCl e vice-versa. A superfície de resposta para o 5-HMF não apresentou variação significativa, mas percebe-se que o comportamento da variação de 5-HMF foi semelhante ao de GRT.

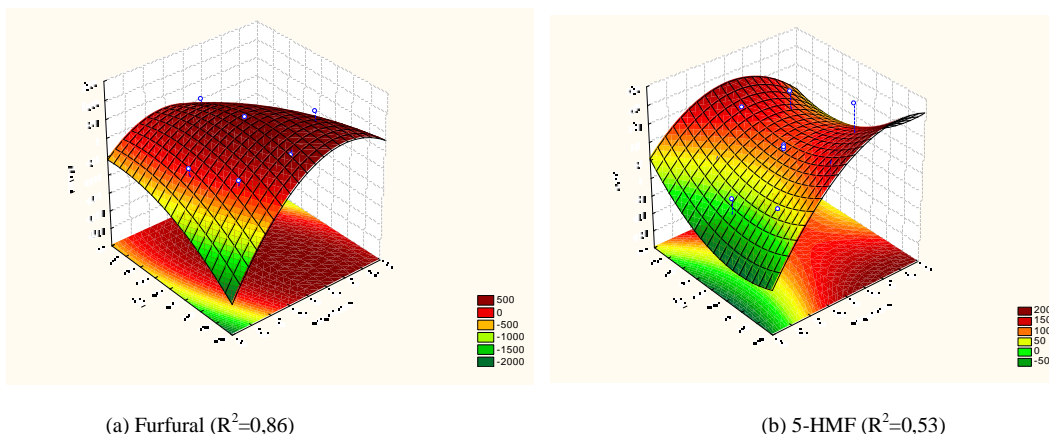


Figura 2 - Superfície de resposta para a concentração de furfural e 5-HMF no hidrolisado de línter.

6. CONCLUSÕES

O pré-tratamento com HCl se mostrou eficiente do ponto de vista da solubilização de glicose, no entanto, sob as condições estudadas houve uma grande formação de inibidores o que pode causar



prejuízos quanto a uma possível utilização deste hidrolisado como substrato para a produção de metano. Mas isso vai depender da concentração de hidrolisado a ser adicionada ao reator anaeróbio.

Como sugestão para ser estudada em outros trabalhos, é importante determinar as concentrações de ácido fórmico e levulínico, pois estes podem estar sendo produzidos em detrimento da degradação do 5-HMF e furfural, o que evidencia uma baixa concentração dos açúcares oriundos da hemicelulose, fato que não é interessante para o pré-tratamento com ácido clorídrico.

REFERÊNCIAS

ARAÚJO, A. E., SILVA, C. A., FREIRE, E. C. et. al. **Cultura do algodão herbáceo na agricultura familiar**. Disponível em: <http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Algodao/AlgodaoAgriculturaFamiliar/subprodutos.htm>, Acesso em: 09 abril 2010.

BARBOSA, C. R.; CÂNDIDO, E. J.; E SILVA, J. B. A. Caracterização dos compostos inibidores do hidrolisado hemicelulósico de palha de cevada utilizado para produção biotecnológica de xilitol. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 6., 2005, Lorena, **Anais ...** São Paulo, 2005.

BEVILAQUA, D. B. **Produção de ácido levulínico por meio de hidrólise ácida da casca de arroz**. 2010. 87p. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria – RS, Brasil, 2010.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria MA nº 55, de 9 de fevereiro de 1990. Norma de Identidade, Qualidade, Embalagem e Apresentação do Algodão em Pluma, de acordo com o disposto na Lei nº 6.305, de 15 de dezembro de 1975 e Decreto nº 82.110, de 14 de agosto de 1978. Diário Oficial da União, Brasília, Seção 1, 30-50, 14 fev 1990.

CANETTIERI, E. V. **Obtenção dos parâmetros e estudo cinético da hidrólise ácida dos resíduos florestais de eucalipto**. 2004. 145p. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, SP, 2004.

CASSALES, A. R.; MORAIS, J. P. S.; ROSA, M. DE F.; ALEXANDRE, L. C.; NORÕES, A. K. M.; MOTA, M. C. G. Caracterização Morfológica por Mev de Fibras de Línier de Algodão 1. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ALGODÃO, 8.; COTTON EXPO, 1., 2011, São Paulo. Evolução da cadeia para construção de um setor forte: **Anais ...** Campina Grande, PB: Embrapa Algodão. 1872-1876, 2011, CD-ROM.

CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento. Acompanhamento de safra brasileira: grãos, quarto levantamento, janeiro/2012. Brasília, 2012.

DA MOTA, E. G. **Utilização do línier hidrolisado como fonte de energia**. 2009. 64p. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, 2009.

DÍAZ, M. J. ET. AL. Hydrothermal pre-treatment of rapeseed straw. **Bioresource Technology**, n. 101, 2428-2435, 2010.

HENDRIKS, A. T. W. M.; ZEEMAN, G. Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**. Amsterdam, n.100, 10-18, 2008.

HERRERA, A.; TÉLLEZ-LUIS S. J., RAMÍREZ J. A.; VÁZQUEZ M. Production of Xylose from Sorghum Straw Using Hydrochloric Acid. **Journal of Cereal Science**, n. 37, 267-274, 2003.



IRICK, T.J.; WEST, K.; BROWNELL, H.H.; SCHWALD, W.; SADDLER, J.N. Comparison of colorimetric and HPLC techniques for quantitating the carbohydrate components of steam-treated wood. Scientific note. **Appl. Biochem. Biotech.**, v.17, p.137-149, 1988.

MILLER, G. L. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. **Analytical Chemistry**, v. 31, 426, 1959.

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

PEDERSEN, M.; MEYER, ANNE S. Lignocellulose pretreatment severity-relating pH to biomatrix opening: REVIEW. **New Biotechnology**. v. 27, n. 6, December 2010.

RODRIGUES, F. A.; **Avaliação da tecnologia de hidrólise ácida de bagaço de cana**. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química, SP, Brasil, 139p, 2007.

SAITO, T.; NISHIYAMA, Y.; PUTAUX, J.-L.; VIGNON, M.; ISOGAI, A. Homogeneous Suspensions of Individualized Microfibrils from TEMPO - Catalyzed Oxidation of Native Cellulose. **Biomacromolecules**. 7(6): 1687-1691, 2006.

SCZOSTAK, A. Cotton linters: an alternative cellulosic raw material. **Macromolecular Symposia**, v. 280, n. 1, p. 45-53, 2009.

SILVA, M. G.; E SILVA, JR., F. G. Produção de Polpa Celulósica a partir de Linter de Algodão. In: 14º SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA - SIICUSP, 2006, Ribeirão Preto. **Anais ...** 2006. Sims, R. Biomass and resources bioenergy *options for a cleaner environment in developed and developing countries*; Elsevier Science: London, UK, 2003.

SUN, Y.; CHENG, J.; Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review. **Bioresource Technology**, n.83, 1-11, 2002.

TAHERZADEH, M.J.; KARIMI, K. Pretreatment of lignocellulosic wastes to improve ethanol and biogas production: A Review. Publishers: International. **Journal of Molecular Sciences**, ISSN 1422-0067, 2008.

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

TAPPI. T 204 cm-97. Solvent extractives of wood and pulp. p. 4, 1997.

TAPPI. T 211 om-02. Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C. p. 5, 2002b.

TAPPI. T 222 om-02. Acid-insoluble lignin in wood and pulp. p. 5, 2002c.

TAPPI. T 412 om-93. Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 900°C. p. 4, 1993.

YOKOYAMA, T.; KADLA, J. F.; CHANG, H. M. Microanalytical method for the characterization of fiber components and morphology of woody plants. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 5, 1040-1044, 2002.